

DETERMINAÇÃO DO ACARICIDA CIEXATINA POR POTENCIOMETRIA

SAVOY, V. L. T.; PRISCO R. C. B. e ALMEIDA, S. D. B

Centro de Pesquisa e Desenvolvimento de Proteção Ambiental, Instituto Biológico, SP, savoy@biologico.sp.gov.br, rprisco@biologico.sp.gov.br, almeida.sdb@biologico.sp.gov.br.

Aceito para publicação em: 12/02/2005.

RESUMO

O presente trabalho foi conduzido com a finalidade de pesquisar uma técnica analítica potenciométrica em mV para o acaricida ciexatina. Esta técnica fundamenta-se na determinação do grupo hidroxila através da potenciometria em meio não aquoso, empregando-se como titulante solução de HCl 0,1M. A metodologia utilizada demonstrou facilidade em sua execução e grande precisão em seus resultados.

Palavras-chave: Ciexatina; análise; técnica potenciométrica.

ABSTRACT

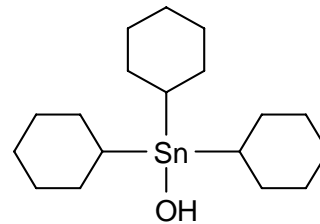
CYHEXATIN ANALYSIS BY POTENCIOMETRIC DETERMINATION.

Hydroxyl group is determined titration in non-aqueous media using a glass electrode and HCl 0,1M as titrating solution. A statistical work with the results was done, demonstrating that the methodology is precise and accurate.

Key words: Cyhexatin; analysis; potentiometric technique.

INTRODUÇÃO

Ciexatina é o nome comum do composto químico hidróxido de triciclohexil estanho, cuja fórmula empírica é $C_{18}H_{34}OSn$ e peso molecular 385,2, Spencer (1982), Worthing (1991). Sua fórmula estrutural é a seguinte:



Este composto é um acaricida formulado como suspensão concentrada (classe toxicológica IV) e como pó molhável (classe toxicológica III), sendo recomendado na cultura de citrus para o ácaro falsa ferrugem (*Phyllocoptruta oleivora*), ácaro da leprose (*Brevipalpus phoenicis*) e ácaro purpúreo (*Panonychus citri*); na cultura de maçã para o ácaro vermelho (*Panonychus ulmi*) e, na cultura de pêssigo, berinjela e morango, para o ácaro rajado (*Tetranychus urticae*). O Ciexatina também é indicado como acaricida de plantas ornamentais, Andrei (2005).

Durante o desenvolvimento da pesquisa, verificou-se uma diminuição do teor de ciexatina, tanto nas formulações como no produto técnico. Este fato é ocasionado pela degradação do produto, por ser fotossensível à luz ultravioleta e instável ao calor e a umidade, transformando-se no seu principal metabólito, o óxido de diciclohexil estanho Worthing (1991).

A determinação de Ciexatina é indicada na literatura pela análise do estanho por absorção atômica Love & Patterson (1978); por cromatografia

gasosa Gauer (1974), ou por colorimetria Getzendaner & Corbin (1972).

O presente trabalho foi desenvolvido com a finalidade de determinar o grupo hidroxila, em meio não aquoso, por técnica potenciométrica Delahay *et al.* (1960).

MATERIAL E MÉTODOS

Foram analisadas amostras de ciexatina a 50%, em formulações tipo pó molhável (WP) e suspensão concentrada (SC) e em ciexatina grau técnico (TC) com 94% de pureza. Para cada amostra foram efetuadas 5 repetições.

O método empregado foi o da determinação do grupo hidroxila por potenciometria, em meio não aquoso, utilizando-se solução de HCl 0,1 M como titulante. O equipamento utilizado para as determinações foi o potenciômetro Methron EA-436, equipado com eletrodo de vidro EA-121, usando-se os seguintes parâmetros: mV = 250 ou 500 e velocidade = 3. Os reativos empregados foram: ácido clorídrico PA-ACS; clorofórmio PA-ACS e metanol PA-ACS.

Técnica de Análise

Duas técnicas analíticas foram desenvolvidas, sendo uma com tomada de alíquota e a outra com determinação direta.

1- Com alíquota - Cerca de 1,0g do produto técnico, analiticamente pesado, foi transferido para um erlenmeyer de rolha esmerilhada de 125mL. Em seguida, foram adicionados 30mL de clorofórmio ao conteúdo do recipiente e agitado eletromagneticamente por 20 minutos. Após a solubilização, o produto foi transferido para balão volumétrico de 50mL, lavando-se o erlenmeyer e o filtro com 3 porções de 5mL de clorofórmio e completado o volume do balão volumétrico com clorofórmio.

Uma alíquota de 10,0mL foi retirada, transferida para um béquer de 100mL, adicionando-se aproximadamente, 80mL de metanol ao

conteúdo do béquer e analisado potenciograficamente com solução de HCl 0,1M sob agitação eletromagnética. Para as amostras procedeu-se da mesma forma descrita anteriormente, porém a quantidade de produto empregada para análise foi cerca de 2,0g.

2- Determinação direta - Cerca de 0,2g do produto técnico, analiticamente pesado, foi transferido para um béquer 100mL e adicionados 20 mL de clorofórmio sob agitação eletromagnética até completa solubilização do produto. Em seguida, foram adicionados, aproximadamente, 50 mL de metanol, e a solução final foi analisada potenciograficamente empregando-se solução de HCl 0,1M. As amostras sofreram o mesmo tratamento que o padrão, porém a quantidade empregada na análise foi cerca de 0,4g.

Não houve necessidade da separação dos inertes e adjuvantes presentes nas formulações. Nas formulações tipo suspensão concentrada, pela dificuldade da solubilização do produto, houve a necessidade de ser feita a extração do produto a quente utilizando-se uma mistura de clorofórmio e metanol (1:1) e, em seguida, empregando-se uma das técnicas analíticas descritas anteriormente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

No cálculo do teor de Ciexatina, foram aplicadas as seguintes fórmulas:

1- com diluição

$$\% \text{ Ciexatina} = V \times 192,6 \times 0,1 \times fc / p$$

V = volume do titulante em mL

fc = fator de correção

p = peso do produto em g, contido na alíquota

2- determinação direta

$$\% \text{ Ciexatina} = V \times 0,0385 \times fc \times 100 / p$$

Na Tabela 1, encontram-se os resultados obtidos para o padrão e para as formulações os quais foram analisados estatisticamente pelo

método do “teste T” Bauer (1971), não apresentando diferenças significativas entre os resultados ($T < 1\%$).

Tabela 1. Número de amostras e repetições com os teores de ciexatina encontrados e declarados.

Produto	Índice de pureza encontrado em % e número de repetições					Índice de pureza declarado em %
	1	2	3	4	5	
Ciexatina Técnico	93,86	93,74	93,88	93,90	94,08	94,0
Ciexatina WP	49,61	49,83	49,81	49,87	49,79	50,0
Ciexatina SC	49,82	49,88	49,63	49,78	49,86	50,0

A presente técnica analítica possui vantagens em relação às técnicas colorimétrica, absorção atômica e por cromatografia gasosa citadas na literatura, por sua facilidade de execução e por empregar reagentes e solventes de baixo custo. A técnica de determinação direta apresentou a mesma precisão e exatidão da técnica de alíquota podendo, desta forma, serem empregadas com toda segurança.

Foram observadas variações nos teores das amostras, após algumas semanas, quando armazenadas em embalagens translúcidas. Em vista dos problemas surgidos durante o desenvolvimento analítico, é aconselhável armazenar o produto em embalagens que não permitam a passagem de luz e umidade.

A metodologia desenvolvida é de fácil execução, podendo ser um método alternativo a ser utilizado em controle de qualidade de fabricação e na fiscalização da qualidade deste produto por parte dos órgãos oficiais.

AGRADECIMENTOS

Os autores dedicam este trabalho ao Pesquisador Ms. Julcir Batista de Almeida, por sua dedicação e motivação à equipe.

LITERATURA CITADA

- ANDREI, E. (Coord.), 2005. **Compêndio de Defensivos Agrícolas**. 7. Ed. Andrei Ltda, São Paulo.
- BAUER, E. L, 1971. **A statistical manual for chemists**. New York, Academic Press, 30 p.
- DELAHAY, P.; CHARLOT, G.; LAITINEN, H., 1959/1960. **A Classification et nomenclature des méthodes eletrochimiques d'analyse**. J. Eletroanal. Chem., vol. 1, 425 p.
- GAUER, W.O, 1974. **Determination of cyhexatin residue by GLC**. J. Agric. Food Chem., vol.22, 252 p.
- GETZENDANER, M.E.& CORBIN, H.B, 1972.. **Tin determination colorimetrically with dithiol reagent**. J. Agric. Food Chem., vol. 20, 881-885 p.
- LOVE, J. L.& PATTERSON, J.E, 1978. **Tin atomic absorption spectroscopy**. J. Assoc.Off.Anal. Chem., vol.61, 627 p.
- SPENCER, E.Y, 1982. **Guide to the chemicals used in crop protection**. 7. Ed. Ottawa: Minister of Supply and Services of Canada,. [Publication, 1093].
- WORTHING, C. R, 1991. **The pesticide manual**. 9 ed. London: British Crop Protection Council.

