

## Determinação eletroanalítica do pesticida metribuzin sobre eletrodo compósito de grafite-poliuretana utilizando SWV.

Fernanda R. de Andrade <sup>1\*</sup> (PG), Renata A. de Toledo <sup>1</sup> (PQ) e Carlos M. P. Vaz <sup>1</sup> (PQ).

<sup>1</sup>Embrapa Instrumentação Agropecuária – Rua 15 de Novembro, 1452, CEP 13560-970, São Carlos, São Paulo.

\* e-mail: fernanda@cnpdia.embrapa.br

Palavras Chave: metribuzin, determinação eletroanalítica, eletrodo compósito e voltametria de onda quadrada.

### Introdução

O metribuzin é um herbicida aplicado no solo para controle de plantas daninhas em culturas de batata, tomate, aspargos, soja e cana-de-açúcar <sup>1</sup>.

A maioria das metodologias analíticas desenvolvidas para determinação de pesticidas no meio ambiente emprega técnicas cromatográficas. Os métodos cromatográficos são precisos, sensíveis e seletivos, mas são caros e trabalhosos devido ao fato da necessidade de etapas de *clean-up* da amostra. Em virtude destas limitações, observa-se um crescimento expressivo de trabalhos que tem utilizado as técnicas eletroanalíticas para determinação de pesticidas em diversas matrizes <sup>2</sup>.

### Resultados e Discussão

O estudo inicial para avaliar a eletroatividade do herbicida metribuzin consistiu na aplicação da técnica de voltametria cíclica para avaliar em que região de potenciais o composto apresenta atividade eletroquímica. O herbicida apresentou um pico de redução (-684 mV vs. E<sub>SCE</sub>) sobre o eletrodo de grafite-poliuretana (GPU) em meio ácido (água Milli-Q acidificada com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) com características de processo irreversível controlado pela difusão de reagente na superfície do eletrodo.

A etapa seguinte consistiu na otimização do pH (pH 2,0), das variáveis da técnica de voltametria de onda quadrada (frequência,  $f = 40 \text{ s}^{-1}$ , amplitude,  $a = 50 \text{ mV}$  e incremento de varredura,  $\Delta E_i = 5 \text{ mV}$ ), do tempo ( $t_{acc} = 10 \text{ s}$ ) e do potencial de acumulação ( $E_{acc} = -300 \text{ mV}$ ) que resultassem em maior intensidade de corrente para o desenvolvimento da metodologia analítica pretendida.

Após a otimização dos parâmetros, obteve-se curvas analíticas, no intervalo de  $1,5 \times 10^{-6}$  a  $11,9 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ , e, na Figura 1 são apresentados os voltamogramas de onda quadrada com a curva analítica inserida ( $r^2 = 0,9988$ ). Os limites de detecção ( $1,9 \mu\text{g L}^{-1}$ ) e o de quantificação ( $6,5 \mu\text{g L}^{-1}$ ) foram calculados de acordo com as equações  $3S_b/b$  e  $10S_b/b$ , respectivamente, onde  $S_b$  ( $9,2 \times 10^{-10}$ ) é o desvio padrão da média aritmética das correntes obtidas dos brancos e  $b$  ( $\theta = 0,3$ ) o valor do coeficiente angular da curva analítica.

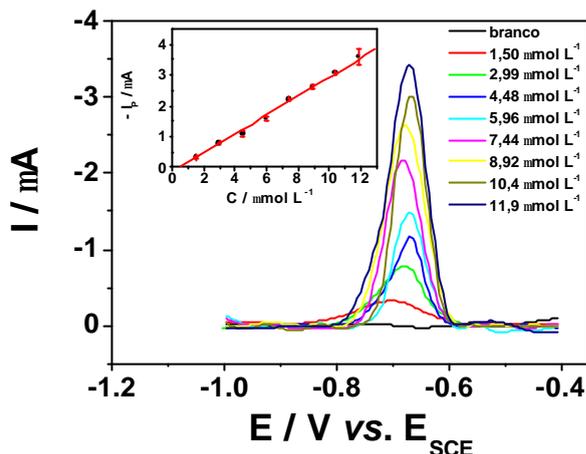


Figura 1. Voltamogramas de Onda Quadrada e curva analítica para várias concentrações de metribuzin.

A precisão da metodologia foi avaliada pelo cálculo da repetibilidade (1,9%,  $n = 10$ ) e da reprodutibilidade (3,9%,  $d = 6$ ) para uma concentração do herbicida igual a  $5,9 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ .

A exatidão da metodologia foi avaliada pelo cálculo do erro relativo (bias = 1,9%), o qual descreve o desvio dos resultados esperados nos experimentos de recuperação do herbicida no eletrólito suporte. Para a construção das curvas de recuperação, uma quantidade conhecida de metribuzin foi adicionada ao eletrólito suporte e, a seguir, a concentração deste herbicida foi determinada pelo método de adição padrão. O resultado obtido referente ao teste de recuperação foi de  $(102,05 \pm 0,21)\%$ .

### Conclusões

A metodologia eletroanalítica desenvolvida é sensível, precisa e exata para a determinação do herbicida metribuzin e será utilizada futuramente em estudos de interação deste herbicida com o solo.

### Agradecimentos

CNPq (310750/2006-7).

<sup>1</sup> Ludvik, J.; Riedl, F.; Liska, F.; Zuman, P. *Electroanalysis*. **1998**, *13*, 869.

<sup>2</sup> Castanho, G. M.; Vaz, C. M. P., Machado, S. A. S. *J. Braz. Chem. Soc.* **2003**, *14*, 594.