

ANÁLISE DO ACARICIDA FEMBUTATIN ÓXIDO POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRAVERMELHA¹

JOSÉ RENATO PIEDADE² e MARIA FUENTES PIEDADE³

RESUMO - O acaricida fembutatin óxido é usado no Brasil para combater o ácaro da falsa-ferrugem (*Phyllocoptruta oleivora*) em culturas de citros. Este acaricida é analisado por titulação em meio não-aquoso, cromatografia líquida e espectrofotometria infravermelha. O primeiro método não é específico, o segundo é muito oneroso, e o terceiro também não é específico porque utiliza a observação correspondente ao radical fenila, comum a fungicidas organoestânicos. Neste pesquisa é estabelecido um novo método por espectrofotometria infravermelha, que oferece a especificidade desejada, uma vez que as absorções usadas correspondem ao radical propila e à ligação éter/óxido; ambos são típicos da molécula do fembutatin óxido.

Termos para indexação: determinação, espectroscopia, agrotóxico, ácaro.

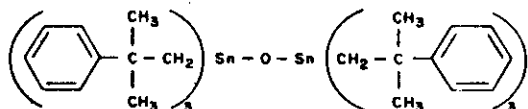
ANALYSIS OF THE MITICIDE FENBUTATION OXIDE BY INFRARED SPECTROPHOTOMETRY

ABSTRACT - The miticide fenbutatin oxide is used in Brazil to control pseudo rust in citrus. *Phyllocoptruta oleivora* is the mite responsible for this disease. The miticide is determined by nonaqueous titration, liquid chromatography and infrared spectrophotometry. The first method is not specific, the second very onerous for developing countries and the third is also not specific because the employed absorption is due to the phenyl radical, common to organotin fungicides. In this research a new method is developed by infrared spectrophotometry that is very specific because the choosed absorptions correspond to the propyl radical and the oxide/ether bond. These absorptions are typical of the fenbutatin oxide.

Index terms: determination, spectroscopy, pesticide, mite.

INTRODUÇÃO

Fembutatin óxido é o nome comum, segundo a Associação Brasileira de Normas Técnicas (1988), de um acaricida quimicamente definido como óxido de di[tri-(2,2-dimetil-2-feniletil) estanho] e com a seguinte fórmula estrutural:



A substância pura é sólida, cristalina e incolor, com ponto de fusão de 145°C. O material técnico é um pó cristalino incolor, com ponto de fusão entre 138 e 139°C; é solúvel em octanol, xileno, benzeno e diclorometano, sendo estável ao calor (Martin & Worthing 1983).

As formulações do acaricida são: pó molhável, concentrado líquido e suspensão concentrada (Meister et al. 1986).

No Brasil, o fembutatin óxido é usado para combater o ácaro da falsa-ferrugem (*Phyllocoptruta oleivora*) em culturas de citros (Andrei 1987).

O fembutatin óxido é analisado por titulação em meio não-aquoso e espectrofotometria infravermelha (Zweig & Sherma 1978).

A cromatografia líquida é também empregada na determinação do fembutatin óxido, de

¹ Aceito para publicação em 11 de novembro de 1991.

² Farm. - Bioquim. (aposentado), Instituto Biológico.

³ Farm. - Bioquim., Seção de Química do Instituto Biológico de São Paulo, Caixa Postal 119, CEP 01051 São Paulo, SP.

acordo com a Shell Development Company (1979).

O método da titulação em meio não-aquoso, embora preciso, não é específico, comprometendo, portanto, a exatidão.

A cromatografia líquida, embora exata, específica e precisa, apresenta, ainda, entre nós, obstáculos de ordem econômica (Lanças 1985).

O método por espectrofotometria infravermelha, descrito para o fembutatin óxido, apresenta dois graves inconvenientes: utilização da absorção não-específica $9,66 \mu\text{m}/1.035 \text{cm}^{-1}$, correspondente ao radical fenila existente na maioria dos fungicidas organoestânicos, e a necessidade de se utilizar a técnica de cleanup antes da injeção na célula selada.

A finalidade da presente pesquisa foi estabelecer para o fembutatin óxido um método químico-analítico adequado, sem as restrições acima apresentadas. Desenvolveu-se, então, por espectrofotometria infravermelha, um método específico que dispensa a trabalhosa técnica de cleanup.

MATERIAL E MÉTODOS

Espectrofotômetro infravermelho marca Perkin-Elmer modelo 727-B; células seladas de cloreto de sódio com 0,5 mm de espessura; seringas hipodérmicas de 10 e 5 ml com agulhas de 5 cm; pipetas volumétricas de 5 ml; erlenmeyers de 50 ml com tampa esmerilhada. Os reagentes empregados foram o sulfato de sódio anidro p.a. e o padrão analítico de fembutatin óxido. As amostras-padrões testadas foram: material técnico (T) 97% p/p e suspensão concentrada (SC) 48% p/v. O solvente empregado grau p.a. foi o dissulfeto de carbono.

Num erlenmeyer de 50 ml foi pesada uma quantidade contendo aproximadamente 0,15 g de princípio ativo, e logo após foram introduzidos 5 ml de dissulfeto de carbono e 1 g de sulfato de sódio anidro. Agitou-se manualmente, esperando-se a decantação. No caso da suspensão concentrada, verificada a solubilização, adicionou-se 1 g de sulfato de sódio anidro e agitou-se novamente.

Da solução retirou-se, com agulha acoplada à seringa, uma quantidade suficiente para injetar na célula, e procedeu-se, através da técnica de compensação, à obtenção dos espectrogramas do padrão e amostras.

A quantificação foi obtida pelo processo da linha-base, com a possibilidade de utilização de três absorções características: $7,2 \mu\text{m}/1.390 \text{cm}^{-1}$, $7,3 \mu\text{m}/1.370 \text{cm}^{-1}$ e $7,75 \mu\text{m}/1.290 \text{cm}^{-1}$.

Com a finalidade de satisfazer a especificidade e a identificação, foram obtidos espectrogramas completos de fembutatin óxido-padrão em pastilha de brometo de potássio (Fig. 1) e dissolvido em dissulfeto de carbono (Fig. 2).

Estatisticamente, foram utilizados os índices erro relativo e coeficiente de variação, a fim de avaliar a metodologia analítica, objeto da presente pesquisa. Nas Tabelas 4, 5 e 6 estão os índices encontrados referentes às determinações das amostras-padrões de material técnico 97% p/p e suspensão concentrada 48% p/v.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nas Tabelas 1, 2 e 3 estão os resultados analíticos obtidos através da técnica descrita em Material e Métodos quando aplicada às seguintes amostras-padrões de fembutatin óxido: material técnico 97% e suspensão concentrada 48% p/v. A análise estatística dos resultados encontra-se nas Tabelas 4, 5 e 6.

TABELA 1. Resultados obtidos nas amostras-padrões referentes a $7,2 \mu\text{m}/1.390 \text{cm}^{-1}$.

Pureza da amostra %	Índices de pureza encontrados (%) em 10 repetições				
T 97,00 p/p	97,39	97,36	97,28	97,33	97,36
	97,41	97,37	97,42	97,37	97,35
SC 48,00 p/v	48,25	48,34	48,32	48,36	48,37
	48,52	48,42	48,35	48,35	48,28

TABELA 2. Resultados obtidos nas amostras-padrões referentes a $7,3 \mu\text{m}/1.370 \text{cm}^{-1}$.

Pureza da amostra %	Índices de pureza encontrados (%) em 10 repetições				
T 97,00 p/p	97,17	97,19	97,13	97,28	97,32
	97,23	97,30	97,35	97,26	97,22
SC 48,00 p/v	48,23	48,27	48,33	48,29	48,33
	48,43	48,45	48,36	48,38	48,36

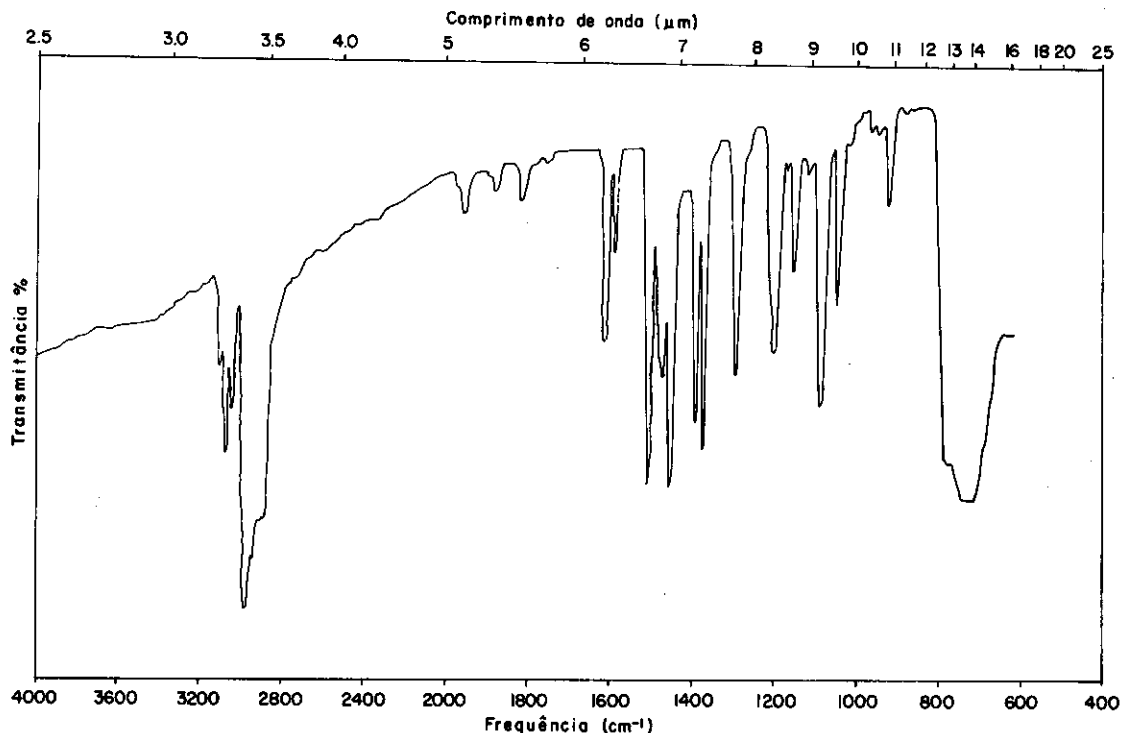


FIG. 1. Espectrograma infravermelho do fembutatin óxido padrão em pastilha de brometo de potássio.

TABELA 3. Resultados obtidos nas amostras-padrões referentes a $7,75 \mu\text{m}$ / 1.290 cm^{-1} .

Pureza da amostra %	Índices de pureza encontrados (%) em 10 repetições					
	T 97,00 p/p	97,31	97,22	97,27	97,34	97,51
SC 48,00 p/v	48,19	48,24	48,31	48,35	48,26	48,45
	48,45	48,38	48,42	48,37	48,44	

TABELA 5. Análise estatística dos resultados da tabela 2.

Pureza da amostra %	E_T	C.V.	Tolerância
T 97,00 p/p	0,25%	0,07%	$E_T \leq 2\%$
SC 48,00 p/p	0,71%	0,14%	C.V. $\leq 1\%$

TABELA 4. Análise estatística dos resultados da tabela 1.

Pureza da amostra %	E_T	C.V.	Tolerância
T 97,00 p/p	0,37%	0,04%	$E_T \leq 2\%$
SC 48,00 p/p	0,75%	0,16%	C.V. $\leq 1\%$

TABELA 6. Análise estatística dos resultados da tabela 3.

Pureza da amostra %	E_T	C.V.	Tolerância
T 97,00 p/p	0,37%	0,09%	$E_T \leq 2\%$
SC 48,00 p/p	0,71%	0,16%	C.V. $\leq 1\%$

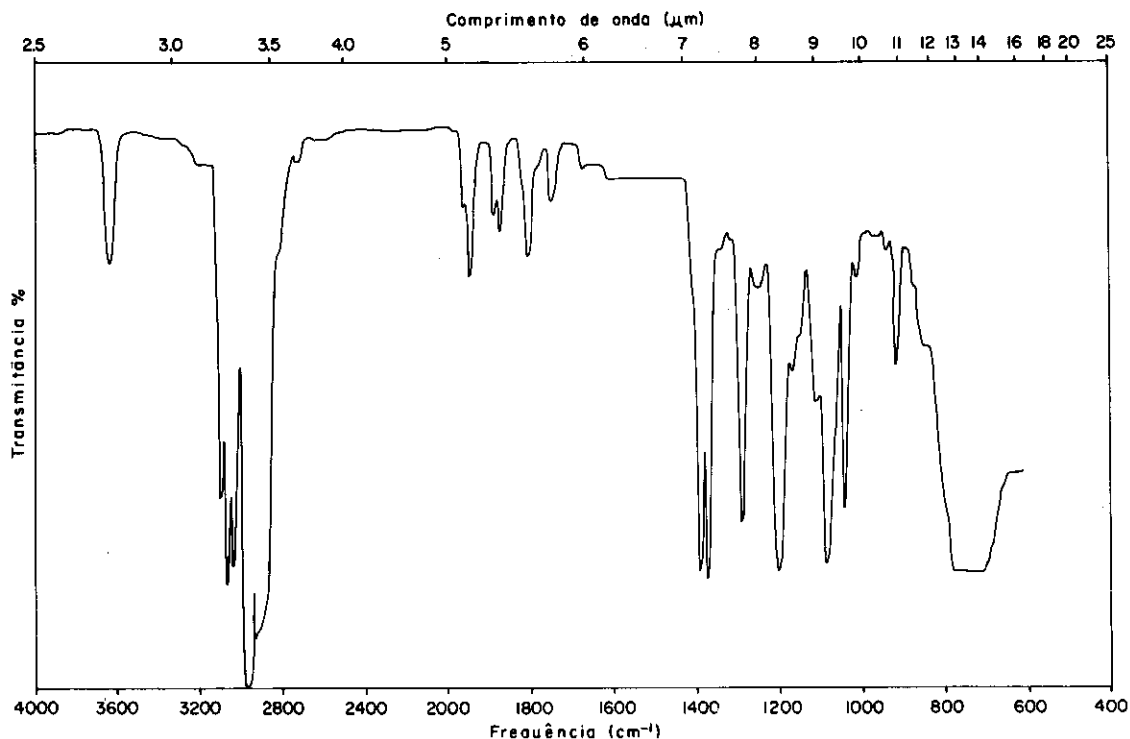


FIG. 2. Espectrograma infravermelho do fembutatin óxido padrão dissolvido em dissulfeto de carbono.

Os índices estatísticos apresentados nas Tabelas 4, 5 e 6 mostram que foi estabelecido, por espectrofotometria infravermelha, um método analítico adequado para a análise do fembutatin óxido.

As três características essenciais de um método analítico, a saber: exatidão, precisão e especificidade, estão satisfeitas; evidentemente, a especificidade só é conseguida quando se processa a varredura do espectro entre 2,5 e 15,0 μm .

Das três absorções características que podem ser utilizadas na determinação do fembutatin óxido, 7,2 $\mu\text{m}/1.390\text{ cm}^{-1}$ e 7,3 $\mu\text{m}/1.370\text{ cm}^{-1}$ correspondem ao radical propila; e 7,75 $\mu\text{m}/1.290\text{ cm}^{-1}$ correspondem à ligação éter/óxido. A utilização de qualquer uma destas absorções torna o método extremamente específico, ao contrário do descrito na literatura, que usa a absorção 9,66 $\mu\text{m}/1.035\text{ cm}^{-1}$ do radical fenila. Este radical é comum a fungicidas organoestá-

nicos, ou seja: acetato de trifenilestanho e hidróxido de trifenilestanho.

REFERÊNCIAS

- ANDREI, E. (Ed.). *Compêndio de defensivos agrícolas*. São Paulo: Organização Andrei Ed., 1987. 492p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (Rio de Janeiro, RJ). *NBR 10436 - Defensivos Agrícolas*. [S.l.], 1988. 249p.
- LANÇAS, F.M. CLAE - Aspectos básicos e instrumentação. In: *ENCONTRO NACIONAL DE ANALISTAS DE FORMULAÇÕES DE DEFENSIVOS AGRÍCOLAS*, 1., 1985, São Paulo. *Anais*. São Paulo: Inst. Biológico, 1985. p.91-100.
- MARTIN, H.; WORTHING, C.R. (Eds.). *Pesticide Manual*. Nottingham: British Crop Protection Council, 1983. 695p.

MEISTER, R.T.; BERG, G.L.; SINE, C.; POPLYK, J.; VLAHOVSKI, F., (Eds.). **Farm Chemicals Handbook**. Willoughby: Meister Publishing Co., 1986. 525p.

SHELL DEVELOPMENT COMPANY. Biological Sciences Research Center. **Determination of Vendex (R) miticide in Vendex 4L formulations**

and aqueous suspension: liquid chromatography method. Modesto, California, 1979. 7p. (Modesto Method Series, MMS-C-497-1).

ZWEIG, G.; SHERMA, S. (Eds.). **Analytical methods for pesticides, plant growth regulators and food additives**. New York: Academic Press, 1978. v.10, 593p.