

DETERMINAÇÃO DO ÓXIDO DE FENBUTATIN POR CROMATOGRAPHIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA

A.K. Matsunaga*, R.M.P. Vasques*, H. Yoneda*

RESUMO

O composto orgânico estânico, óxido de fenbutatin, é um acaricida seletivo usado em culturas de citrus, plantas ornamentais e uva. O presente trabalho descreve o método de análise do óxido de fenbutatin por cromatografia líquida de alta eficiência. As amostras foram diluídas com diclorometano e analisadas em coluna Lichrosorb Si 60 (5 μ m) usando como fase móvel diclorometano + metanol (350 + 150) com 2ml de ácido acético. O princípio ativo foi detectado no detector ultravioleta no comprimento de onda de 254 nm.

PALAVRAS-CHAVE: Óxido de fenbutatin; análise; cromatografia líquida de alta eficiência.

SUMMARY

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF FENBUTATIN OXIDE - Fenbutatin oxide is a selective organotin miticide. It offers control over a wide variety of mites on citrus and ornamental plants and on vines. This paper describes a high-performance liquid chromatographic method for determination of fenbutatin oxide. Samples were extracted with dichloromethane and analysed on Lichrosorb Si 60 (5 μ m), with a dichloromethane + methanol (350 + 150) + 2 ml acetic acid mobile phase. The active ingredient is detected with an ultra-violet detector at 254 nm.

KEY WORDS: Fenbutatin oxide; analysis; high performance liquid chromatographic.

INTRODUÇÃO

O óxido de fenbutatin é um composto organo-estânico conhecido quimicamente como óxido de di[tri-(2-metil-2-fenil-propil) estanho] (fig. 1).

Age como acaricida seletivo, não sistêmico, de baixa fitotoxicidade, utilizado para controlar ácaros fitófagos resistentes aos compostos clorados e fosforados (6), em culturas de citrus (3), plantas ornamentais e uva (2,8). Possui baixa toxicidade aos pássaros, abelhas e outros insetos benéficos, porém é altamente tóxico para peixes (8).

Essas características diferenciam-no de outros compostos organo-estânicos como o trifenil hidróxido de estanho e trifenil acetato de esta-

nho que atuam como fungicidas contra os fungos suscetíveis aos cúpricos e possuem alta toxicidade (4, 10).

O óxido de fenbutatin apresenta persistência longa no ambiente, e sendo praticamente insolúvel em água (6), seu deslocamento para regiões vizinhas é baixo (3).

Para o controle de qualidade, a determinação do princípio ativo é usualmente feita pelo método de espectrofotometria infravermelha ou pelo método de titulação em meio não aquoso (8, 9), método este menos suscetível à interferência dos componentes da formulação (9).

Tendo em vista a não existência na literatura de metodologia analítica por cromatografia lí-

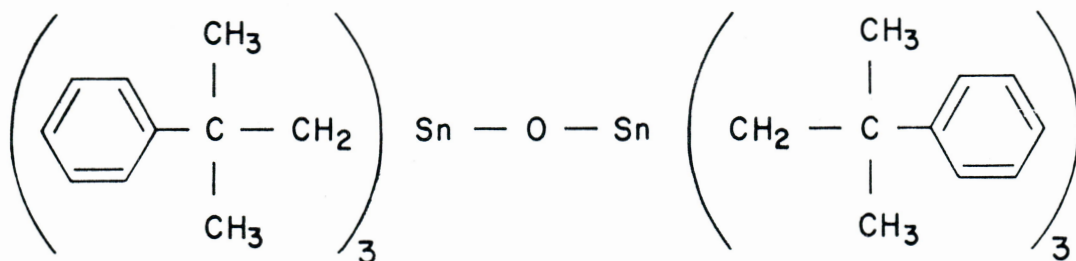


FIGURA 1 — Fórmula estrutural do óxido de fenbutatin.

* Pesquisador Científico, Seção de Química, Instituto Biológico, C.P. 7119, CEP 01064-970, São Paulo - SP.

quida de alta eficiência, este trabalho visa o desenvolvimento de um método de análise por esta técnica.

MATERIAL E MÉTODO

Padrão de óxido de fenbutatin a 97% e amostras padrões de óxido de fenbutatin técnico a 950 g/kg e suspensão concentrada 150 g/l. Solventes: diclorometano, metanol grau HPLC e ácido acético glacial P.A. Aparelho: cromatógrafo líquido modelo CG 480 C equipado com detector ultravioleta de comprimento de onda variável fixo em 254 nm e registrador. Foi utilizada coluna Lichrosorb Si 60 (5 μ m) e como fase móvel diclorometano + metanol (350 + 150) mais 2ml de ácido acético glacial.

A solução padrão de óxido de fenbutatin foi preparada pela dissolução dessa substância em diclorometano na concentração de 0,1%.

As amostras para análise foram preparadas pesando-se quantidade suficiente de formulação para se obter uma concentração em diclorometano igual a da solução padrão e foram submetidas ao ultra-som para completa dissolução do princípio ativo.

As soluções de padrão e das amostras foram filtradas em sistema de microfiltração de 0,40 μ m e posteriormente essas amostras foram analisadas no cromatógrafo líquido intercalando-se as injeções de amostra e do padrão.

O método usado foi o de padronização externa.

RESULTADOS

Os resultados das análises das formulações na coluna de Lichrosorb Si 60 (5 μ m) encontram-se na tabela 1.

Com esses dados, procedeu-se a análise estatística, onde se determinou o desvio padrão(s) e o coeficiente de variação (C.V.) que expressam respectivamente a exatidão e a precisão do método analítico.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

O óxido de fenbutatin é um composto de solubilidade muito baixa nos solventes orgânicos normalmente usados para a eluição e diluição do princípio ativo. Em virtude de sua capacidade de solubilização, o diclorometano (9) foi escolhido como solvente extrator no preparo das amostras e diluição do padrão.

Foram experimentados diversos tipos de colunas, tais como: fase reversa C 18; Zorbax ODS, Si 60, Lichrosorb Si 60 5 μ m.

TABELA 1 — Concentração das amostras do acaricida óxido de fenbutatin determinada por cromatografia líquida.

Pureza da amostra	950 g/kg ⁽¹⁾	500 g/l ⁽²⁾
1	950,3	499,8
2	950,2	500,0
3	950,5	500,8
4	950,2	500,6
5	950,4	498,9
6	950,0	498,8
7	950,0	499,0
8	950,1	500,2
9	950,3	500,8
10	950,9	500,6
desvio padrão	0,269	0,713
C.V. (%)	0,028	0,143

(1) amostra de produto técnico.

(2) amostra formulada de suspensão concentrada.

Para a escolha da fase móvel foram testados solventes como diclorometano, acetonitrila, metanol, água e mistura desses solventes como metanol + acetonitrila (1 + 1), metanol + diclorometano (80 + 20), metanol + diclorometano (1 + 1), metanol + água (80 + 20), diclorometano + metanol (350 + 150), diclorometano + metanol (350 + 150) e 2ml de ácido acético.

Empregando-se esses eluentes nas colunas de fase reversa C 18, Zorbax ODS e Si 60, observou-se que o produto ficou retido ou necessitou de um tempo muito longo para ser eluído.

Na coluna Lichrosorb Si 60 (5 μ m) também foram testadas essas fases móveis e a única que apresentou bom resultado foi a mistura de diclorometano + metanol (350 + 150) e 2 ml de ácido acético. Nessas condições houve rapidez na eluição e os picos obtidos foram simétricos e bem resolvidos.

A análise estatística dos resultados mostrou um desvio padrão de 0,269 para produto técnico e de 0,713 para as amostras, o que indica excelente reprodutibilidade (1). Boa precisão foi obtida na análise do produto com coeficiente de variação de 0,028% para produto técnico e de 0,143% para as amostras (5).

Os dados estatísticos obtidos permitem concluir que o método de cromatografia líquida para a análise do óxido de fenbutatin é exato e preciso.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CARDONE, M.J. Detection and determination of error in analytical methodology. Part I In the method verification program. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **66**: 1257-81, 1983.
2. FARM chemicals handbook. Willoughby, Meister Publ., 1991. p.C 135.
3. GELMINI, G.A.; NOVO, J.P.S.; ZAMARIOLLI, D.P. Coletânea de portaria e informações gerais sobre defensivos agrícolas e receituário agrônomo. Campinas, CATI, 1986. p.235. [Impresso especial]
4. MARTIN, H. & WORTHING, C.R. (Ed.) *Pesticide Manual*. 4. ed. Nottingham, British Crop Protection Council, 1974. p.273-4.
5. McNAIR, H.M. & BONELLI, E.J. *Basic gas chromatography*. Palo Alto, Cal., Varian Aerography, 1969. p.160-7.
6. MERCK Index. 11. ed. Rahway, NY, Merck, 1989. p.622.
7. SPENCER, E.Y. *Guide to the chemicals used in crop protection*. 7. ed. Ottawa. Minister of Supply and Services Canada, 1982. p.293.
8. WORTHING, C.R. (Ed.) *Pesticide Manual*. 7. ed. Nottingham, British Crop Protection Council. 1981. p.258, 270, 271.
9. ZWEIG, G. *Analytical methods for pesticides and plant growth regulators*: New and updated methods. New York. Academic Press. 1978. v.10. p.139-53.
10. ZWEIG, G. *Analytical methods for pesticides and plant growth regulators*: Updated general techniques and additional pesticides. New York, 1980. v.11. p.227.