

ANÁLISE DO FUNGICIDA ACETATO DE FENTIN POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRAVERMELHA

Maria Fuentes Piedade*, Tomoko Wada Yajima*

RESUMO

Os compostos organoestânicos com o cation fentin são atualmente importantes fungicidas; dentre eles sobressai-se, entre nós, o acetato de fentin por suas aplicações em muitas culturas.

Os métodos químicos analíticos mais usados para a determinação do acetato de fentin apresentam inconvenientes de onerosidade, complexidade e inespecificidade.

O presente trabalho descreve a pesquisa realizada, no âmbito da espectroscopia infravermelha, para o estabelecimento de um método analítico de determinação do acetato de fentin. A absorção utilizada foi em $7,65 \mu\text{m}$ ou 1.310 cm^{-1} correspondente ao grupo acetato e para solubilização empregou-se o clorofórmio.

PALAVRAS-CHAVE: acetato de fentin; análise; espectrofotometria infravermelha.

SUMMARY

Analysis of the fungicide fentin acetate by infrared spectrophotometry

Organic tin compounds with the fentin cation are important fungicides. In Brazil fentin acetate is employed in many crops.

Analytical methods more used for determining fentin acetate have disadvantage of onerousness, complexity and unspecificity.

This paper describes a research in infrared spectroscopy for analyzing fentin acetate. The absorption used was $7.65 \mu\text{m}$ / $1,310 \text{ cm}^{-1}$ due to the acetate anion and chloroform employed as solvent.

KEY-WORDS: fentin acetate; analysis; infrared spectrophotometry.

INTRODUÇÃO - As propriedades fungicidas dos compostos orgânicos de estanho foram descobertas em 1954 (6). A maioria deles apresenta propriedades fitotóxicas, o que não acontece com aqueles contendo o cation trifenilestanho, daí a sua importância na agricultura. Este cation recebeu o nome comum de fentin.

Dentre os fungicidas fentínicos destaca-se no Brasil, o acetato de fentin que é indicado para aplicação em culturas de grande importância como arroz, feijão, seringueira e trigo (3). Este fungicida se apresenta vinte vezes mais eficaz que os fungicidas cúpricos com os quais compete (5).

O acetato de fentin é quimicamente definido como acetato de trifenilestanho. A nomenclatura, trifenilacetato de estanho é imprópria uma vez que neste caso os radicais fenílicos deveriam estar substituídos no carbono alfa o que não ocorre conforme percebe-se pela fórmula estrutural abaixo:

A substância pura apresenta-se na forma de cristais incolores e ponto de fusão entre 121 e 123°C. O produto técnico

co é amorfo e incolor com ponto de fusão entre 118 - 120°C. Solubilidade à 20°C, cerca de 9 mg/litro de água (pH = 5,0), pouco solúvel na maioria dos solventes orgânicos, sendo os principais solventes do acetato de fentin o álcool, acetona e clorofórmio.

No Brasil o acetato de fentin é atualmente comercializado sob a forma de pó molhável 20% e é aplicado no controle de brotamento prematuro e tardio em batatas; *Cercospora* spp. em cana de açúcar, amendoim e café; *Phytophthora* em cacau, etc.

A determinação do acetato de fentin é feita por métodos clássicos (2), colorimétrico (7) e potenciográfico (1), que são precisos e exatos mas não específicos. Os métodos de cromatografia líquida (4) (8) e cromatografia gasosa (9) são os mais utilizados atualmente pela exatidão, precisão e especificidade.

A importância agrícola do acetato de fentin e as características dos métodos utilizados em sua análise (muito oneroso)

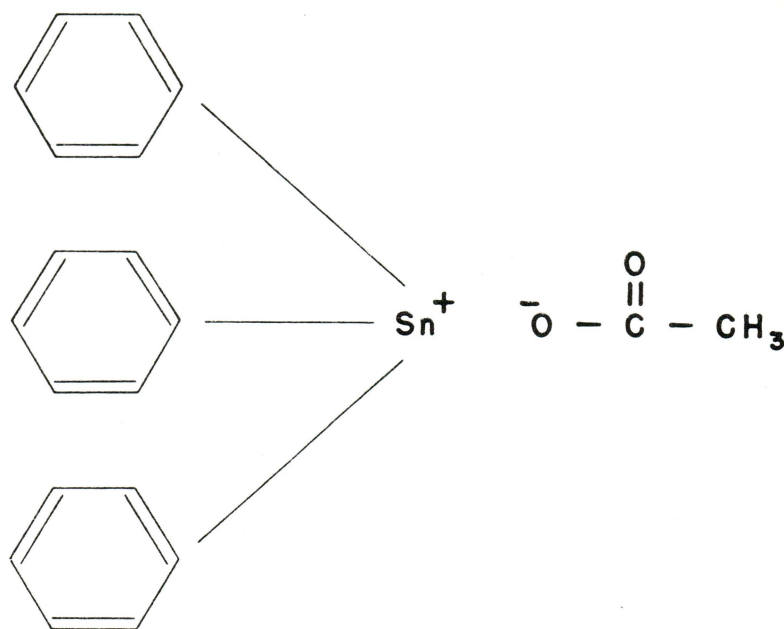


FIGURA 1. Fórmula estrutural do acetato de fentin

roso e envolver o processo de formação de derivados voláteis), mostraram a necessidade de se pesquisar um método analítico alternativo (8) para o acetato de fentin.

Neste trabalho descreve-se a pesquisa, no âmbito da espectroscopia infravermelha, que permitiu estabelecer um novo método analítico para o acetato de trifenilestanho.

MATERIAL - Espectrofotômetro infravermelho da Perkin-Elmer modelo 727-B; células seladas de cloreto de sódio com 0,5mm de espessura; seringas hipodérmicas de 10 e 5ml com agulhas de 5cm; pipetas graduadas e volumétricas de 5ml; erlenmeyer de 50ml com tampa esmerilhada. Os reagentes empregados foram sulfato de sódio anidro p.a.e. padrão analítico de acetato de trifenilestanho 99% fabricado por Riedelde-Haen AG. Como solventes foram utilizados acetona e clorofórmio, ambos grau p.a. As amostras padrões utilizadas foram material técnico 97% e pó molhável 20%.

MÉTODO - Uma quantidade equivalente a 0,042 g de princípio ativo foi pesada num erlenmeyer de 50ml e sofreu um tratamento com acetona: foram adicionados 4ml do solvente e após agitação manual evaporados com ar comprimido quase até a secura. Após a adição de 5ml de clorofórmio e cerca de 1g de sulfato de sódio anidro agitou-se manualmente e deixou-se duas horas em repouso.

Da solução sobrenadante retirou-se com seringa, uma quantidade para injetar na célula. Verificou-se que a adição di-

reta de clorofórmio, sem o tratamento prévio com acetona, ocasiona a formação de uma suspensão coloidal na análise do pó molhável. O material técnico é solúvel em clorofórmio e não forma a suspensão coloidal. Durante a experiência, verificou-se que o tratamento prévio com acetona dispensou a etapa de purificação em coluna cromatográfica que seria necessária para separar e retirar o princípio ativo da suspensão coloidal.

Os espectrogramas do padrão e amostras foram obtidos pela técnica de compensação e para os cálculos analíticos quantitativos utilizou-se o processo da linha de base em 1.310cm^{-1} / $7,65\mu\text{m}$ aplicando-se a seguinte fórmula:

$$\frac{100 \times A_a \times p_p}{A_p \times p_a} = \% \text{ de acetato de fentin}$$

onde:

A_a = absorção da amostra

A_p = absorção do padrão

p_a = peso da amostra

p_p = peso do padrão

Nas figuras 2 e 3 estão os espectrogramas completos obtidos do acetato de fentin padrão em pastilha de brometo de potássio e dissolvido em clorofórmio que são fundamentais para a identificação e quantificação. As figuras 4 e 5 mostram os espectrogramas das amostras padrões.

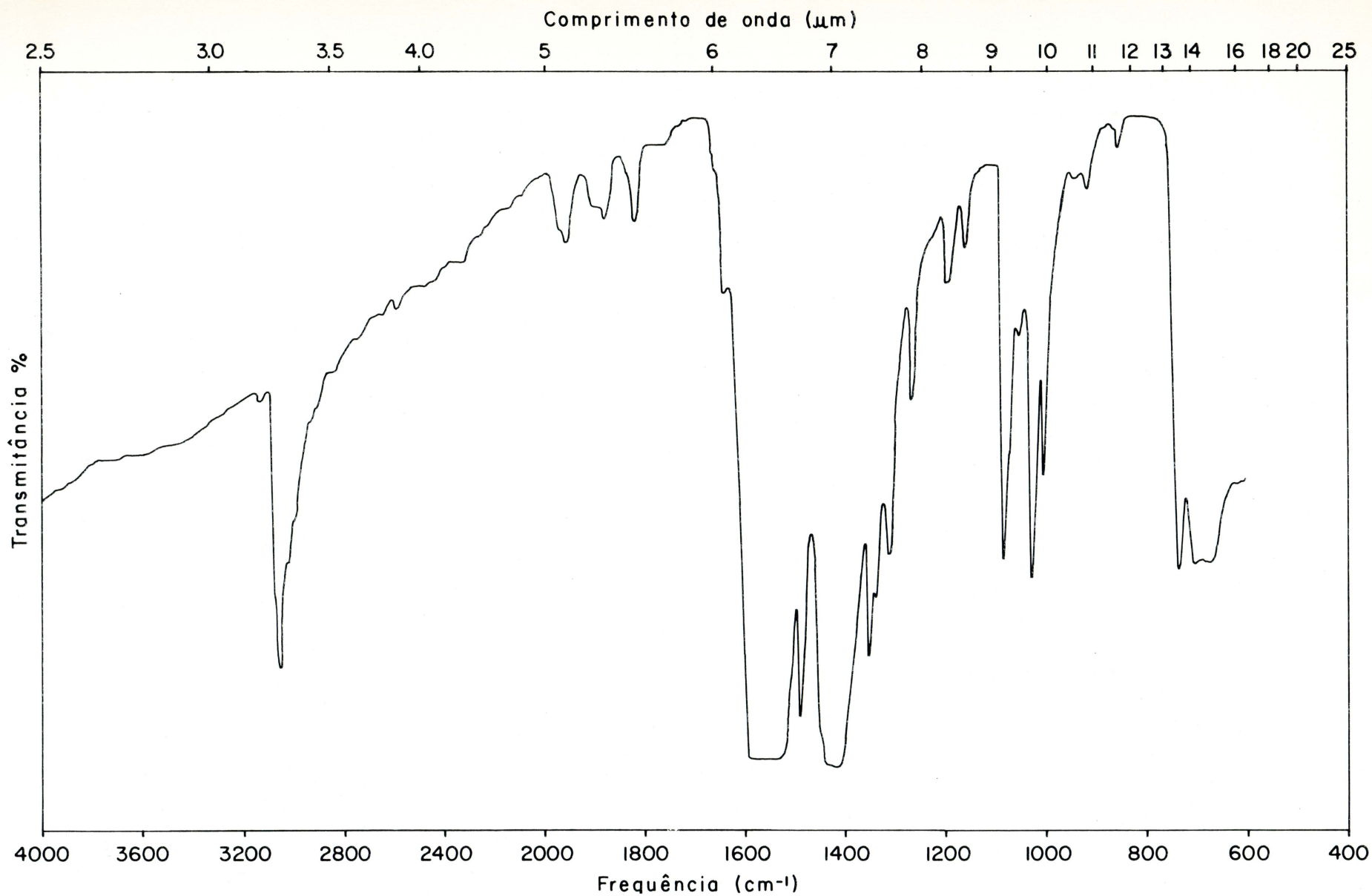


Figura 2 - Espectrograma infravermelho do acetato de fentin padrão em pastilha de brometo de potássio.

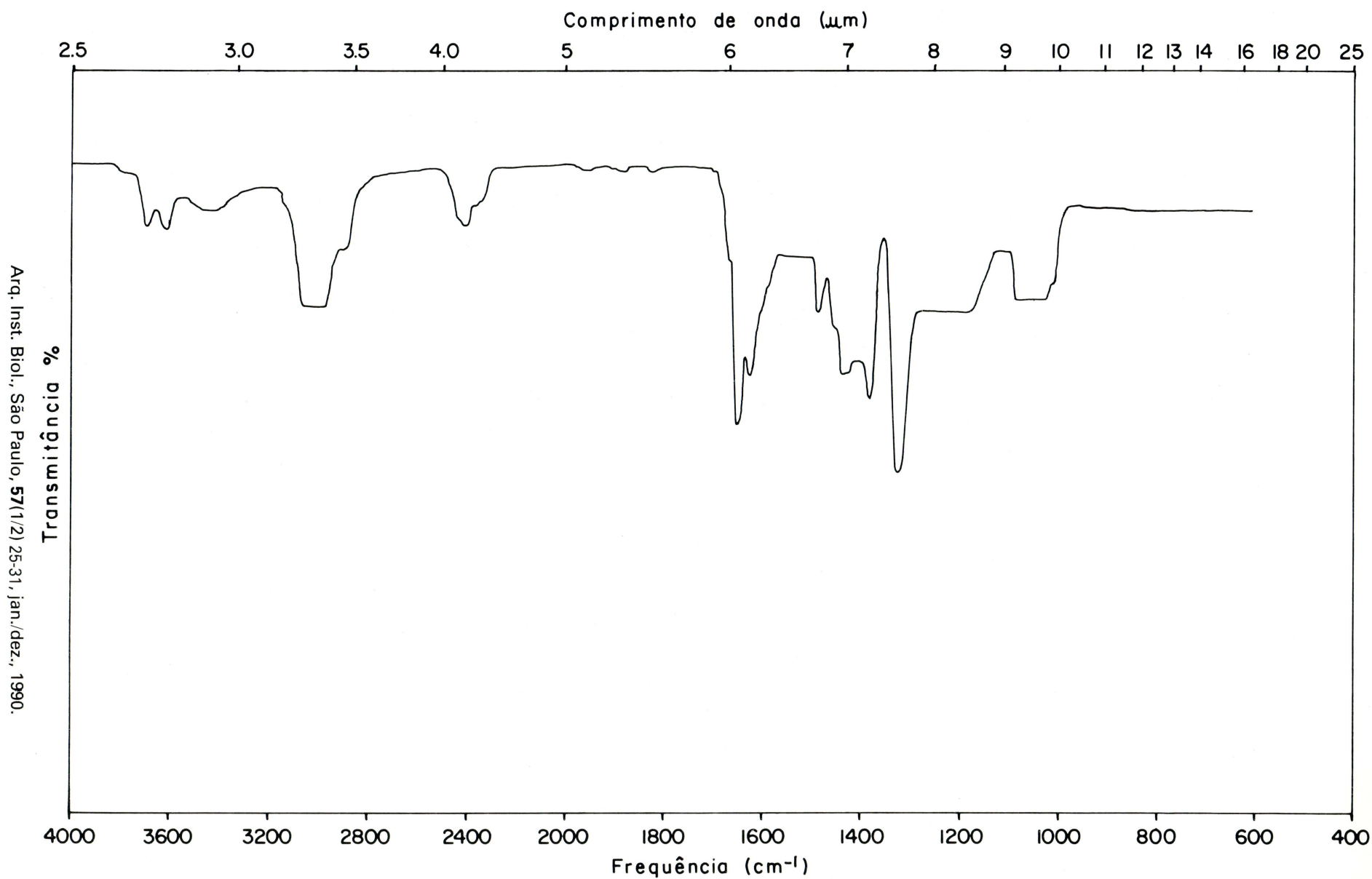


Figura 3 - Espectrograma infravermelho do acetato de fentin padrão dissolvido em clorofórmio.

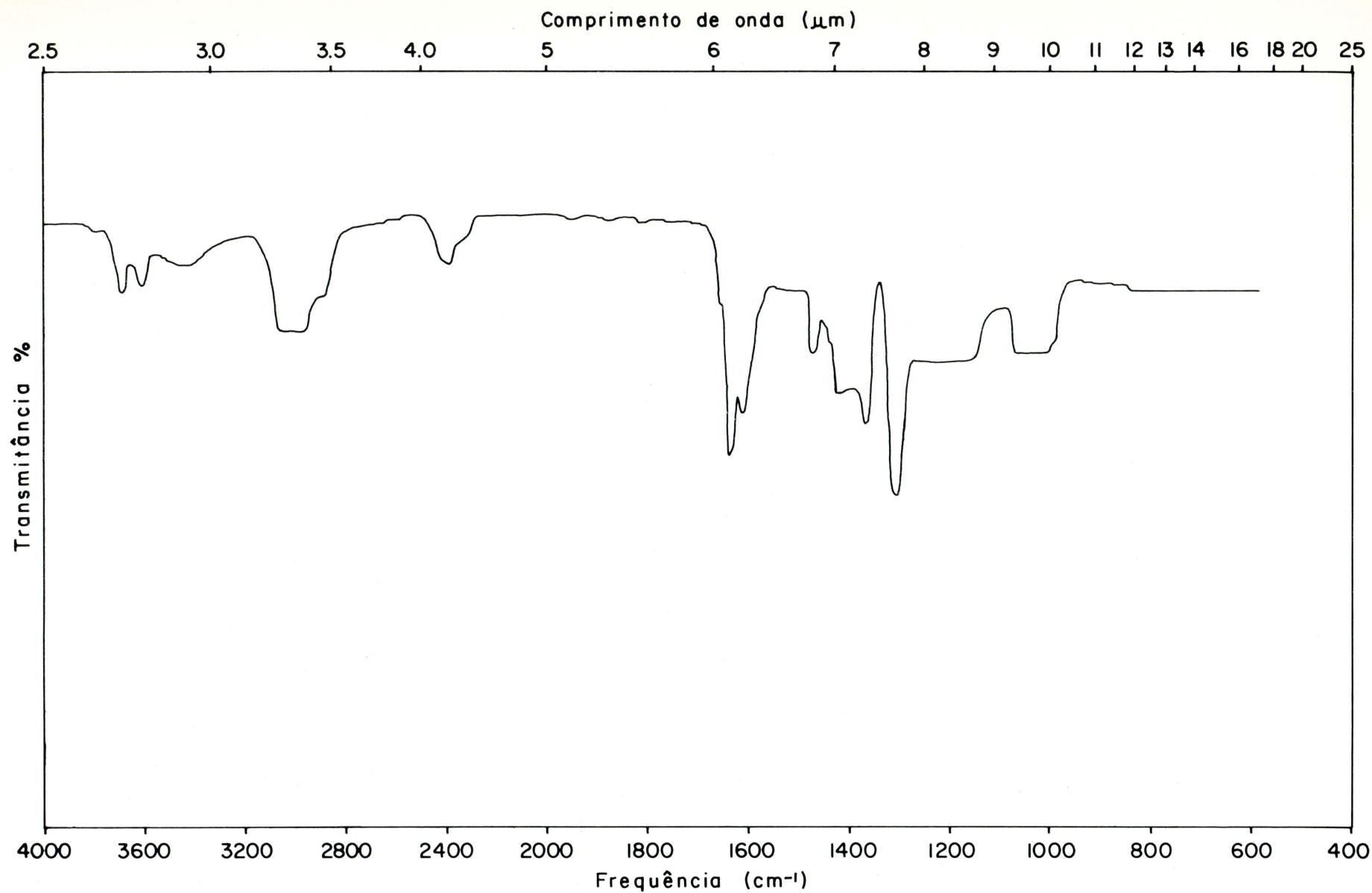


Figura 4 - Espectrograma infravermelho do material técnico padrão dissolvido em clorofórmio.

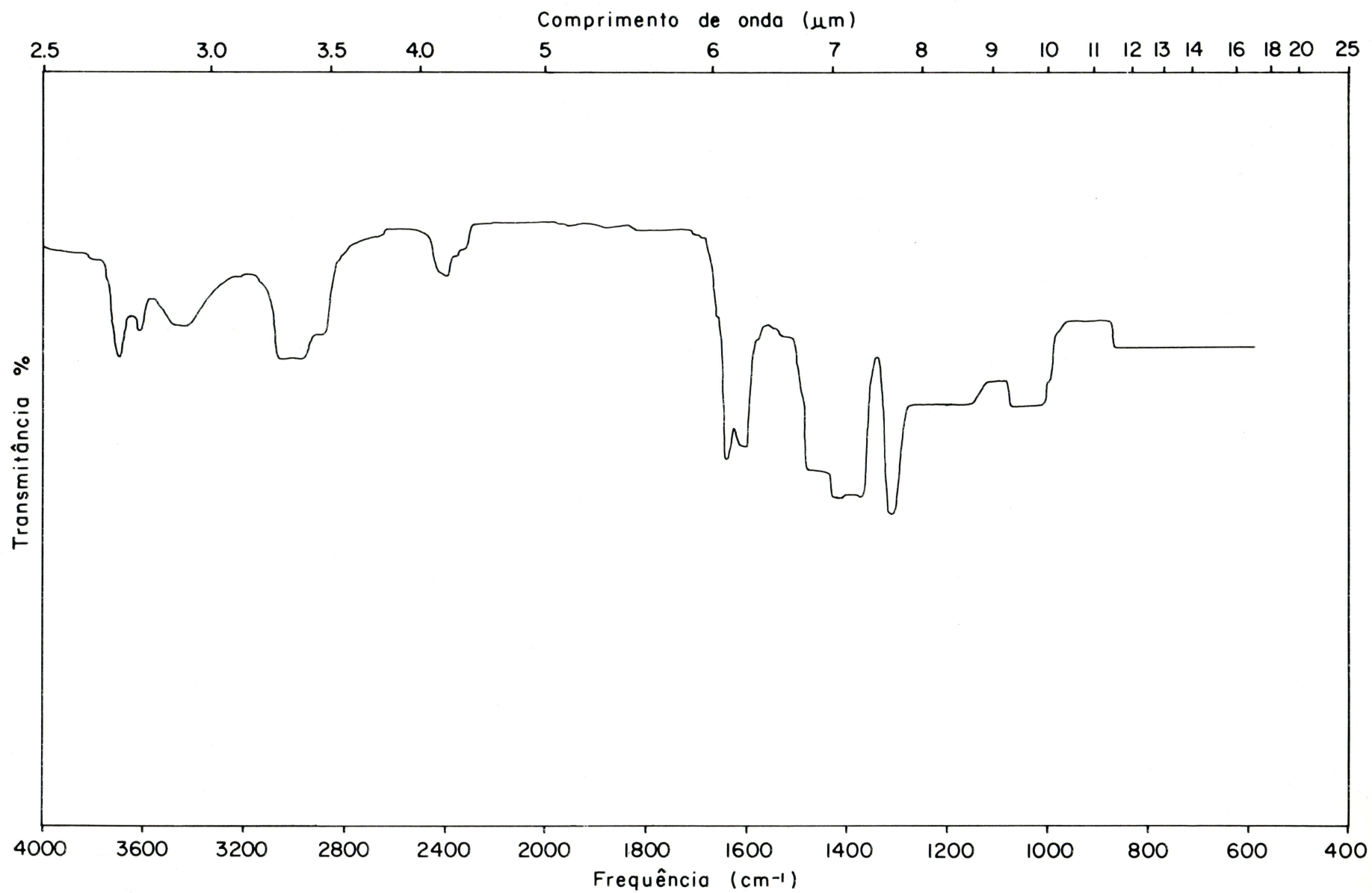


Figura 5 - Espectrograma infravermelho do pó molhável padrão após o tratamento descrito no texto.

TABELA 1 - Resultados obtidos nas amostras padrões.

Pureza da amostra %	Índices de pureza encontrados (%) em 10 repetições				
97,00 p/p	97,72	97,68	97,59	97,56	97,35
	97,39	97,58	97,47	97,66	97,45
20,00 p/p	20,23	20,21	20,47	20,57	20,37
	20,50	20,22	20,49	20,39	20,33

TABELA 2 - Análise estatística dos resultados da tabela 1

Pureza da amostra %		Er	C.V.	Tolerância
97,00	p/p	0,56%	0,12 %	Er ≤ 2%
20,00	p/p	1,90%	0,54 %	C.V. ≤ 1%

Na análise estatística calculou-se o erro relativo e o coeficiente de variação (tab.2) correspondentes às determinações das amostras padrões de material técnico 97% e pó molhável 20%.

RESULTADOS - Na tabela 1 encontram-se os valores das determinações efetuadas nas amostras padrões de acetato de fentin técnico 97% e pó molhável 20%.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO - A análise estatística das determinações realizadas nas amostras padrões (tabela 1 e 2) indica que a metodologia analítica desenvolvida pela presente pesquisa é perfeitamente válida para a análise do acetato de fentin.

O método desenvolvido é exato, preciso e específico e apresenta a grande vantagem que a técnica espectroscópica no infravermelho leva sobre as demais ou seja identificação simultânea à quantificação (desde que se processe a varredura total do espectro entre 2,5 e 15,0 μm).

A absorção em $7,65\mu\text{m} / 1.310\text{cm}^{-1}$, escolhida para quantificação corresponde ao grupo acetato o que garante excelente especificidade uma vez que o grupo trifenilestanho está sempre presente nos fungicidas fentínicos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALMEIDA, J.B.; PIEDADE, J.R.; BENATTI, V.L.T.S. - Análise de defensivos estânicos por potenciografia. *Arq. Inst. Biol.* **46**:93-5, 1979.
2. ALMEIDA, N.F.; PIEDADE, J.R.; SOUZA, D.A. - *Química dos Pesticidas*. São Paulo, Fundo de Pesquisas do Instituto Biológico, 1962. p. 173.
3. ANDREI, E. - *Compêndio de defensivos agrícolas*. São Paulo, Organização Andrei Editora Ltda, 1987. p.92.
4. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 9994 - *Fentin acetato - Análise por cromatografia líquida por padronização externa*. Rio de Janeiro, ABNT, 1987. p.1.
5. CARDOSO, C.O.N.; CARDOSO, E.J.B.N.; TOLEDO, A.C.D.; KIMATI, H.; SOAV, J. *Guia de Fungicidas*. Piracicaba, Editora Luiz de Queiroz, 1976. p.4.
6. KERK, G.J.M.; LUIJTEN, J.G.A. - Investigation on organo-tin compounds. III. The biocidal properties of organo-tin compounds. *J. Appl. Chem.* **4**:314-9, 1954.
7. LLOYD, G.A.; OTACI, C.; LAST, F.T. - Triphenyltin acetate residues on potato leaves in blight spraying trials. *J. Sci. Food Agric.* **13**:353-8, 1962.
8. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ. - *Pesticidas, métodos de análise e informações técnicas*. Curitiba, 1988. p.467, 396.
9. PESTICIDE Manual. Eds H. Martin and C.R. Worthing. Craydon, British Crop Protection Council, 1983. p.270.