

DESENVOLVIMENTO DA FORMULAÇÃO DE ENXOFRE PÓ MOLHÁVEL, VISANDO A UTILIZAÇÃO E A AVALIAÇÃO DE INERTES COLETADOS E CLASSIFICADOS PELO CENTRO PILOTO DE FORMULAÇÕES

Nilson T. Augusto*

RESUMO

Foram preparadas nos laboratórios do Centro Piloto, diversas formulações do produto Enxofre 80% Pó Molhável, utilizando 6 veículos "inertes" diferentes a fim de verificar o comportamento desses materiais e a sua utilização neste tipo de formulação.

As amostras depois de formuladas, foram submetidas às análises físicas e químicas e, na amostra aprovada foram realizadas as análises físico-química após o período de armazenamento do produto.

Verificou-se que, na formulação em que foi utilizada a combinação dos veículos "inertes" Dióxido de Silício e Argila Lopes, foi a que melhor se comportou na formulação do produto final.

PALAVRAS-CHAVE - Enxofre; pó molhável; inerte; avaliação.

SUMMARY

Development of Enxofre 80 P.M. product, aiming the use and evaluation of carriers

This experience shows the development of wettable sulfur powder formulation, aiming the use and evaluation of carriers.

Several formulations were done at the "Centro Piloto de Formulações" with the product "Enxofre 80% P.M." using different carriers in order to verify the conduct of these materials aiming their use in this type of formulation.

The formulations were evaluated, under physical and chemical analysis before and after warehousing.

The best solution found for the formulation of the final product was the combination of the following carriers "Dióxido de Silício" and "Argila Lopes".

KEY-WORDS - Sulfur; wettable powder; inerte; evaluation.

INTRODUÇÃO - O enxofre é um produto muito utilizado em nossa agricultura como fungicida-acaricida, (10) podendo ser usado nas culturas de citros, ervilha, feijão, algodão, maçã, pêssgo, abóbora, plantas ornamentais em geral, etc.

É um produto cuja faixa de aplicação é muito grande, podendo ser aplicado tanto em plantas de pequeno e grande porte (13).

Praticamente, todas essas culturas e outras mais, são frequentemente atacadas por doenças causadas por fungos ou por diversos tipos de ácaros.

Dentre os inúmeros fungicidas-acaricidas encontrados no mercado, encontra-se o enxofre sob forma de pó molhável; age como protetor da parte aérea (9,11). O enxofre sendo um produto insolúvel em água e outros solventes, é formulado como pó molhável (13).

Este tipo de formulação, na maioria das vezes, é mais eficiente do que outras formas, pois o princípio ativo é mais facilmente absorvido pela planta e as partículas aderem com maior firmeza nas superfícies (12).

Alguns fatores devem ser considerados quando da formulação de pós molháveis, principalmente, aqueles concernentes às propriedades físicas, tais como: fluidez, molhabilidade, dispersibilidade, suspensibilidade, espuma e estabilidade química e física durante o armazenamento (7).

Como se sabe, boa parte desses produtos se encontram formulados na forma de sólidos e estes têm como elemento obrigatório o veículo "inerte". Quando um "inerte" é escolhido sem critério, pode acarretar sérios problemas nas formulações das quais participa. Pode causar uma série de inconvenientes, como a decomposição do princípio ativo (3) e o desgaste prematuro do equipamento.

Diversos trabalhos descrevem características e classificam alguns veículos "inertes" que podem ser empregados em defensivos agrícolas (1,5,6,7,16).

A importância do tamanho de partículas e sua determinação em formulações, fatores estes,

* Pesquisador Científico, Centro Piloto de Formulações, Instituto Biológico.

que também devem ser levados em conta (12), porque estão relacionados diretamente com as propriedades físicas do produto.

A importância do desenvolvimento desta formulação em que foram empregados diversos “inertes”, tem também o objetivo de fornecer opções e dar continuidade aos conhecimentos desses veículos utilizados em defensivos agrícolas, conhecimentos estes, que se constituem num fator muito importante quanto ao seu emprego, uma vez que os inertes compõem quase sempre mais de 80% do peso da formulação em pó, pronta para o uso (1).

MATERIAL E MÉTODOS - Este trabalho foi desenvolvido com os equipamentos dos laboratórios do Centro Piloto de Formulações de Defensivos Agrícolas do Instituto Biológico em Campinas.

O princípio ativo Enxofre Ventilado 99,5% foi fornecido pela Firma INTERCUF IND. E COMÉRCIO LTDA e os veículos “inertes” utilizados na pesquisa foram: Dióxido de Silício, Diatomita (4,16), Argila I, Caulim Roseira, Argila Especial e Argila Lopes. Estes materiais foram coletados em jazidas ou adquiridos no mercado.

Os “inertes” citados foram escolhidos, de acordo com a avaliação física prévia efetuada em aproximadamente 90 amostras, levando-se em consideração: capacidade absorviva, teor de umidade, pH e molhabilidade (14).

No processo de desenvolvimento das formulações, foram utilizadas quantidades que variaram de 10 a 17% do veículo “inerte”, utilizado sozinho ou consorciado com outro material (Tabela 1).

Foram feitas 47 formulações diferentes, sendo que em cada uma foi utilizado 80% de ingrediente ativo e 20% entre veículos “inertes”, suspensores ou molhantes e cada uma destas formulações continha 100 gramas de produto acabado.

O método utilizado para a obtenção de um pó molhável consiste em 4 etapas: 1- pré-mistura, 2- moagem, 3- micronização e 4- mistura final.

Na tabela 1, são dadas todas as formulações elaboradas, bem como as concentrações de todas as substâncias utilizadas.

Os ingredientes foram pesados e misturados

em saco plástico; em seguida, submetidos à moagem a martelo para redução das partículas e para possibilitar a passagem do material pelo bico alimentador do micronizador. Em seguida, a amostra foi submetida ao teste de suspensibilidade, objetivando uma comparação entre moagens. A seguir, a amostra foi micronizada e novamente homogeneizada e após estas duas últimas operações, foi feito o teste final de suspensibilidade.

Somente após a aprovação, foram executados os demais testes físicos: molhabilidade, ressusensibilidade, tamanho de partículas e determinação da concentração do ingrediente ativo utilizando o método clássico.

Após as determinações, as amostras aprovadas foram acondicionadas em vidros com tampas de rosca e colocadas em estufa a $40 \pm 2^\circ\text{C}$, por um período de 6 semanas, para a avaliação após armazenamento (15).

Decorrido este período, as amostras foram analisadas novamente quanto às características física e química de acordo com as normas exigidas pela portaria 6 do Ministério da Agricultura (8).

RESULTADOS - A tabela 2 apresenta os resultados dos testes de suspensibilidade nas formulações desenvolvidas no Centro Piloto de Formulações.

As amostras que têm como resultados “sem condições” é devido ao aparecimento de uma “floculação” muito intensa, impossibilitando o assentamento do material no fundo do tubo.

Na tabela 3, são mostrados os resultados da melhor formulação, com os testes físicos e a determinação da concentração do ingrediente ativo antes e após o período de armazenamento.

Os testes físicos e análises química foram feitos com 5 repetições.

DISCUSSÃO - Nas formulações em que se efetuaram os testes iniciais de suspensibilidade e apresentaram resultados inferiores a 15%, foram reestudadas e reformuladas. Para isso alterou-se a quantidade e o tipo de inerte ou dos inertes e o mesmo em relação aos agentes tensoativos; daí o aparecimento de formulações iguais, por exemplo, as formulações 20, 21 e 23, 46 e 47 e outras.

Esse critério (dos 15%) foi adotado, para não haver um número muito grande de formulações, evitando assim, o consumo um tanto exagerado de princípio ativo e agentes tensoativos.

Algumas das formulações apresentaram problemas durante a moagem, chegando a causar empastamento no moinho de martelo. Estas

formulações foram avaliadas e classificadas como "sem condições".

CONCLUSÃO - A formulação denominada I 43, satisfaz todas as exigências necessárias para formulação de um pó molhável (14), portanto, trata-se de um produto que pode ser usado na agricultura, tanto para doenças causadas por fungos como por ácaros.

TABELA 1 - Veículos "inertes" utilizados na obtenção da formulação de enxofre 80% pó molhável e respectivas quantidades. Campinas junho a dezembro de 1985.

Formulações	Diatomita (g)	Dióxido de Silício (g)	Argila In. (g)	Caulim Roseira (g)	Arg. Especial (g)	Arg. Lopez (g)	Enxofre (g)	Agente Suspensibilidade (g)
01	-	15	-	-	-	-	80	5
02	-	10	-	-	-	-	80	10
03	10	-	-	-	-	-	80	10
04	10	-	-	-	-	-	80	10
05	10	-	-	-	-	-	80	10
06	5	5	-	-	-	-	80	10
07	5	5	-	-	-	-	80	10
08	-	-	-	-	-	-	80	-
09	-	-	-	-	-	-	80	-
10	-	-	-	10	-	-	80	10
11	-	-	10	-	-	-	80	10
12	-	-	-	10	-	-	80	10
13	-	-	10	-	-	-	80	10
14	-	-	10	-	-	-	80	10
15	-	-	-	-	-	-	80	-
16	-	-	-	-	10	-	80	10
17	-	-	-	10	-	-	80	10
18	-	-	-	-	10	-	80	10
19	-	-	10	-	-	-	80	10
20	-	10	6	-	-	-	80	4
21	-	10	6	-	-	-	80	4
22	-	10	6	-	-	-	80	4
23	-	10	6	-	-	-	80	4
24	-	-	-	8	8	-	80	4
25	-	-	-	6	6	-	80	8
26	-	-	-	6	6	-	80	8
27	-	-	15	-	-	-	80	5
28	-	-	14	-	-	-	80	6
29	-	-	8	8	-	-	80	4
30	-	-	17	-	-	-	80	3
31	-	-	8	8	-	-	80	4
32	-	-	9	4	-	-	80	7
33	-	-	-	8	9	-	80	3
34	-	-	-	-	17	-	80	3
35	-	-	-	-	15	-	80	5
36	-	-	-	-	14	-	80	6
37	-	5	-	-	-	10	80	5
38	-	5	-	-	-	10	80	5
39	-	-	-	-	-	14	80	6
40	-	-	-	-	-	15	80	5
41	-	5	-	-	10	-	80	5
42	-	5	-	-	-	10	80	5
43	-	5	-	-	-	10	80	5
44	-	5	-	-	10	-	80	5
45	-	5	-	-	-	10	80	5
46	-	6	-	9	-	-	80	5
47	-	6	-	9	-	-	80	5

TABELA 2 - Resultados dos testes de suspensibilidade realizados nos produtos enxofre 80% pó molhável, formulados pelo Centro Piloto de Formulações, após a moagem a martelo e micronização

Formulações	Suspensibilidade	
	Moída a Martelo	Micronizada
01	0,0	0,0
02	0,0	20,00
03	0,0	0,0
04	0,0	12,66
05	10,80	25,58
06	0,0	0,0
07	30,55	50,23
08	s/condição	s/condição
09	s/condição	s/condição
10	0,0	0,0
11	s/condição	s/condição
12	0,0	0,0
13	13,25	30,00
14	10,80	14,00
15	s/condição	0,0
16	15,08	30,00
17	s/condição	s/condição
18	s/condição	s/condição
19	20,56	35,44
20	21,22	27,22
21	21,51	33,43
22	s/condição	s/condição
23	0,0	43,63
24	0,0	0,0
25	33,26	40,26
26	15,65	31,81
27	15,42	19,21
28	12,32	30,85
29	22,75	37,72
30	20,45	39,28
31	5,49	43,82
32	14,62	17,14
33	30,85	44,61
34	25,25	54,07
35	32,59	57,31
36	40,15	59,19
37	50,15	61,94
38	49,91	61,95
39	50,12	59,69
40	n/efetuada	n/efetuada
41	30,48	59,04
42	38,90	61,03
43	50,18	66,65
44	29,90	59,89
45	0,0	19,88
46	25,12	52,43
47	8,6	38,84

Conclui-se que, estes dois materiais, dióxido de silício e argila Lopes, podem ser empregados conjuntamente, na formulação e produção do defensivo agrícola “enxofre 80% pó molhável”,

pois apresentaram resultados físico-químicos bons, tornando-se uma opção para a utilização desses materiais inertes.

TABELA 3 - Resultados das análises físicas e química da formulação aprovada denominada I 43 antes e após armazenamento - Campinas outubro 1985

Testes físicos				Análise Química %
Suspensibilidade	Ressuspensibilidade	Molhabilidade	Tamanho de Partículas	
66,65%	66,90%	instantânea	99,95%	80,05
66,60	66,88	instantânea	99,95	80,25
66,80	67,00	instantânea	99,95	80,15
65,95	66,80	instantânea	99,97	79,80
66,40	67,00	instantânea	99,80	79,95

APÓS ARMAZENAMENTO				
TESTES FÍSICOS				
Suspensibilidade	Ressuspensibilidade	Molhabilidade	Tamanho de Partículas	Análise Química %
64,20	65,00%	instantânea	99,90%	79,90
64,30	65,40	instantânea	99,95	79,85
63,90	65,60	instantânea	99,85	79,80
65,00	65,25	instantânea	99,90	80,00
65,10	65,45	instantânea	99,75	79,25

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMEIDA, N.F. ALOE, L.S.; SOUZA, D.A.; PIEDADE, J.R. Inertes para inseticidas. *Biológico*, São Paulo, 28:161-5, 1962.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *Metodologia de ensaios de defensivos agrícolas*: NBr 8511. Rio de Janeiro, ABNT, 1984.
- AUGUSTO, N.T. A influência do valor do pKa em inertes na estabilidade de produtos formulados a base de Endrin e Paration Etflico, durante o armazenamento. *Biológico*, São Paulo, 50:285-8, 1984.
- AUGUSTO, N.T. O Desenvolvimento de formulações de Endrin e Paration, pós molháveis, usando lignossulfonatos derivado da Lignina como agente dispersante. *Biológico*, São Paulo, 51:119-124, 1985.
- BARRAGAT, P.; GALLOTTI, A.M.P.; VISCONTI, Y.S. Veículo inerte para formulação de pesticida. *Biológico*, São Paulo, 41:116-7, 1975.
- BARRETO, H.B.F. Veículo "inertes" usados nas formulações de defensivos agrícolas. *Biológico*, São Paulo, 43:25-8, 1977.
- BRASIL. Secretaria de Defesa Sanitária Vegetal. Divisão de Produtos Fitossanitários. *Sumário das recomendações aprovadas para os defensivos agrícolas*. Brasília, 1981. 65p.
- BRASIL. Secretaria de Defesa Sanitária Vegetal. No 06 de 8 de fevereiro de 1985. *Diário Oficial*, Brasília, 15 fev. 1985. Normas sobre o registro e renovação de registro de produtos fitossanitários ou defensivos agrícolas.
- COLOMBO, A.E. ANTONIALI, C.L.; BALERONI, J.; ROLDÃO, J. A. *Defensivos agrícolas: guia informativo*. 3.ed. Campo Grande - MS. Delegacia Federal da Agricultura de Mato Grosso do Sul, Serviço de Defesa Sanitária Vegetal, 1983. 207 p.
- GELMINI, G.A. & NOVO, J.P.S. *Defensivos Agrícolas - informações básicas e legislação*. Campinas, Fundação Cargill.
- GIANNOTTI, O.; ORLANDO, A.; PUZZ, D.; CAVALCANTE, R.D.; MELLO, E.J.R. Noções básicas sobre praguicidas: generalidades e recomendações de uso na agricultura do Estado de São Paulo. *Biológico*, São Paulo, 38:223-337, 1972.
- HENRIET, J.J. Some considerations on the particle size determination in pesticides formulations. In: INTERNATIONAL IUPAC CONGRESS OF PESTICIDE CHEMISTRY, 2., Ness Ziona, Israel, 1971. *Pesticide chemistry 1971-1972: proceedings*. Ed. A.S. Tahori. London, Gordon & Breach, 1977. v. 5, p. 471-84.
- MELNIKOV, N.N. Pesticide formulations. In: *Chemistry of pesticides*. New York, Springer Verlag, 1971. p.12-25.
- POLON, A.J. Formulation of pesticidal dust wettable powder and granules. In: PESTICIDE formulations. Ed. Wade Van Valkenburg, New York, Marcel Dekker, 1973. p.143-207.
- ROSENFELD, C. *Como avaliar as formulações de pesticidas*. São Paulo, set. 1970. Manual preparado durante o Projeto UNDP/SP. BRA 24.
- VISCONTI, Y.S.; NICOT, B.N.F., FORTUNA, V.L.F. Estudos de inertes para pesticidas. Rio de Janeiro, Instituto Nacional de Tecnologia, Ministério da Indústria e Comércio, 1972. 25 p.