

ANÁLISE DO FUNGICIDA CYMOXANIL POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRAVERMELHA

Tomoko W. Yajima*, J.R. Piedade*, Maria F. Piedade*

RESUMO

Este trabalho descreve um método de análise para o fungicida cymoxanil, através da espectrofotometria infravermelha. Normalmente, o cymoxanil é determinado por cromatografia líquida ou gasosa. Para efeitos quantitativos, utilizou-se a absorção 9,25 μm , que corresponde aos dois grupos amina secundária -NH-. O método é exato, preciso e específico, desde que se faça a varredura total (2,5 a 15 μm).

PALAVRAS-CHAVE: Cymoxanil; análise química; espectrofotometria infravermelha.

SUMMARY

Analysis of cymoxanil fungicide by infrared spectrophotometry

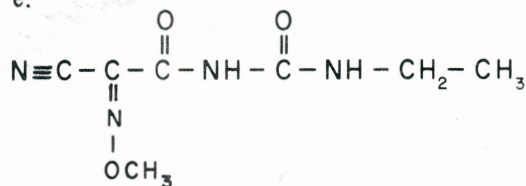
This paper deals with cymoxanil fungicide analysis by infrared spectrophotometry. Liquid and chromatographic methods for cymoxanil determination are known. For quantitative purposes the 9.25 μm absorption was considered and this is due to two secondary amine groups -NH-. The method is accurate, precise and specific if the total spectrum is from 2.5 to 15 μm .

KEY-WORDS: Cymoxanil; chemical analysis; infrared spectrophotometry.

INTRODUÇÃO – Com o nome comum cymoxanil, caracteriza-se um fungicida sistêmico quimicamente definido pela nomenclatura IUPAC (1) como: 1-(2-ciano-2-metoxiimino acetil)-3-etiluréia. Sua fórmula empírica é $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_3$ e o seu peso molecular é 198,2.

Do ponto de vista da classificação química dos defensivos, o cymoxanil pode ser considerado como um derivado da uréia, ao contrário do oxamyl, que é um carbamato oxima (9).

Estruturalmente, a fórmula do cymoxanil é:



O composto é um sólido cristalino com ponto de fusão de 160-161°C. O material técnico é um sólido amorfo de coloração rósea de ponto de fusão 155°C. Suas formulações mais comuns são misturas com oxicloreto de cobre na forma de pó molhável.

Nas condições normais de armazenamento, o cymoxanil é estável, assim como também em meio neutro ou ligeiramente ácido.

Trata-se de um fungicida que controla principalmente fungos da ordem das *Peronosporales*

em doenças como míldio das uvas e cretamento tardio das batatas (6).

A literatura indica para a análise do cymoxanil métodos por cromatografia líquida (4, 5) e cromatografia de gás (8). A presente pesquisa foi realizada em razão da inexistência de um método para análise do referido produto, através de espectrofotometria infravermelha.

MATERIAL E MÉTODOS – Espectrofotômetro infravermelho 727-B Perkin-Elmer; células seladas de NaCl com 0,1mm de espessura; seringas hipodérmicas de 5ml com agulhas de 5cm; pipetas volumétricas de 5ml; erlenmeyer de 50ml com tampa esmerilhada.

Reagentes – Clorofórmio p.a.; sulfato de sódio anidro p.a.; cymoxanil padrão; amostras padrões de cymoxanil: material técnico 95% e cymoxanil 12% + oxicloreto de cobre 35%, pó molhável.

Técnica de análise – Pesou-se a amostra contendo cerca de 0,1g do princípio ativo em um erlenmeyer de 50ml com rolha esmerilhada. Adicionaram-se 5ml de clorofórmio, agitou-se manualmente até completa dissolução do cymoxanil e colocou-se 1g de sulfato de sódio anidro, que atua como agente desidratante.

* Pesquisador Científico, Seção de Química, Instituto Biológico.

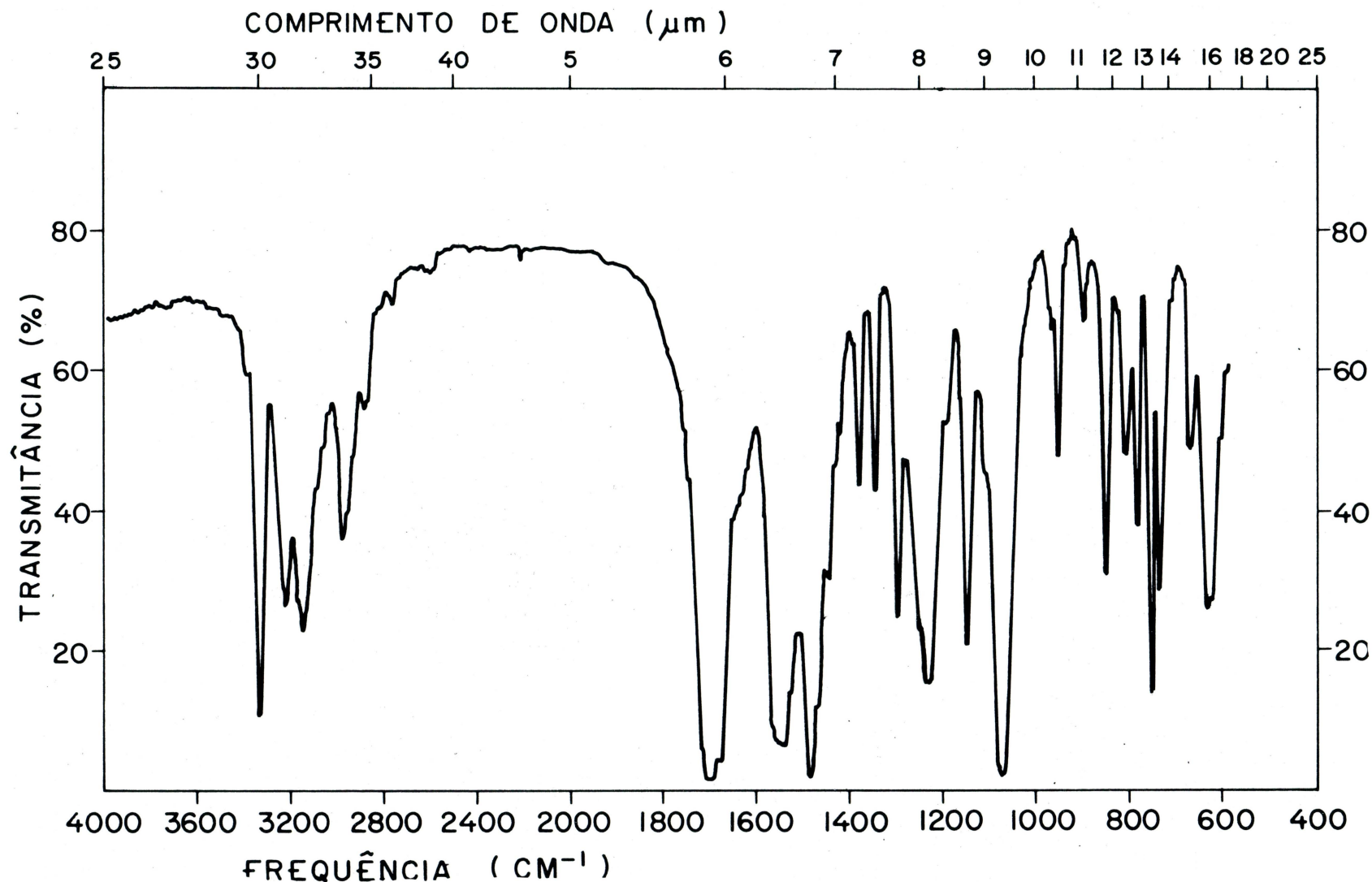


FIGURA 1 – Espectrograma infravermelho de cymoxanil dissolvido em clorofórmio.

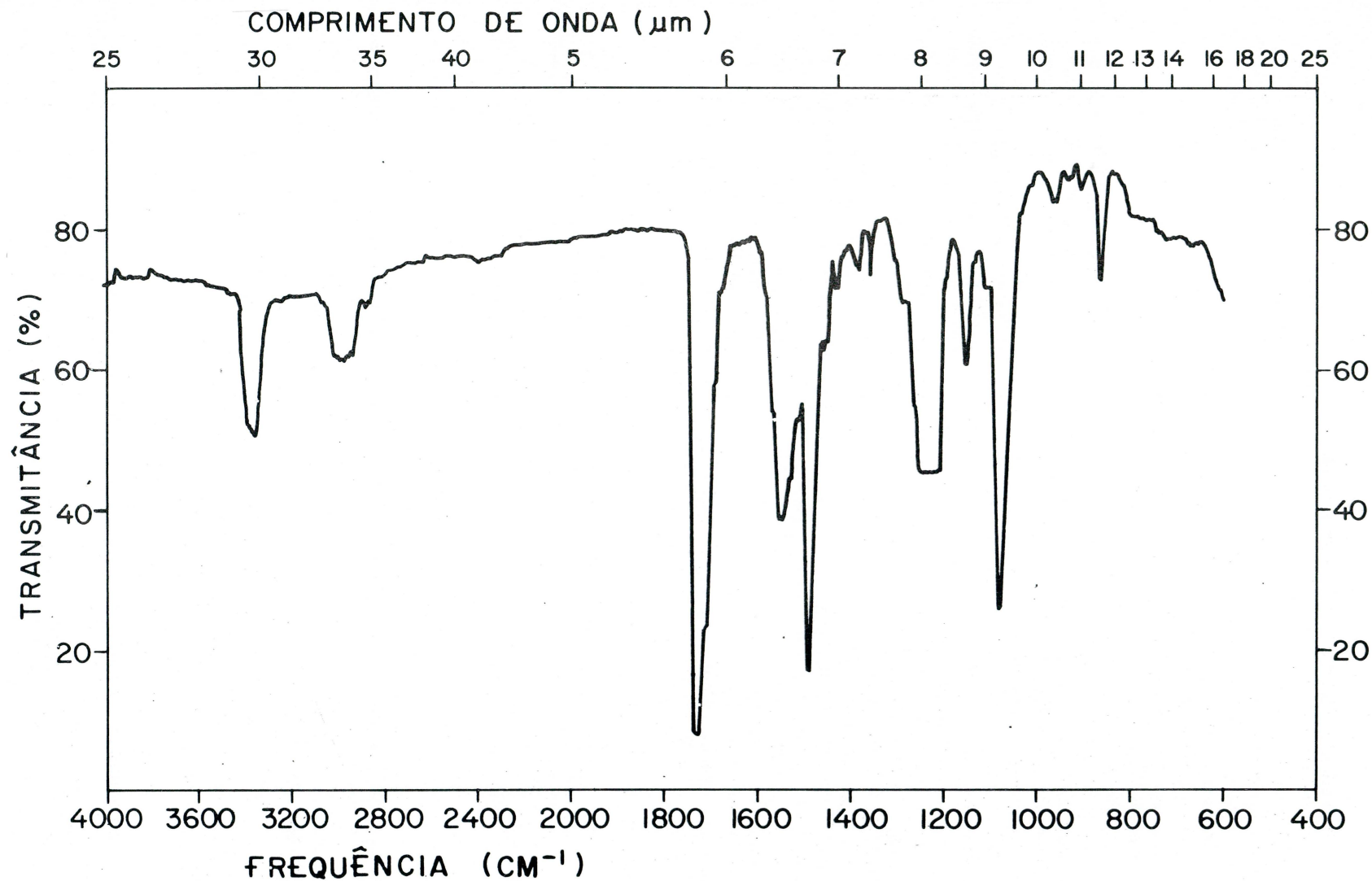


FIGURA 2 – Espectrograma infravermelho de cymoxanil em pastilha de KBr.

O erlenmeyer foi deixado em repouso até que o líquido sobrenadante ficasse límpido. Com o auxílio de uma seringa hipodérmica, aspirou-se uma alíquota para permitir a injeção na célula do espectrofotômetro.

No feixe de referência do espectrofotômetro, colocou-se uma célula contendo o clorofórmio e, no outro, a célula contendo a amostra; este processo é conhecido como técnica de compensação (3).

Correu-se o espectro entre $2,5\mu\text{m}$ a $16\mu\text{m}$, com repetição, obtendo-se, desta maneira, os espectrogramas das amostras. Com o mesmo procedimento acima descrito, obtiveram-se os espectrogramas do cymoxanil padrão.

Devido à importância da espectrofotometria infravermelha na identificação dos compostos orgânicos (2), procedeu-se à obtenção de espectrogramas do padrão dissolvido em clorofórmio (Fig. 1) e misturado com brometo de potássio (Fig. 2); neste último caso, foi utilizada técnica conhecida pelos espectroscopistas (7).

Tendo em vista o conhecimento da exatidão e precisão do método estabelecido na presente pesquisa, efetuou-se o cálculo do erro relativo (Er) e do coeficiente de variação (C.V.) (Tab. 2), com os resultados das duas amostras padrões; o primeiro reflete a exatidão e, o se-

gundo, a precisão.

RESULTADOS — O teor do princípio ativo nas amostras padrões foi determinado através da técnica da linha base. No cálculo da absorção, o comprimento de onda selecionado foi de $9,25\mu\text{m}$.

Os resultados das determinações das amostras padrões estão na tabela 1.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO — A absorção a $9,25\mu\text{m}$ corresponde aos dois grupos amina secundária $-\text{NH}-$ contidos na molécula de cymoxanil.

Na metodologia analítica, não houve necessidade de efetuar-se a custosa etapa de purificação, porque adjuvantes das formulações e produtos secundários de síntese não causaram interferências nas absorções entre $7,5\mu\text{m}$ a $10,4\mu\text{m}$.

Conforme o exame da tabela 2, concluiu-se que os parâmetros de exatidão e precisão foram atingidos, sendo que a especificidade é também alcançada desde que se corra o espectro infravermelho na sua região mais importante, ou seja, de $2,5\mu\text{m}$ a $16,7\mu\text{m}$, correspondendo, respectivamente, a 4.000cm^{-1} a 660cm^{-1} .

TABELA 1 — Amostras padrões de Cymoxanil, com respectivos índices de purezas encontrados.

Pureza da amostra (%)	Índices de pureza encontrados (%)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
95	96,25	96,31	96,33	96,21	96,33	96,31	96,22	96,36	96,27	96,28
12	12,28	12,25	12,15	12,23	12,22	12,18	12,19	12,22	12,16	12,15

TABELA 2 — Dados estatísticos obtidos através da análise das amostras padrões do Cymoxanil (10 repetições para cada uma).

Pureza da amostra (%)	Er	C.V.	Tolerância
95	1,35%	0,05%	Er $\leq 2\%$
12	1,67%	0,36%	C.V. $\leq 1\%$

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CLARK, T. & MCKERVEY, M.A. Saturated hydrocarbons. In: COMPREHENSIVE organic chemistry. Ed. D. Barton & W.D. Ollis. 6. ed. Oxford, J.F. Stoddart, 1979. p. 40.
- CYR, T.; CYR, N.; HAQUE, R. Infrared Spectrometry. In: ANALYTICAL methods for pesticides and plant growth regulators. Ed. G. Zweig. New York, Academic Press, 1977. p. 146-50.
- DAVIES, M. *Infrared spectroscopy and molecu-*

- lar structure. Amsterdam, Elsevier, 1963. p. 78.
4. DU PONT DO BRASIL. *Assay of DPX 3217 (CYMOXANIL), Liquid Chromatographic Method*. s.l.p. Du Pont do Brasil, s.d. 5 p. (Method number C 848028 (R)).
 5. DU PONT DO BRASIL. *Determination of DPX 3217 in formulations with "MANZATE" 200 or copperoxychloride, liquid chromatographic method*. s.l.p. Du Pont do Brasil, s.d. 4 p. (Method number C 848.114 (R)).
 6. FARM Chemicals handbook. Willoughby, Meister Publishing, 1983. p. C 67.
 7. LIMA, A.A.S. & PIEDADE, J.R. A técnica da pastilha de brometo de potássio em espectrofotometria infravermelha. *Biológico*, São Paulo, 39: 303-5, 1973.
 8. SPENCER, E.Y. *Guide to the chemicals used in crop protection*. Ottawa, Queen's Printer, 1982. p. 146.
 9. YAJIMA, T.W.; PIEDADE, M.F.; PIEDADE, J.R. Determinação do inseticida, nematicida e acaricida oxamyl por espectrofotometria infravermelha. *Arq. Inst. Biol.*, São Paulo, 49: 51-3, 1982.

Recebido para publicação em 06/06/1984.