

COMUNICAÇÃO CIENTÍFICA

DETERMINAÇÃO DE DODECACLORO EM ISCAS FORMICIDAS

Maria F. Piedade*, J. R. Piedade*

RESUMO

Com o nome comum de dodecacloro se designa o composto químico definido como dodecaclorooctaidro-1,3,4-meteno-2H-ciclobutapentaleno. Este produto é um importante formicida utilizado no Brasil para o combate à saúva e, em outros países, contra outros tipos de formigas. Este trabalho descreve um método de análise para a determinação de dodecacloro em iscas formicidas.

PALAVRAS-CHAVES: Iscas de dodecacloro; análise; purificação.

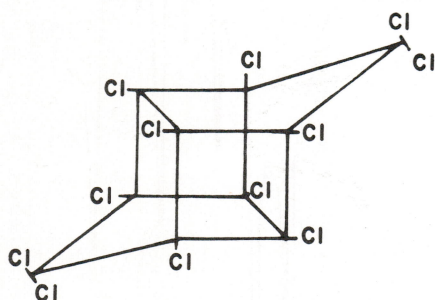
SUMMARY

Dodecachlore determination in baits

Dodecachlore is the common name for a compound chemically defined as dodecachlorooctahydro-1,3,4-metheno-2H-cyclobutapentalene. It is an important insecticide used in baits for control of ants. This paper describes a method of analysis for determining dodecachlore in baits formulated for the control of ants.

KEY-WORDS: Dodecachlore baits; analysis; clean-up.

A fórmula molecular do formicida dodecacloro é $C_{10}Cl_{12}$, o peso molecular 549,59 e o teor de cloro 77,99%. Sua fórmula estrutural é a seguinte:



DODECACLORO

Isclas formicidas à base de dodecacloro são utilizadas, em muitos países, para combater formigas do fogo e cortadeiras (5); no Brasil, são utilizadas com sucesso no combate à saúva.

Em trabalho anterior (9) desenvolveu-se um método de análise para o material técnico dodecacloro (mirex), por espectrofotometria infravermelha. Isto permitiu que as isclas formicidas, à base deste composto, pudessem ser analisadas com exatidão, através da determinação do cloro (1, 8), via fator real de conversão (6).

Nas isclas formicidas, o dodecacloro está presente em baixíssimas concentrações e a composição química das mesmas é complexa. Estes dois fatores dificultam uma análise específica do material; por esta razão, apresenta-se um método de análise que consiste na purificação do dodecacloro presente nas isclas.

O material usado foi o seguinte: espectrofotômetro infravermelho 727 B Perkin-Elmer; coluna cromatográfica reta com placa porosa 50x2,5cm; pipeta volumétrica de 5ml; erlenmeyer de 500ml; almofariz de porcelana ou vidro com 400ml de capacidade; balões de 250ml com fundo chato;

* Pesquisador Científico, Seção de Química, Instituto Biológico.

placas de Petri 9,5x2,5cm; funis 10cm longo; papel de filtro Whatman n.º 1 e erlenmeyer de 50ml.

Reagentes (grau analítico): dissulfeto de carbono, n-hexano ou benzina, carvão ativado, sulfato de sódio anidro, óxido de alumínio 90 ativo e neutro (para cromatografia em coluna), Celite 545, sulfato de sódio anidro, dodecacloro. Formulações padrões (iscas) de dodecacloro (0,12, 0,25 e 0,45%).

Técnica de análise — Num almofariz, triturou-se uma quantia de amostra até semi-pulverização e pesou-se, numa placa de Petri, uma quantidade correspondente a 0,07g de princípio ativo; transferiu-se por meio de funil para um erlenmeyer de 500ml, usando-se cerca de 80ml de n-hexano ou benzina. Agitou-se com agitador mecânico por duas horas e, após maceração de vinte e quatro horas, foi efetuada a filtração. Para a filtração, adicionaram-se 1g de carvão ativado e 2g de sulfato de sódio anidro, sendo que o filtrado foi recolhido em um erlenmeyer de 500ml. A lavagem foi procedida

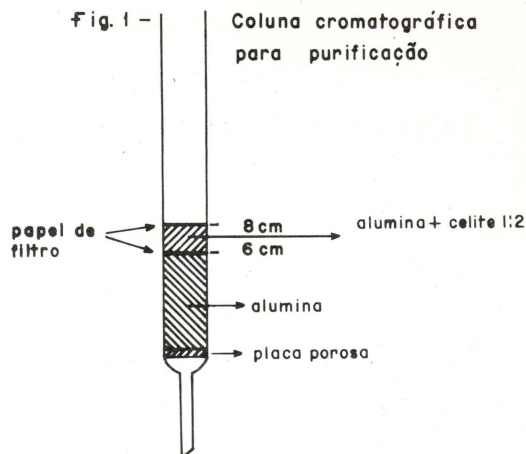


FIGURA 1 — Coluna cromatográfica para purificação.

até obter-se um volume de 400ml, que foi então evaporado. A evaporação foi feita com banho-maria e ar comprimido. Após resfriamento do resíduo, adicionaram-se 20ml de n-hexano e, em seguida, procedeu-se à purificação através de coluna preparada conforme a figura 1.

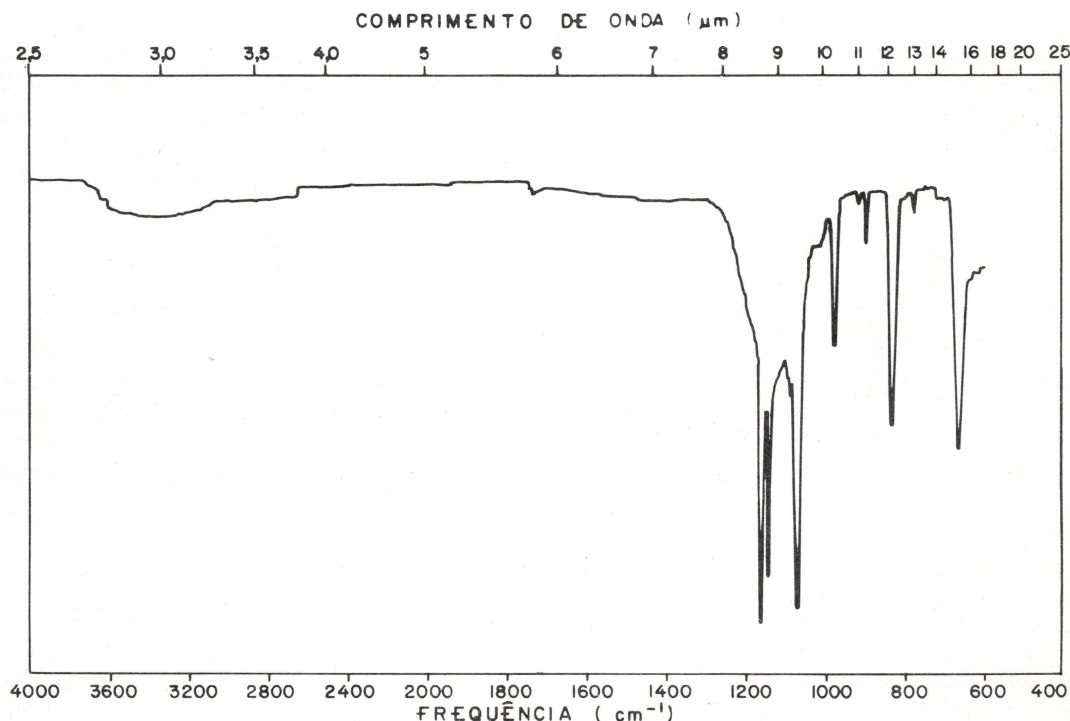


FIGURA 2 — Espectrograma infravermelho de dodecacloro dissolvido em dissulfeto de carbono.

FIGURA 2 — Espectrograma infravermelho de dodecacloro dissolvido em dissulfeto de carbono

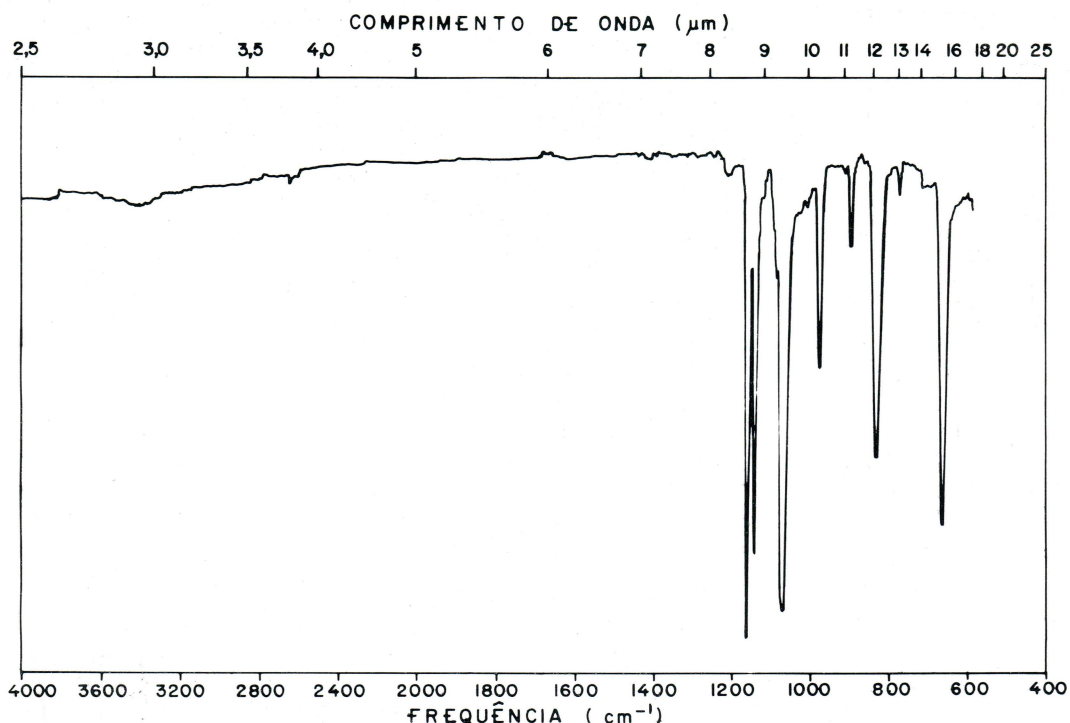


FIGURA 3 - Espectrograma infravermelho de dodecacloro em pastilha de brometo de potássio.

FIGURA 3 — Espectrograma infravermelho de dodecacloro em pastilha de brometo de potássio

Para a purificação, a coluna foi completamente molhada com n-hexano e, a seguir, foi feita a passagem dos 120ml de n-hexano contendo o resíduo ao qual foram previamente adicionados 2g de sulfato de sódio anidro. O eluído foi recebido em balão de 250ml; procedeu-se à eluição completa com sucessivas frações de 20ml de n-hexano até que o eluído atingisse o volume de 200ml. O eluído foi evaporado, com o auxílio de ar comprimido, até secar e, após esta operação, foram adicionados 3ml de dissulfeto de carbono. Procedeu-se a uma nova evaporação e ao resíduo adicionaram-se 5ml de dissulfeto de carbono e 1g de sulfato de sódio anidro.

A determinação quantitativa foi feita por espectrofotometria infravermelha (9). Para efeito de especificidade e detecção, efetuou-se o espectrograma total do dodecacloro purificado, tanto dissolvido em dissulfeto de carbono como em mistura com brometo de potássio (Fig. 2 e 3). A título de comparação, na figura 4 está apresentado o

espectrograma de um extrato de isca, sem purificação.

A tabela 1 mostra os valores encontrados nas análises das formulações padrões. A avaliação estatística foi feita através dos cálculos do erro relativo e do coeficiente de variação (Tab. 2). Pelo exame destes dados conclui-se que o método de análise estabelecido pode ser utilizado com sucesso no controle químico de iscas formicidas à base deste composto, com grande vantagem e especificidade.

A absorção em $12,1\mu\text{m}$, utilizada na determinação quantitativa, é característica da ligação C-C, correspondendo a uma vibração de estiramento (4); esta ligação é típica na molécula do dodecacloro.

A espectrofotometria infravermelha em química analítica de defensivos é de grande utilidade, sendo indispensável ao moderno laboratório de química orgânica, podendo também ser aplicada em análise residual (2, 3, 7).

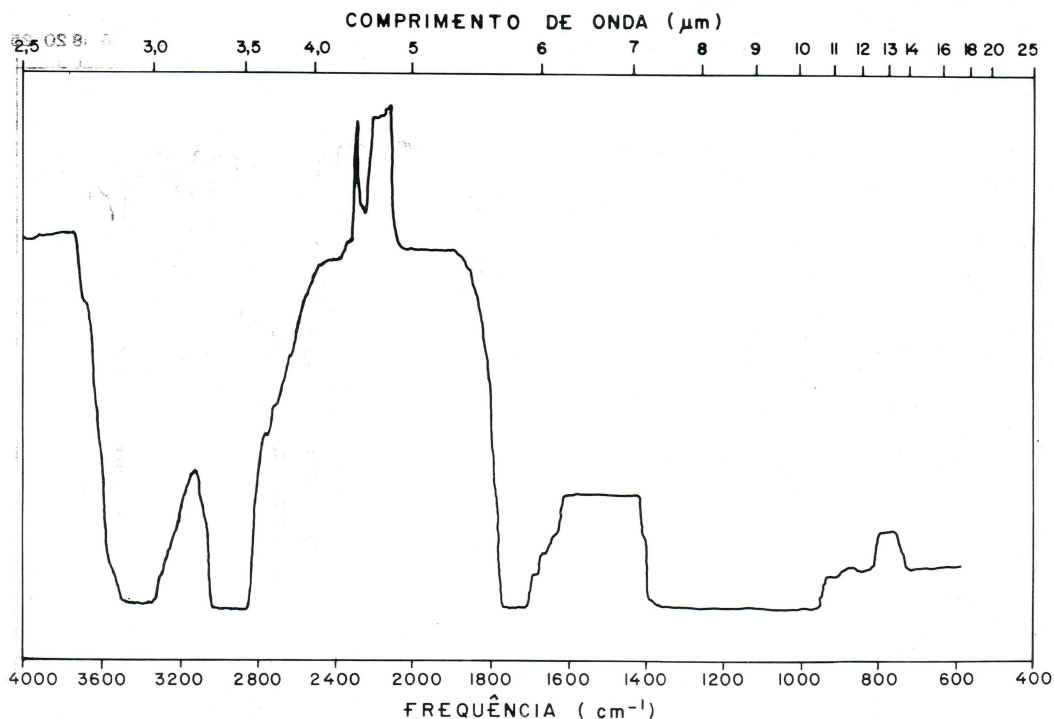


FIGURA 4 — Espectrograma infravermelho, de extrato de isca sem purificação dissolvido em dissulfeto de carbono

FIGURA 4 — Espectrograma infravermelho, de extrato de isca sem purificação dissolvido em dissulfeto de carbono

TABELA 1 — Resultados químico-analíticos das formulações padrões.

Pureza da formulação %	Índices de pureza encontrados (%) em 15 repetições				
0,12	0,118	0,121	0,119	0,122	0,121
	0,120	0,119	0,120	0,121	0,122
	0,117	0,118	0,120	0,122	0,121
0,25	0,252	0,248	0,253	0,251	0,250
	0,249	0,250	0,252	0,248	0,251
	0,255	0,260	0,251	0,253	0,252
0,45	0,455	0,450	0,453	0,461	0,450
	0,449	0,451	0,453	0,450	0,451
	0,447	0,456	0,460	0,459	0,452

TABELA 2 — Análise estatística dos resultados da tabela 1

Pureza da Formulação (%)	Er	C.V.	Tolerância
0,12	0,08%	1,32%	Er ≤ 2%
0,25	0,8%	1,15%	C.V. ≤ 5%
0,45	0,67%	0,93%	

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALMEIDA, N.F.; PIEDADE, J.R. Comparação entre os métodos de Stepanow e Liebig na dosagem dos inseticidas orgânicos clorados. *Biológico*, São Paulo, **10**:202-4, 1958.
2. ASHWORTH, R.B.; HENRIET, J.; LOVETT, J.F. *Analysis of technical and formulated pesticides*. Hatching Green, Collaborative International Pesticides Council Limited, 1970, p. 722.
3. BLINN, R.C. Infrared techniques useful in residue chemistry. *J. Assoc. Of. Anal. Chem.* **48**:1009-17, 1965.
4. COLTHUPP, N.B. Infrared spectra correlation chart. *J. Opt. Soc. Am.* **40**:397-400, 1950.
5. FARM chemicals handbook. Willoughby, Meister Publishing, 1983, p. C 159.
6. GUNTHER, A.A.; BLINN, R.C. *Analysis of insecticides and acaricides*. New York, Interscience. Publihers, Inc., 1955, p. 369.
7. MORRISON, R.; BOYD, R. *Química Orgânica*. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1981, p. 500.
8. PIEDADE, J.R. Análise dos praguicidas orgânicos clorados pelo método de Rauscher. *Biológico*, São Paulo, **27**:304-6, 1961.
9. PIEDADE, M.F.; PIEDADE, J.R. Análise do formicida mirex por espectrofotometria infravermelha. *Arq. Inst. Biol.* **42**:99-102, 1975.

Recebido para publicação em 03/12/1985