DETERMINAÇÃO DO FUNGICIDA TIOFANATO METÍLICO POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRAVERMELHA

MARIA FUENTES PIEDADE*

TOMOKO W. YAJIMA*

A presente pesquisa descreve método por espectrofotometria infravermelha desenvolvido para analisar tiofanato metílico técnico e suas formulações. Foi utilizada absorção em $9,43 \mu\text{m}/1.060 \text{ cm}^{-1}$, valor correspondente à ligação C-O-, característica da molécula de tiofanato metílico. Concluiu-se que o método estabelecido é adequado para análise de tiofanato metílico, demonstrando exatidão e precisão.

1 INTRODUÇÃO

Descrito como fungicida pela primeira vez em 1970 (1) o tiofanato metílico pertence ao grupo dos derivados do benzimidazol (3). De ação sistêmica (2) é usado no Brasil nas culturas de feijão, trigo e citrus.

O tiofanato metílico é quimicamente definido como 1,2 bis(3-metoxycarbonil-2-tioureido)benzeno, sendo sua fórmula estrutural apresentada na Figura 1.

* Pesquisador Científico, Seção de Química, Instituto Biológico, São Paulo - SP.

FIGURA 1 - FÓRMULA ESTRUTURAL DO TIOFANATO METÍLICO

Com ponto de fusão entre 181,5 e 182,5°C apresenta-se a forma de cristais incolores, sendo solúvel em acetona, etanol, clorofórmio e acetonitrila (4).

No Brasil o tiofanato metílico é empregado na forma de pó molhável 70%p/p e suspensão concentrada 50%p/v. O produto não é fitotóxico e o seu metabolismo no solo é quatro vezes maior em pH 7,4 do que em pH 5,6 (5).

A análise do tiofanato metílico técnico e suas formulações é feita por espectrofotometria ultravioleta, técnica mais indicada para análise residual (6).

Na pesquisa aqui descrita é estabelecido um método analítico, por espectrofotometria infravermelha, para o tiofanato metílico e suas formulações.

MATERIAL

Espectrofotômetro infravermelho marca Perkin-Elmer modelo 727-B; células seladas de cloreto de sódio com 0,1 mm de espessura; seringas hipodérmicas de 5 e 10 mL com agulhas de 5 cm; erlenmeyers de 50 mL com tampa esmerilhada; pipetas volumétricas de 5 mL; pipetas graduadas de 5 mL. Os reagentes

empregados foram sulfato de sódio anidro p.a. e padrão analítico de tiofanato metílico 99,80%, fabricado pela firma Nippon Soda Co. Ltd.

Como solvente foi utilizado clorofórmio p.a. e as amostras padrões analisadas foram tiofanato metílico técnico 94% p/p, pó molhável 70% p/p e suspensão concentrada 50% p/v.

3 MÉTODO

Num erlenmeyer de 50 mL foi pesada uma quantidade de amostra padrão contendo cerca de 0,05 g de princípio ativo. Adicionou-se 5 mL de clorofórmio e aproximadamente 1 g de sulfato de sódio; agitou-se manualmente e deixou-se em repouso até limpidez do sobrenadante.

Com auxílio de seringa e agulha retirou-se do líquido sobrenadante uma quantidade suficiente para injetar na célula.

A Absorção empregada foi a que ocorre em $9,43 \mu\text{m}/1.060 \text{ cm}^{-1}$, correspondente à ligação C-O- típica da molécula do tiofanato metílico (10).

Para formulações líquidas, como no caso da suspensão concentrada, eliminou-se a fase líquida da seguinte maneira: após a pesagem secou-se a tomada de ensaio com ar comprimido, juntou-se cerca de 4 mL de clorofórmio e evaporou-se até a secura. Após essa operação seguiu-se o que já foi descrito para formulações sólidas.

Na obtenção dos espectrogramas do padrão e amostras
zou-se a técnica de compensação (7). Os cálculos para a
ificação foram efetuados pelo processo da linha de base
m 9,43 $\mu\text{m}/1.060\text{ cm}^{-1}$ através da fórmula abaixo:

$$\frac{100 \times A_a \times p_p}{A_p \times p_a} = \% \text{ de tiofanato metílico}$$

- Aa = absorção da amostra
- Ap = absorção do padrão
- pa = peso da amostra
- pp = peso do padrão

Os resultados das análises foram interpretados
isticamente através das determinações do erro relativo e
iciente de variação.

RESULTADOS

Os espectrogramas de tiofanato metílico padrão em
ilha de brometo de potássio e dissolvido em clorofórmio
ntam-se nas Figuras 2 e 3, sendo indispensáveis para
o de identificação de amostras (9). As Figuras 4, 5 e 6
am espectrogramas das amostras padrões.

Os resultados de dez determinações efetuadas em cada
das amostras padrões encontram-se na Tabela 1 e a análise
ística é mostrata na Tabela 2.

TABELA 1 - RESULTADOS OBTIDOS NAS DETERMINAÇÕES DE AMOSTRAS
PADRÕES

Pureza da amostra (%)	Índices de pureza encontrados (%) em 10 repetições				
94,00 p/p	94,13	94,27	94,19	94,30	94,15
	94,16	94,36	94,29	94,25	94,31
70,00 p/p	70,42	70,09	70,18	70,31	70,34
	70,14	70,35	70,16	70,21	70,33
50,00 p/v	50,43	50,18	50,08	50,27	50,15
	50,12	50,17	50,22	50,26	50,33

TABELA 2 - ESTUDO ESTATÍSTICO DOS RESULTADOS

Pureza da amostra (%)	Er	C.V.	Tolerância
94,00 p/p	0,25%	0,07%	Er $\leq$ 2%
70,00 p/p	0,36%	0,14%	
50,00 p/v	0,44%	0,20%	C.V. $\leq$ 1%

Er = erro relativo
C.V. = coeficiente de variação

FIGURA 3 - ESPECTROGRAMA INFRAVERMELHO DO TIOFANATO METÍLICO PADRÃO DISSOLVIDO EM CLOROFÓRMIO

FIGURA 4 - ESPECTROGRAMA INFRAVERMELHO DO TIOFANATO METÁLICO TÉCNICO DISSOLVIDO EM CLOROFÓRMIO

FIGURA 5 - ESPECTROGRAMA INFRAVERMELHO DO TIOFANATO METÁLICO PÓ MOLHÁVEL PADRÃO APÓS O TRATAMENTO DESCRITO NO TEXTO

5 CONCLUSÃO

A análise estatística indicou que o método por espectrofotometria infravermelha desenvolvido na presente pesquisa se presta muito bem à análise do tiofanato metílico técnico e suas formulações, mostrando grande exatidão e precisão. A especificidade, característica principal da espectrofotometria infravermelha é conseguida desde que se faça a varredura total do espectro entre $2,5 \mu\text{m}/4.000 \text{ cm}^{-1}$ e $15 \mu\text{m}/666,67 \text{ cm}^{-1}$.

Abstract

This paper describes a method by infrared spectrophotometry for thiophanate-methyl product analysis, using $9.43 \mu\text{m}/1,060 \text{ cm}^{-1}$ absorption; due to the C-O- typical bond. It was concluded that the established method is adequate to analyse thiophanate-methyl and its formulations, with precision and accuracy.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 PESTICIDE manual. H. Martin, C.R. Worthing. (Eds.) Croydon : British Crop Protection Council, 1983. p. 553.
- 2 FARM chemicals handbook. Willoughby : Meister Publishing, 1986. p.C 115.
- 3 CHEMISTRY, biochemistry and toxicology of pesticides. J.M. Witt, C.J. Adams. (Eds.) Medford : Oregon State University, 1987. p. 13.
- 4 THE MERCK index. Rahway, 1989. p. 1473.
- 5 SPENCER, E. Y. Guide to the chemicals used in crop protection. Ottawa : Queen's Printer, 1982. p. 561.
- 6 PESTICIDE analisys. New York : Marcel Dekker, 1981. p. 258.
- 7 SILBERMAN, E. Curso latinoamericano de espectroscopia infravermelha : instrumentação básica. São Paulo : Universidade de São Paulo, 1965. p. 27.

- 8 MELOAN, C.E. Elementary infrared spectroscopy. New York :
Macmillan, 1963. p. 169.
- 9 MORRIS JR., W.W., HEANNI, E.O. Infrared spectro of
pesticides. Journal of the A.O.A.C., v. 46, p. 964-86,
1963.
- 10 COLTRUP, N.B. Infrared spectra correlation chart.
J.Opt.Soc.Am., v. 40, p. 397-409, 1950.