

APLICAÇÃO DE UV-ESPECTROFOTOMETRIA NA DETERMINAÇÃO DE CARRAPATICIDA
PIRETRÓIDE EM ÁGUAS DE BANHO DE BOVINOS

Application of UV-Spectrophotometry for Determination of
Pyrethroid-Acaricide in Water of Bovine's Bath

Ayrton Figueiredo Martins* e Dêlcio Hartmann**

RESUMO

Foi comprovada a viabilidade da aplicação da UV-Espectrofotometria como método alternativo, simples, de baixo custo e, relativamente rápido, para a determinação de Fenvarelatos em águas de banho de bovinos.

UNITERMOS: carrapaticida, fenvalerato, piretróide, UV - espectrofotometria

SUMMARY

It was proved the viability of the application of the UV-Spectrophotometry as an alternative, simple, low cost, and relatively rapid method to determine fenvarelates in the water of bovine's bath.

KEY WORDS: acaricide, fenvarelato, pyrethroid, UV-spectrophotometry.

INTRODUÇÃO

Os constituintes de algumas espécies de crisântemos (piretro) foram usados como inseticidas até o início do século XIX. Em 1924, Staudinger e Ruzicka descobriram que os constituintes ativos são ésteres do ácido crisântêmico e do ácido pirêtrico (1). Muitos compostos sintéticos semelhantes, posteriormente, demonstraram uma ação inseticida ainda superior, porém, devido à elevada fotolabilidade seu emprego ficou reduzido a casos especiais em Higiene.

No início dos anos 70, ELLIOT et alii (2) divulgaram a síntese de novos compostos análogos aos constituintes do piretro, que destacaram-se por suas extraordinárias atividades e elevada fotoestabilidade. A partir disso, ocorreu um grande progresso científico neste campo, que

* Químico Industrial, Ph.D. Professor Adjunto do Departamento de Química, Centro de Ciências Naturais e Exatas, Universidade Federal de Santa Maria. 97.119 - Santa Maria (RS).

** Aluno do Curso de Química Industrial, Departamento de Química, Centro de Ciências Naturais e Exatas, Universidade Federal de Santa Maria. 97.119 - Santa Maria (RS). Bolsista de Iniciação Científica do Fundo de Incentivo à Pesquisa - UFSM.

levou ao desenvolvimento de uma nova classe de inseticidas, com significância técnica econômica comparável àquela dos ésteres fosforados e dos carbamatos.

Os modernos piretróides sintéticos demonstraram um elevado poder acaricida e inseticida, assumindo grande importância atual como drogas muito ativas no combate aos carrapatos de bovinos e aos ácaros causadores de certos tipos de sarna (6). Os fenvaleratos destacam-se como uma nova geração de piretróides que conservam ainda o elemento estrutural característico - uma função éster na proximidade de um grupo dimetílico (4, 5) (Figura 1).

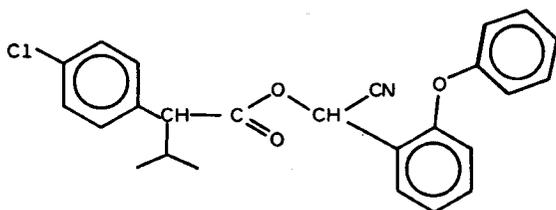


FIGURA 1. Fenvalerato (α -ciano-3-fenoxibenzil-2-(4-clorofenil)-isovalerato).

Para seu uso eficiente, a água de banheiro deve conter cerca de 200ppm de fenvalerato, necessitando um controle analítico periódico (6). A cromatografia a gás tem sido o método mais empregado para este fim. O objetivo deste trabalho foi desenvolver método alternativo, simples e rápido, com base na adsorção do fenvalerato na região do UV do espectro eletromagnético (Figura 2).

MATERIAL E MÉTODO

As amostras de água de banho de bovinos foram coletadas, convenientemente, e armazenadas, em geladeira, em frascos de vidro escuro. Antes de cada análise, as amostras foram filtradas através de lã de vidro e de papel filtro, afim de remover material em suspensão. No caso de amostras fortemente coloridas adicionou-se pequena quantidade de carvão ativo, antes de filtrar, suficiente para promover a descoloração.

Alíquotas de amostra assim tratadas foram transferidas para funil de decantação, adicionadas de 5ml de solução concentrada de NaCl e extraídas com 20ml de CHCl_3 previamente purificado. Os extratos, então,

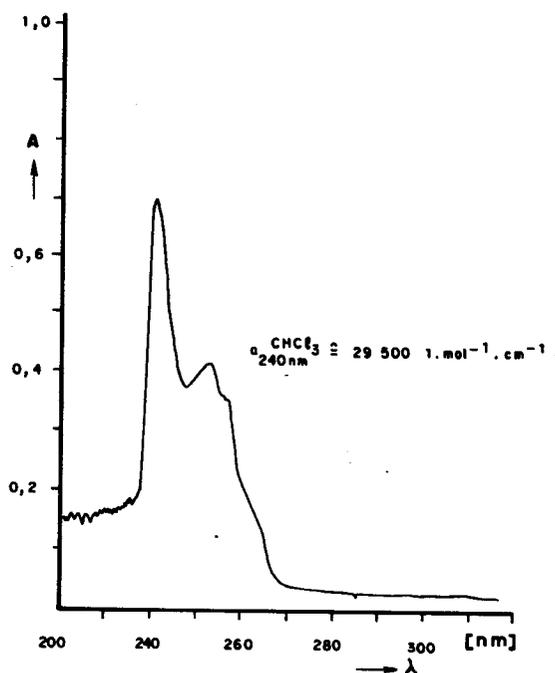


FIGURA 2. Curva de absorvância de uma solução de Fenvalerato $2,38 \times 10^{-5}M$ em clorofórmio, cubeta de 1cm e faixa espectral de 0,5nm.

foram transferidos para o interior de balões volumétricos, através de papel filtro desemulsionante (impermeável à água, quando necessário).

O volume das alíquotas foi escolhido de acordo com a maior ou menor concentração das amostras, em fenvalerato.

Reta de calibração

Para a preparação de soluções de Fenvalerato partiu-se de uma solução padrão a 20% (emulsão estabilizada). Através de conveniente diluição em clorofórmio foram obtidas soluções padrões com as concentrações de 3,75; 7,50; 10,0; 15,0 e 20,0 μg de Fenvalerato/ml, respectivamente. A medida da Absorvância foi feita em $\lambda_{max} = 240nm$, contra clorofórmio.

Comprovação do método

Método de Adição: Tomou-se alíquotas de 20ml de amostra de Água de Banheiro da Fazenda A e adicionou-se, respectivamente, 20ml das solu-

ções padrões de concentração 0,0; 1,8; 3,0; 4,2 e 6,0 μ g de Fenvalerato /ml de clorofórmio. Procedeu-se a extração como antes e a leitura em $\lambda_{\text{max}} = 240\text{nm}$, contra clorofórmio.

Verificação da Reprodutibilidade (3): Tomou-se 10 alíquotas idênticas de amostra de Banheiro da Fazenda A e procedeu-se como descrito acima, para a análise de Fenvalerato em amostras de águas de Banho de Bovinos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A reta de calibração (Figura 3) resulta da média de quatro leituras para cada ponto, na faixa de 3,75 a 20,0 μ g de Fenvalerato/ml de clorofórmio, com aplicação de teste Q para eliminação de valores marginais. A Lei de Lambert-Beer é obedecida em toda a faixa de concentração adotada

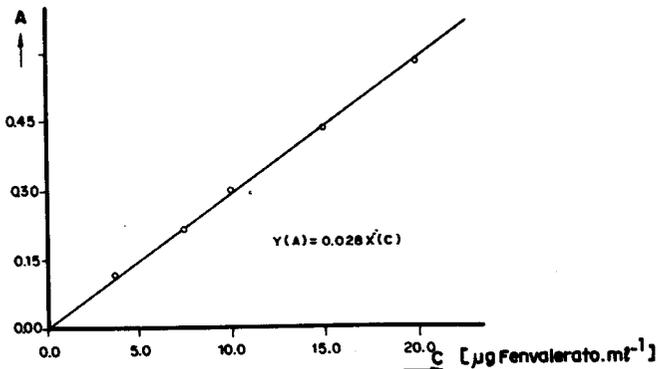


FIGURA 3. Reta de calibração da determinação de Fenvalerato por UV-Espectrofotometria em $\lambda_{\text{CHCl}_3} = 240\text{nm}$.

Os resultados correspondentes aos graus de recuperação do Método de Adição de Padrões podem ser vistos na Tabela 1, e a reta correspondente, na Figura 4. Na Tabela 2 podem ser observados os valores obtidos na leitura de 10 alíquotas idênticas, da mesma amostra de água de Banheiro, para verificação da Reprodutibilidade do método analítico. As concentrações de Fenvalerato em 15 diferentes amostras de águas de Banho de Bovinos de três Fazendas distintas (B, C, D) podem ser examinadas na Tabela 3.

TABELA 1. Recuperação obtida pelo Método da Adição.

Amostra	Adição (ppm Fenv.)	Absorbâncias	Concentrações (ppm Fenv.)	Recuperações (%)
A	-	0,390	13,9	100
A	1,8	0,465	16,6	106
A	3,0	0,518	18,5	109
A	4,2	0,610	21,8	120
A	6,0	0,660	23,6	118

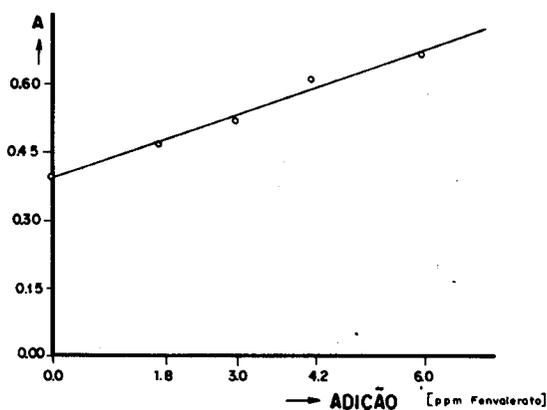


FIGURA 4. Método de adição: reta de comprovação.

TABELA 2. Verificação da Reprodutibilidade (3): Análise de 10 alíquotas idênticas de Amostra de Água de Banho de Bovinos (Faz.A).

Alíquota	Absorbância	Concentração (%)
01	0,390	13,9
02	0,385	13,8
03	0,355	12,7
04	0,342	12,2
05	0,320	11,4
06	0,370	13,2
07	0,330	11,8
08	0,325	11,6
09	0,360	12,9
10	0,395	14,2

$$\bar{X} \pm S_{\bar{X}} = 12,8 \pm 0,31$$

$$R = S_{\bar{X}} \cdot t(95) \cdot \sqrt{2} = 0,79$$

$$R (\%) = 7,6$$

TABELA 3. Concentração de Fenvalerato em 15 diferentes Amostras de Água de Banhos de Bovinos de três Fazendas distintas.

Origem	Amostras	Concentração (ppm)
Fazenda B	B1	132,0
	B2	97,0
	B3	105,0
	B4	103,0
	B5	115,0
Fazenda C	C1	27,5
	C2	44,0
	C3	31,0
	C4	21,0
	C5	37,5
Fazenda D	D1	16,5
	D2	16,0
	D3	17,0
	D4	16,6
	D5	16,6

Na comprovação do método verificou-se que a recuperação de Fenvalerato se dá com uma elevação de até 20,2%, naquela faixa de concentração; na verificação da reprodutibilidade, obteve-se um coeficiente de $\pm 7,6\%$, resultados estes bastante satisfatórios, particularmente, ao se considerar a complexidade matricial das amostras analisadas.

CONCLUSÕES

O procedimento analítico descrito demonstrou ser relativamente simples, de boa sensibilidade e de suficiente reprodutibilidade para monitoramento da concentração de Fenvalerato em águas de banho de bovinos. Porém, como baseia-se na absorção do grupo difenil-éter no ultravioleta, sua aplicação restringe-se apenas aqueles piretróides que apresentam tal grupamento em sua estrutura molecular.

Recomenda-se a conservação das amostras sob refrigeração e períodos de armazenamento inferiores a 2-3 semanas.

LITERATURA CITADA

01. ARLT, D.; JAUTELAT, M. & LANTZSCH, R. Synthesis of Pyrethroid Acids. *Angew. Chemie*, 20:703-22, 1981.
02. ELLIOT, M.; FARNHAM, A.W.; JANES, N.F.; NEEDHAM, P.H.; PULMAN, D.A. & STEVENSON, J.T. A Photostable Pyrethroid. *Nature*, 246:169-70, 1973.

-
03. KAISER, R.E. Analytik im Umweltschutz. *Z. Anal. Chem.*, 272(3): 186-95, 1974.
 04. OHNO, N., HONDA, T. & YOSHIOKA, H. A New Class of Pyrethroidal Insecticides: -Substituted Phenylacetic Acid Esters. *Agr. Biol. Chem.*, 38(4):881-3, 1974.
 05. SCHMIDT, H.G. Vom Naturstoff zum hochwirksamen Insektizid. *Umschau*, 81(1):25-6, 1981.
 06. SUMITOMO CO. DO BRASIL. Sumitik 20 EC - Fenvalerato. s.d., 4p. Boletim Técnico.