

RESÍDUOS DE FENTOATO EM TOMATE¹

CARLOS GILBERTO RAETANO² e GILBERTO CASADEI DE BATISTA³

RESUMO - No presente trabalho, procurou-se estudar a degradação e persistência dos resíduos de fentoato (Elsan 50 CE) em frutos de tomate. O experimento foi instalado no município de Mombuca, SP, em área de cultivo de tomate estaqueado, 45 dias após o transplântio das mudas. O produto foi aplicado com o auxílio de um pulverizador costal manual, no início do período de maturação dos frutos, nas dosagens de 600 (A), 800 (B), 1200 (C) e 1600 g de i.a./ha (D). Os frutos foram amostrados com 1, 4, 10, 20 e 40 dias após a aplicação. O método de análise utilizado constou de extração com acetona e purificação por partição em diclorometano. O extrato foi concentrado e injetado em cromatógrafo a gás, equipado com detector de ionização de chama alcalina (DICA). Esse método proporcionou um limite de detecção de 0,01 ppm para esse produto. As porcentagens de recuperação em amostras fortificadas, em diferentes concentrações, variaram de 60 a 81%. Os valores de meia-vida de degradação e de persistência para fentoato foram de 1-2 e 3-6 dias, respectivamente, para as dosagens estudadas.

Termos para indexação: cromatografia gasosa, inseticida-resíduo, *Lycopersicon esculentum*.

RESIDUE DETERMINATION OF PHENTHOATE IN TOMATO FRUITS

ABSTRACT - The objective of the present research was to study the degradation and the persistence of phenthoate (Elsan 50 CE) residues in tomato fruits. The experiment was set in a tomato field located in Mombuca, State of São Paulo, Brazil, after 45 days from seedlings transplantation. Dosages of 600 (A), 800 (B), 1200 (C) and 1600 g a.i./ha (D) were sprayed at the beginning of the ripening period of fruits. Samples of 15 fruits each were collected 1, 4, 10, 20 and 40 days after products spraying. The utilized procedure consisted of extraction with acetone and purification by partition with dichloromethane. The purified extract was concentrated and injected into a gas chromatograph equipped with alkali flame ionization detector (AFID). The limits of detection were of 0,01 ppm for this product. The recovery percentage from fortified samples varied from 60 to 81%. The degradation and the persistence half-lives were 1 to 2 and 3 to 6 days for phenthoate, respectively.

Index terms: gas chromatography, insecticide-residue, *Lycopersicon esculentum*.

INTRODUÇÃO

O tomate é uma das mais importantes hortaliças utilizadas na alimentação humana, pelos expressivos teores de vitaminas e sais minerais presentes nesse fruto. Entretanto, é uma cultura muito exigente

em tratamentos fitossanitários, pela presença de inúmeras pragas desde a sementeira até a colheita dos frutos (Barbosa & França, 1980).

A utilização de agrotóxicos, muitas vezes inadequada, visando ao controle desses agentes, pode representar um grave risco potencial à saúde dos consumidores, já que podem deixar resíduos persistentes nos alimentos e no ambiente.

Atualmente, a traça-do-tomateiro *Scrobipalpus absoluta* (Meyrick, 1917) constitui-se no principal inseto-praga dessa hortaliça nas regiões da Alta Sorocabana e Submédio São Francisco, atacando indistintamente folhas, frutos e ponteiros, com acentuada redução na produção. O fato de ser

¹ Aceito para publicação em 10 de outubro de 1994.

² Eng. Agr., Prof. Ass., FCA-UNESP, Câmpus de Botucatu, Caixa Postal 237, CEP 18603-970, Botucatu, SP.

³ Eng. Agr., Prof. Titular, ESALQ-USP, Av. Pádua Dias, nº 11, Caixa Postal 9, CEP 13418-900, Piracicaba, SP.

considerada uma praga de difícil controle (Haji et al., 1986; Batista & Nakano, 1990) e resistente a muitos piretróides e organofosforados tem levado os tomaticultores a utilizarem tais inseticidas em doses cada vez maiores e com reduzidos intervalos de aplicação. A baixa eficiência dos piretróides no controle dessa praga foi constatada por Souza & Reis (1986) e Souza et al. (1992).

Nos últimos anos, bons resultados foram obtidos por Ripa (1981) e Guedes et al. (1994), quando empregaram o fentoato 50 CE (inseticida organofosforado) na dosagem de 150 e 220 ml / 100 litros d'água, respectivamente, para o controle da traça. Porém, poucas informações são conhecidas a respeito da degradação e persistência desse produto em frutos de tomate.

Kosmaty & Tret'yak (1972) e Bazzi (1976) estudaram métodos de análise de resíduos de fentoato em frutos e hortaliças por cromatografia de gás.

Há alguns anos, não foi autorizado o uso desse produto em tomate, por apresentar registro vencido desde o ano de 1977, e não renovado no Ministério da Saúde até a realização deste estudo. Entretanto, a legislação atual estabelece em 0,01 mg/kg (ppm) e

sete dias, respectivamente, a tolerância e o período de carência do fentoato para a referida cultura.

Assim, o presente trabalho objetivou estudar a degradação e persistência de resíduos de fentoato em tomate, considerando-se o emprego do inseticida no controle da traça-do-tomateiro, por ocasião da maturação dos frutos que, nessa fase, podem destinar-se à alimentação dos consumidores desse produto.

MATERIAL E MÉTODOS

Instalação do experimento

O experimento foi realizado em área de cultivo de tomate estaqueado, no sítio Santo Antônio, em Mombuca, SP, utilizando-se a cultivar Ângela - 5.100, 45 dias após o transplântio das mudas.

Em novembro de 1988, ocasião em que os frutos estavam em fase inicial de maturação, foi feita uma aplicação de fentoato (Elsan 50 CE). Os tratamentos e suas respectivas dosagens são apresentados na Tabela 1.

TABELA 1. Resíduos de fentoato nas amostras de tomate após única aplicação do inseticida em pulverização.

DIAS APÓS APLICAÇÃO/ TRATAMENTO	DOSAGEM (kg i.a. / ha)	REPETIÇÕES (ppm)				MÉDIA (ppm)			
		1	2	3	4				
1	A	0,6	0,75	0,18	0,55	0,20	0,42	±	0,28
	B	0,8	0,67	0,93	0,40	1,40	0,85	±	0,42
	C	1,2	0,52	0,58	1,20	0,62	0,73	±	0,32
	D	1,6	2,17	0,77	0,93	1,40	1,34	±	0,63
	E	-	ND	ND	ND	ND	ND		ND
4	A	0,6	0,01	0,02	0,03	0,06	0,03	±	0,02
	B	0,8	0,06	0,07	0,02	0,09	0,06	±	0,03
	C	1,2	0,08	0,07	0,12	0,12	0,08	±	0,03
	D	1,6	0,27	0,08	1,60	0,60	0,52	±	0,72
	E	-	ND	ND	ND	ND	ND		ND
10	A	0,6	0,02	ND	0,01	0,01	0,01		0,01
	B	0,8	ND	ND	ND	0,02	0,02		0,02
	C	1,2	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	D	1,6	ND	ND	ND	0,03	0,03		0,03
	E	-	ND	ND	ND	ND	ND		ND
20	A	0,6	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	B	0,8	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	C	1,2	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	D	1,6	ND	ND	0,01	ND	ND		0,01
	E	-	ND	ND	ND	ND	ND		ND
40	A	0,6	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	B	0,8	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	C	1,2	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	D	1,6	ND	ND	ND	ND	ND		ND
	E	-	ND	ND	ND	ND	ND		ND

ND = não-detectável, ou resíduos inferiores a 0,01 ppm.

O delineamento estatístico adotado foi o de blocos casualizados, cada tratamento constituído por quatro repetições, totalizando 20 parcelas com a testemunha (tratamento E). Cada parcela constou de duas linhas (espaçamento de 1,0 x 0,5m) de 6 metros de comprimento, cada uma.

Para a aplicação do inseticida foi utilizado um pulverizador costal manual, marca Jacto, equipado com bico de jato cônico (JD - 14.2), com o qual foram pulverizadas uniformemente as plantas, até o início do escorrimento, sendo gastos, em média, 3 litros de calda por parcela. No preparo da calda inseticida, utilizou-se o espalhante adesivo Extravon, na base de 10 ml por 100 litros d'água.

Colheita, preparo e análise das amostras

As amostras foram colhidas 1, 4, 10, 20 e 40 dias após a aplicação. Foram constituídas por quinze frutos, cada uma, colhidos ao acaso, procurando-se representar a distribuição deles nas plantas. Os frutos foram acondicionados em sacos de papel, devidamente marcados, e enviados ao laboratório para se proceder ao preparo das amostras.

Dos frutos colhidos nas parcelas, retiraram-se fatias transversais da parte central, de maneira a se obterem subamostras de 50 gramas, que foram envoltas em papel de alumínio, devidamente marcadas e mantidas em "freezer" a -20 °C, por um período nunca superior a cinco dias do preparo até o momento da análise.

Afim de se estabelecer o limite de detecção e a porcentagem de recuperação de fentoato em tomate, pelo método analítico empregado, amostras de 50 gramas, preparadas de maneira idêntica àquela de plantas tratadas, foram fortificadas para se obter concentrações de 1, 0,1, 0,05, 0,02, 0,01 e 0,005 ppm do inseticida nesse substrato.

O método de análise de resíduo empregado constou de extração feita com acetona. Em seguida, as amostras foram purificadas, por partição, com diclorometano. Os solventes foram removidos por evaporação, e os resíduos, dissolvidos em acetona para análise. A determinação quantitativa deu-se em cromatógrafo de gás equipado com detector de ionização de chama alcalina (DICA) e coluna cromatográfica de vidro de 180cm de comprimento e 3 mm de diâmetro interno, empacotada com 5% de DC 200/Chrom W silanizado, sendo operada a 220 °C, com os seguintes fluxos dos gases: N₂ = 30 ml/min.; ar = 210 ml/min e H₂ = 40 ml/min.; as temperaturas do vaporizador e do detector foram, respectivamente, de 260 e 290 °C. A quantificação foi feita por comparação direta com os padrões analíticos, baseando-se nas alturas dos picos dos padrões e das amostras.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análises de resíduos de fentoato em amostras fortificadas em diferentes níveis resultaram em recuperações variando de 60 a 81%, demonstrando a viabilidade do método analítico para a análise de resíduos desse produto nesse substrato. Provavelmente, a baixa porcentagem de recuperação (< 75%) em algumas amostras deve-se ao fato da utilização de apenas 50g do substrato, ou, ainda, por não ter sido feita a limpeza do extrato na análise desse inseticida. O limite de detecção estabelecido para o método foi de 0,01 ppm (Fig. 1), pois, abaixo desse valor, a quantificação dos picos nos cromatogramas foi dificultada por impurezas interferentes.

Os resultados obtidos nas análises dos frutos provenientes de plantas tratadas no campo com fentoato são apresentados na Tabela 1. Os depósitos de fentoato nas amostras colhidas no dia seguinte à aplicação foram de $0,42 \pm 0,28$ a $1,34 \pm 0,63$ ppm, respectivamente, para a menor e a maior dosagens estudadas. Após quatro dias, os resíduos reduziram-se para cerca de 20%, em média, dos depósitos iniciais e, a partir daí, diminuíram gradativamente até 20 dias após a aplicação.

Nos frutos provenientes de parcelas tratadas 20 e 40 dias após a aplicação, ou não foram detectados resíduos ou estavam abaixo do limite de detecção do método analítico (0,01 ppm), exceto para aqueles colhidos após 20 dias e que receberam uma aplicação na base de 1.600g i.a./ha.

Os valores de meias-vidas de degradação e persistência de fentoato foram de um a dois e de três a seis dias, respectivamente, para as dosagens estudadas, mostrando-se, assim, não ser importante a dosagem na velocidade de degradação dos resíduos (Ebeling, 1963; Gunther, 1969). Esse fato pode ser comprovado pela semelhança entre as taxas de degradação dos resíduos de fentoato, principalmente quando aplicado nas dosagens de 600 e 800 g i.a./ha (Fig. 2).

A meia-vida de degradação obtida no presente trabalho foi inferior àquela encontrada por Batista et al. (1985) para fentoato em tomate (de sete a oito dias), provavelmente devido às diferenças climáticas prevalecentes durante a realização dos experimentos e ao número de aplicações realizadas.

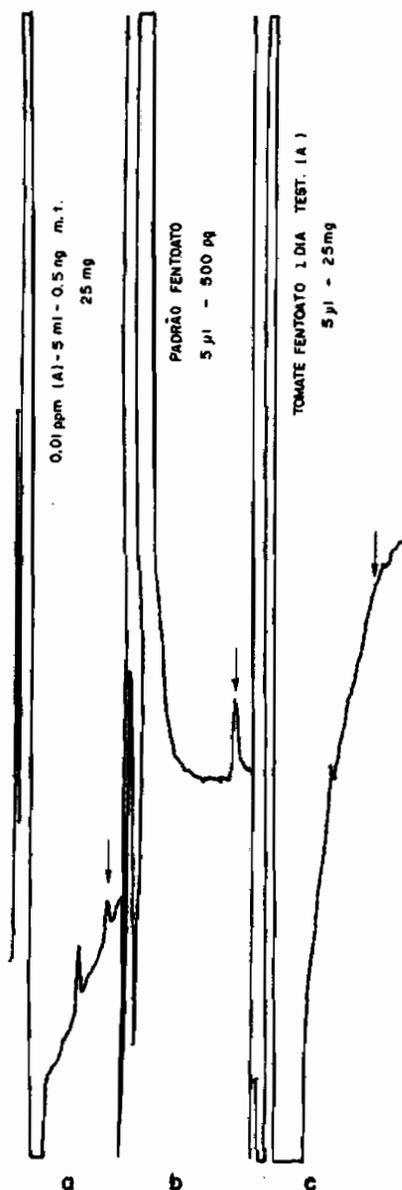


FIG. 1. Cromatogramas: a) amostra de tomate fortificada com fenitroato (0,01 ppm); b) padrão analítico de fenitroato (500 pg); c) amostra-testemunha.

A presença de temperaturas relativamente altas (de 36 a 37 °C) e a ocorrência de chuvas por ocasião da instalação do experimento (Fig. 3) são fatores que podem ter contribuído para o decréscimo dos níveis de resíduos nos frutos. Assim, o emprego da boa prática agrícola e a observação do período de carência são fundamentais para a obtenção de frutos com níveis de resíduos perfeitamente compatíveis com a legislação em vigor.

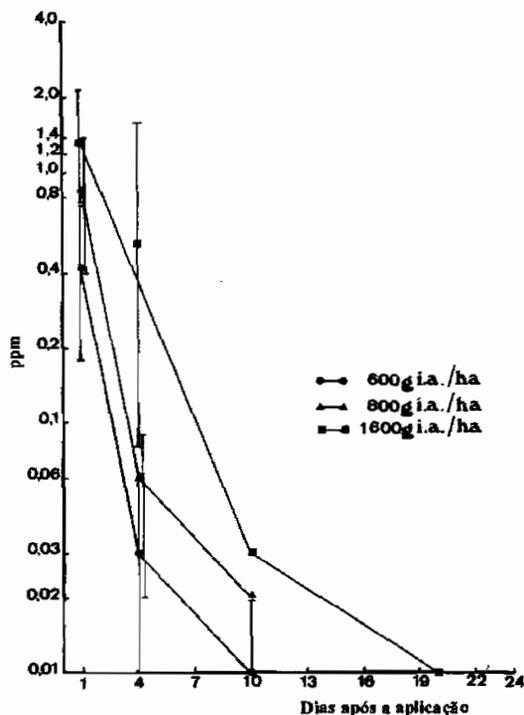


FIG. 2. Curvas de degradação e persistência de resíduos de fenitroato em frutos de tomate, provenientes de plantas pulverizadas com 600, 800 e 1.600 g i.a. / ha.

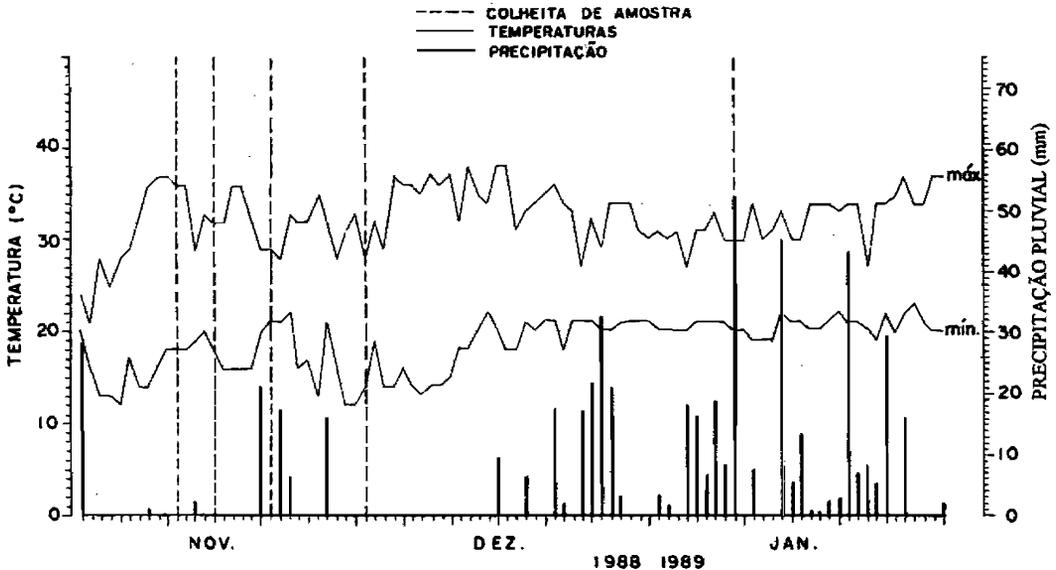


FIG. 3. Temperaturas máximas e mínimas e precipitação pluviométrica diária nos meses de novembro e dezembro de 1988 a janeiro de 1989, no município de Capivari, SP, com os respectivos dias de colheita das amostras.

CONCLUSÕES

1. O método de análise de resíduos empregado, por ser simples, rápido e relativamente barato, mostra-se viável para análise de resíduos de fentoato em frutos de tomate, permitindo a detecção de níveis de resíduos de até 0,01 ppm nesse substrato.

2. Os valores de meia-vida de degradação e de persistência de fentoato nos frutos são de um a dois e três a seis dias, respectivamente.

3. Condições climáticas, tais como, temperaturas altas e ocorrência de chuvas, interferem largamente no comportamento dos resíduos de fentoato, favorecendo sua rápida degradação.

REFERÊNCIAS

- BARBOSA, S.; FRANÇA, F.H. As pragas do tomateiro e seu controle. *Informe Agropecuário*, Belo Horizonte, v.6, n.66, p.37-40, 1980.
- BATISTA, G.C. de; DORIZZOTTO, P.H.; LOUREIRO, P.E.A.V.; BOSCARIOL, L.R. Resíduos de fentoato em tomate determinados por cromatografia de gás. *Síntese*, Rio de Janeiro, v.9, p.7-11, 1985.
- BATISTA, G.C. de; NAKANO, O. *Inseticidas*. 4.7. Culturas, pragas e inseticidas. Brasília: ABEAS, 1990. 62p. (Curso de Especialização por Tutoria e Distância: Defensivos Agrícolas).
- BAZZI, B. Phenthoate. In: ZWEIG, G. (Ed.) *Analytical methods for pesticides and growth regulators*. New York: Academic Press, 1976. v.8, p.159-170.
- EBELING, W. Analysis of the basic process involved in the deposition, degradation, persistence, and effectiveness of pesticides. *Residue Reviews*, New York, v.3, p.35-163, 1963.
- GUEDES, R.N.C.; PICANÇO, M.C.; MATIOLI, A.L.; ROCHA, D.M. Efeito de inseticidas e sistemas de condução do tomateiro no controle de *Scrobipalputoides absoluta* (MEYRICK) (LEPIDOPTERA: GELECHIIDAE). *Anais da Sociedade Entomológica do Brasil*, Viçosa, v.23, n.2, p.321-325, 1994.

- GUNTHER, F.A. Insecticides residues in California citrus fruits and products. *Residue Reviews*, New York, v.28, p.1-127, 1969.
- HAJI, F.N.P.; ARAÚJO, J.P.; NAKANO, O.; SILVA, J.P.; TOSCANO, J.C. Controle químico da traça do tomateiro *Scrobipalpula absoluta* (Meyrick, 1917) (Lepidoptera: Gelechiidae) no submédio São Francisco. *Anais da Sociedade Entomológica do Brasil*, Porto Alegre, v.15, p.71-80, 1986. Suplemento.
- KOSMATYI, E.S.; TRET'YAK, M.G. Chromatographic determination of residues of 0,0 - dimethyl S-(1-carbomethoxybenzyl) dithiophosphate (cidial) in apples. *Problemy Analiticheskoi Khimii*, v.2, p.66-70, 1972.
- RIPA, R. Avances en el control de la polilla del tomate *Scrobipalpula absoluta* (Meyrick), II. Ensayos de control químico. *Agricultura Técnica*, Santiago de Chile, v.41, n.3, p.113-9, 1981.
- SOUZA, J.C.; REIS, P.R. Controle da traça-do-tomateiro em Minas Gerais. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, v. 21, p.343-354, 1986.
- SOUZA, J.C.; REIS, P.R.; SALGADO, L.O. Traça-do-tomateiro: histórico, reconhecimento, biologia, prejuízos e controle. *Boletim Técnico*, EPAMIG, Belo Horizonte, n.38, 1992. 20p.