

## Determinação de Paclobutrazol em Solo por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência

Vera Lúcia Ferracini<sup>1</sup>  
Sônia C. Nascimento Queiroz<sup>2</sup>  
Marco A. Ferreira Gomes<sup>3</sup>  
Maria Aparecida Rosa<sup>4</sup>  
Paulo R. C. Lopes<sup>5</sup>

### Introdução

Paclobutrazol ([2RS, 3RS] -1- (4- clorofenil)-4, 4-dimetil-2- (1H-1,2,4-triazolil-1) pentanol-3) é um regulador de crescimento usado com o propósito de controlar o crescimento vegetativo das plantas. Esse composto, através da síntese da giberelina, restringe o crescimento da planta e possibilita um aumento no rendimento de colheitas. É bastante utilizado na região nordeste do Brasil e sua dosagem varia com a cultivar, porte e estado nutricional da planta e principalmente com as condições climáticas. Sua aplicação pode ser feita diretamente no solo ou através de pulverizações dirigidas à folhagem. A aplicação no solo é mais eficiente e pode ser feita tanto na projeção da copa, como junto ao tronco, devendo-se irrigar logo após, já que a água é o veículo de condução do produto até as raízes. É absorvido passivamente através das raízes, caule e folhas e se move através do xilema para as folhas e brotos. Após 90 dias da aplicação do produto, as plantas começam a apresentar ramos sem brotação, folhagem verde-escura e floração espontâneos. Sua mobilidade no solo é relativamente baixa, reduzindo o perigo de contaminação pela lixiviação. É fortemente ligadas à matéria orgânica do solo e sua adsorção aumenta em pH baixo (LEONARD, 1986). Os valores para o coeficiente de

adsorção variam de 1,5 m em solos arenosos para 22,5 m em solos argilosos (SILVA & FAY, 2003). O paclobutrazol permanece ativo no solo por muitos anos podendo afetar severamente o crescimento e desenvolvimento dos cultivos subsequentes pela redução do vigor vegetativo (ATTYIA et al., 1983; HAMPTON, 1988).

Corpos de água superficiais nas proximidades de pomares são, portanto, susceptíveis à contaminação por este composto, com o risco de promover efeitos adversos em organismos que habitam esses compartimentos ambientais (SILVA & FAY, 2003). SHARMA & AWASTHI, 2005, verificaram a persistência dos resíduos de paclobutrazol no solo aplicado ao redor das plantas, anualmente durante três anos consecutivos. O nível de resíduos de paclobutrazol encontrados em amostras de solo, coletadas na profundidade de 0-15 cm, aumentou progressivamente indicando um efeito acumulativo no solo. Paclobutrazol se aplicado nas doses recomendadas não deve causar risco a saúde humana. Contudo, em áreas onde é aplicado regularmente, há risco de contaminação ambiental devido à persistência em solo por um longo tempo (SHARMA & AWASTHI, 2005).

<sup>1</sup>Química, Doutora em Química, Pesquisadora da Embrapa Meio Ambiente, Rod. SP 340, km 127,5 - Caixa Postal 69, Tanquinho Velho, 13.820-000 Jaguariúna, SP. veraf@cnpma.embrapa.br

<sup>2</sup>Química, Doutora em Química, Pesquisadora da Embrapa Meio Ambiente, Rodovia SP 340 - Km 127,5 - Caixa Postal 69, Tanquinho Velho, 13.820-000, Jaguariúna, SP. sonia@cnpma.embrapa.br

<sup>3</sup>Geólogo, Doutor em Solos e Nutrição de Plantas, Pesquisador da Embrapa Meio Ambiente, Rod. SP 340, km 127,5 - Caixa Postal 69, Tanquinho Velho, 13.820-000 Jaguariúna, SP. gomes@cnpma.embrapa.br

<sup>4</sup>Química, Doutora em Química, Analista da Embrapa Meio Ambiente, Rodovia SP 340 - Km 127,5 - Caixa Postal 69, Tanquinho Velho, Cep.13.820-000, Jaguariúna, SP. maria@cnpma.embrapa.br

<sup>5</sup>Engenheiro Agrônomo, Doutor em Agronomia, Pesquisador da Embrapa Semi-Árido, Rodovia BR-428, Km 152 - Caixa Postal 23, Zona Rural, Cep. 56302-970, Petrolina, PE. proberto@cpatsa.embrapa.br

Alguns métodos para a determinação de paclobutrazol em solo são adaptações do método descrito por Stanhly & Buchaman (1986). Estes métodos são trabalhosos e de alto custo. O método proposto é simples e rápido e foi adaptado no descrito por Ferracini et.al (2005) para solo. Na validação foram calculados os parâmetros de linearidade, limite de detecção (LOD), limite de quantificação (LOQ), exatidão e precisão.

## Parte Experimental

### Extração

Para vinte gramas de amostra de dois tipos de solo, Neossolo Quartzarênico (RQ) e Latossolo Vermelho textura média (LV<sub>q</sub>), previamente seca a temperatura ambiente e peneirada com uma malha de granulometria de 2mm, foram adicionados 70 mL de metanol. Após agitação por 60 min a 25°C e rotação de 160 rpm, as amostras foram deixadas em repouso por 30 min. A seguir o sobrenadante foi filtrado a vácuo utilizando filtro de fibra de vidro de 70 mm de diâmetro, GF/C (Whatman). O processo foi repetido mais duas vezes usando 35 mL de metanol, agitado por 30 min, centrifugado a 120 rpm sendo o filtrado totalmente evaporado num rotaevaporador, a 35°C ± 2°C e o resíduo transferido para um tubo de 10 mL lavando-se cuidadosamente as paredes do balão com 3 porções de 1 mL de metanol.

O extrato foi seco sob fluxo de nitrogênio e ressuspenso em 2 mL de fase móvel, filtrados em membrana Millipore de 0,45 mm sendo 20 mL analisados por cromatografia líquida de alta eficiência.

### Equipamento

Foi utilizado um cromatógrafo líquido da Agilent, modelo 1100 Series; constituído de uma bomba quaternária, autoamostrador, desgaseificador, e um detector espectrofotométrico de absorção no UV/Vis, de comprimento de onda variável.

### Análise cromatográfica:

As condições cromatográficas utilizadas foram coluna C-18 Synergi Fusion, 4 mmx 4,6 x 150 mm; eluição isocrática; fase móvel: metanol HPLC: água (60:40) v/v; vazão 1 mL min<sup>-1</sup>, e detecção no UV a 220 nm.

## Resultados e Discussão

O método foi validado para dois tipos de solo, Neossolo Quartzarênico (RQ) e Latossolo Vermelho textura média (LV<sub>q</sub>). A Fig. 1 mostra os cromatogramas referentes às amostras testemunha e fortificada para o solo RQ. A Fig. 2 mostra os cromatogramas referentes às amostras testemunha e fortificada para o solo LV<sub>q</sub>. Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) obtidos foram 0,01 mg kg<sup>-1</sup> e 0,02 mg kg<sup>-1</sup> para o paclobutrazol em ambos os tipos de solo, sendo que após a pré-concentração, corresponde a uma concentração final na solução de 0,20 mg L<sup>-1</sup>. Estes resultados indicam que o método é suficientemente sensível para detectar a presença do paclobutrazol em níveis baixos de concentração, em solo.

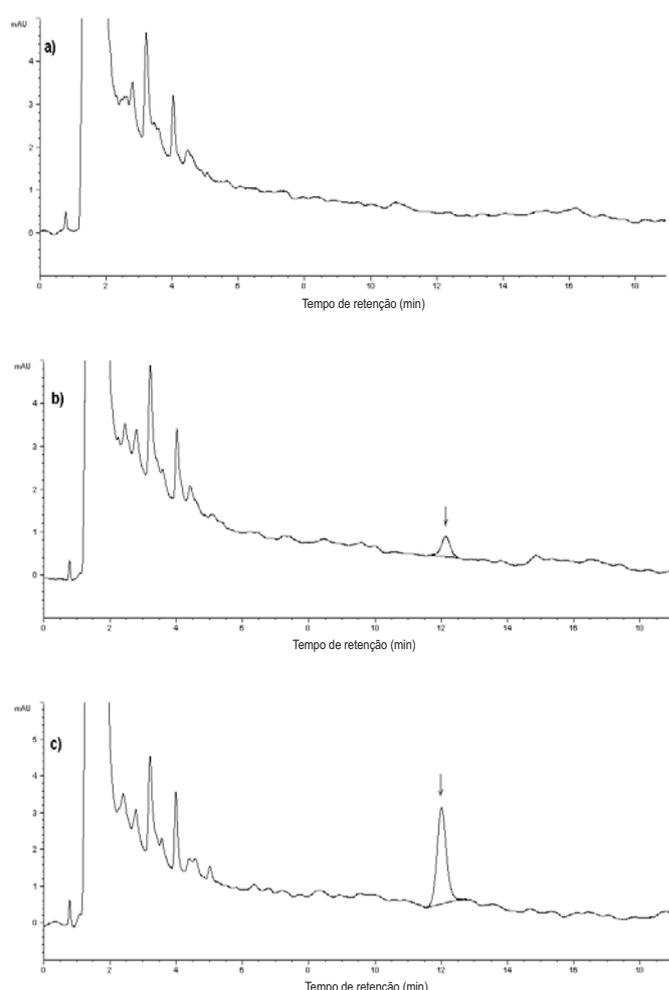


Fig. 1. Cromatogramas das amostras de Neossolo Quartzarênico (RQ);  $t_R = 12$  min. a) testemunha; b) fortificada em 0,02 mg kg<sup>-1</sup>, c) fortificada em 0,10 mg kg<sup>-1</sup>

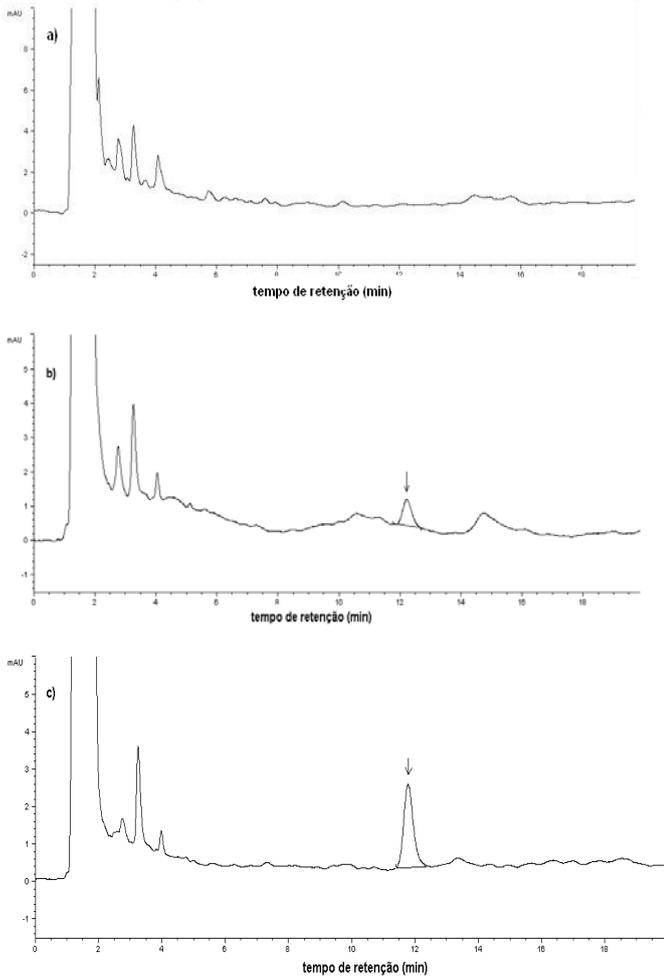


Fig. 2. Cromatogramas das amostras de Latossolo Vermelho (LV<sub>v</sub>); tR = 12 min. a) testemunha; b) fortificada em 0,02 mg kg<sup>-1</sup>, c) fortificada em 0,10 mg kg<sup>-1</sup>

A porcentagem de recuperação média das amostras fortificadas, em 2 níveis (1x LOQ, 5x LOQ), em triplicatas e em três dias diferentes foi de 81 a 101% e se encontram dentro da faixa de 70-120%, que é a considerada aceitável (GARP, 2002).

A precisão (repetitividade) foi calculada por meio de repetições realizadas no mesmo dia, nas mesmas condições cromatográficas e pelo mesmo analista. Os desvios padrão relativo para o paclobutrazol foi ≤ 15 em ambos os solos e estão em consonância com a literatura, onde valores < 15% são considerados aceitáveis (GARP, 2002).

O método foi aplicado em 33 amostras de solo coletadas em três fazendas, localizadas na região do Vale do São Francisco, com aplicações de paclobutrazol variando de 1 a 3 anos e, coletadas na profundidade de 0-20 cm. Na Fazenda 1 foram coletadas amostras de solo na parcela 1, cujas plantas tinham idade de 13 anos, e na parcela 8 plantas com idade de 05 anos. Nas duas parcelas as aplicações de

paclobutrazol foram realizadas nos anos de 2005 e 2006. Na Fazenda 2 as amostras foram coletadas na parcela 2 cujas plantas tinham idade de 4 anos e o produto aplicado em 2006. Nestas duas fazendas as amostras foram coletadas a uma distância de 20-25 cm do tronco. Já na Fazenda 3, parcela 1, plantas tinham 7 anos de idade com aplicações em 2004 e 2006 e, as coletas foram realizadas a 1,5 m do tronco.

Os resultados encontrados para 24 amostras coletadas nas Fazendas 1 e 2 com plantas variando de 4 a 13 anos de idade, com uma a duas aplicações anuais e coletadas a uma distância de 20-25 cm do tronco da mangueira variaram de < LOQ a 1,2 mg Kg<sup>-1</sup> (Tabela 1). No caso das 9 amostras analisadas da Fazenda 3 com plantas de 7 anos de idade, aplicações anuais em 2004 e 2006 e coletadas a 1,5 m do tronco da mangueira os valores variaram de < LOQ até 1,4 mg Kg<sup>-1</sup> (Tabela 1).

Tabela 1. Amostras de solo analisadas

AMOSTRAS	mg/kg(ppm)	AMOSTRAS	mg/kg(ppm)
Fazenda 1 - Parcela 1		Fazenda 1 - Parcela 8	
solo 4023	< LOQ	solo 4035	< LOQ
solo 4024	0,04	solo 4036	1,16
solo 4025	0,44	solo 4037	0,07
solo 4027	0,61	solo 4039	< LOQ
solo 4029	0,02	solo 4040	0,21
solo 4031	< LOQ	solo 4041	0,04
solo 4032	< LOQ	solo 4043	< LOQ
		solo 4044	0,07
		solo 4045	< LOQ
<b>MÉDIA</b>	<b>0,28</b>	<b>MÉDIA</b>	<b>0,31</b>
Fazenda 2 - Parcela 2		Fazenda 3 - Parcela 1	
solo 4059	< LOQ	solo 4047	1,43
solo 4060	0,03	solo 4048	< LOQ
solo 4061	< LOQ	solo 4049	< LOQ
solo 4063	< LOQ	solo 4051	0,10
solo 4064	< LOQ	solo 4052	0,03
solo 4067	0,46	solo 4053	< LOQ
solo 4068	0,63	solo 4055	< LOQ
solo 4069	0,41	solo 4056	< LOQ
		solo 4057	< LOQ
<b>MÉDIA</b>	<b>0,38</b>	<b>MÉDIA</b>	<b>0,52</b>

## Conclusão

O método proposto mostrou ser simples, eficiente e confiável para a determinação do resíduo do paclobutrazol em amostras de solo. O método quando comparado aos métodos da literatura apresentou-se eficiente sendo, portanto, uma alternativa viável para a determinação do paclobutrazol em amostras de solo. Os resultados obtidos nas amostras de solo estão de acordo com a literatura que relata que o paclobutrazol permanece ativo no solo por muitos anos e, que sua mobilidade no solo é relativamente baixa.

## Referências

- ATTIYA, H.J.; FIELD, R.J.; HILL, G.D. Effects of PP333 and TIBA growth regulators on development and yield components of spring sown field beans (*Vicia faba* L.) **Proceedings of the Agronomy Society of New Zealand**, v. 13, p. 81-87, 1983.
- FERRACINI, V. L., QUEIROZ, S. C. N.; GOMES, M. A. F.; SANTOS, G. L. Método para a determinação de Hexazinone e Tebutiuron em água. **Química Nova**, São Paulo, v. 28, p. 380-382, 2005.
- GARP. **Crítérios mínimos para a condução de estudos de resíduos**: manual GART. Rio de Janeiro: Associação Grupo de Analistas de Resíduos de Pesticidas, 2002. 117 p.
- HAMPTON, J.G. Effect of growth retardant soil residues on succeeding agricultural crops. **New Zealand Journal of Experimental Agriculture**, Wellington, v.16, p. 167-172, 1988.
- LEONARD, W.F. Cultar- a plant growth regulator for horticulture. **New Zealand Agricultural Science**, Wellington, v. 20, p. 195-202, 1986.
- SHARMA, D., AWASTHI, M. D. Uptake of soil applied paclobutrazol in mango (*Mangifera indica* L.) and its persistence in fruit and soil. **Chemosphere**, Oxford, v.60, p.164, 2005.
- SILVA, C.M.M. DE S; FAY, E.F. **Impacto ambiental do regulador de crescimento vegetal paclobutrazol.**, Jaguariúna, SP Embrapa Meio Ambiente, (Documento 30) p. 106, 2003.
- STAHLY, E. A., BUCHANAN, D.A. Extraction, purification and quantitation of paclobutrazol from fruit tree tissues. **HortScience**, Alexandria, v. 21, n. 3, pp. 534-535, 1986.

### Comunicado Técnico, 49

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:  
**Embrapa Meio Ambiente**  
 Endereço: Rodovia SP 340 km 127,5  
 Caixa Postal 69, Tanquinho Velho  
 13.820-000 Jaguariúna/SP  
 Fone: (19) 3311-2700  
 Fax: (19) 3311-2640  
 E-mail: sac@cnpmma.embrapa.br

1ª edição eletrônica  
 2008

Ministério da  
 Agricultura, Pecuária  
 e Abastecimento



### Comitê de Publicações

**Presidente:** *Ariovaldo Luchiani Jr.*  
**Secretário-Executivo:** *Luiz Antonio Silveira Melo.*  
**Secretário:** *Sandro Freitas Nunes.*  
**Bibliotecária:** *Maria Amélia de Toledo Leme.*  
**Membros:** *Heloisa Ferreira Filizola, Ladislau Araújo Skorupa, Adriana M. M. Pires, Emília Hamada e Cláudio M. Jonsson*

### Expediente

**Tratamento das ilustrações:** *Alexandre R. da Conceição*  
**Editoração eletrônica:** *Alexandre R. da Conceição*