

# DETERMINAÇÃO DE PACLOBUTRAZOL EM SOLO POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA

V. L. Ferracini<sup>1</sup>, S. C. N. Queiroz, M. A. Rosa e D. Pedrosa<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Pesquisadora da Embrapa Meio Ambiente, Caixa Postal 69 Jaguariúna, SP CEP 13.820-000. veraf@cnpma.embrapa.br

<sup>2</sup> Bolsista CNPq: Graduação em Ciências Biológicas, PUC, Campinas-SP

**RESUMO.** Este trabalho descreve um método para determinação de paclobutrazol em amostras de solo. A extração foi feita em metanol e as análises por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), usando coluna de fase-reversa, C-18, fase móvel metanol/água 60:40, v/v, detecção e quantificação a 220 nm. Os seguintes parâmetros de validação foram obtidos: limite de detecção do método de 0,010 mg kg<sup>-1</sup>, limite de quantificação do método de 0,020 mg kg<sup>-1</sup>, linearidade de 0,100–5,00 mg L<sup>-1</sup> ( $r^2 \geq 0,999$ ); recuperação de 70 a 99%, precisão intermediária (%RSD) < 13%, para paclobutrazol. O método mostrou ser simples, eficiente e confiável para a determinação de resíduos de paclobutrazol em amostras de solo.

## 1.- Introdução

Paclobutrazol ou [(2RS, 3RS) - (4 clorofenil)-4,4-dimetil- 2-(1H, 1,2,4-triazo-1-yl) pentan-3-ol] - Cultar® (Figura 1) 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 uma melhor manipulação do manejo da cultura. 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 pelo 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 espontânea. Sua mobilidade no solo é relativamente baixa (Heling Class 1-2), reduzindo o perigo de contaminação pela lixiviação. É fortemente ligadas à matéria orgânica do solo e sua adsorção aumenta em pH baixo (Leonard, 1986).

Estudos conduzidos por Attyia et al. (1983) e Hampton (1988) demonstraram que este regulador de crescimento permanece ativo no solo por muitos anos e pode afetar severamente o crescimento e desenvolvimento dos cultivos

subseqüentes pela redução do vigor vegetativo. Adriansen & Ogaard (1997), verificaram que, após uma hora da aplicação, os resíduos do paclobutrazol em solução nutriente eram 54 e 64% do valor inicial aplicado. Observaram que o conteúdo do produto aplicado na solução nutriente diminuía gradualmente sendo que, no florescimento 13 a 20% da quantidade aplicada ainda permanecia. Quantidades mínimas foram degradadas após uma semana e 23% após quatro semanas.

Até o momento não foi definido o limite máximo de resíduos para paclobutrazol (LMR) em manga, mas para maçã o LMR é de 0,5 ug.g<sup>-1</sup> (Codex Alimentarius, 1993). Considerando o mesmo LMR os autores concluíram que o tratamento em mangueiras, com este regulador de crescimento, nas dosagens específicas, não resulta em resíduos acima dos limites permissíveis para nenhum dos estágios do fruto, até mesmo após três anos consecutivos de tratamento. O presente trabalho descreve um método simples para a determinação de paclobutrazol em amostras de solo, baseado em extração com metanol seguida de análise por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE).

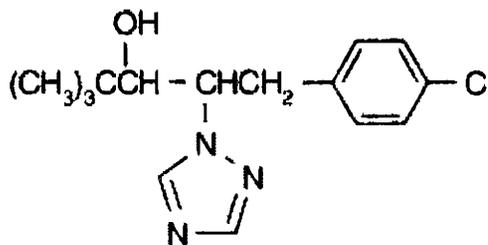


Fig. 1. Estrutura do paclobutrazol

## 2.- Materiais e Métodos

### 2.1 Reagentes e Solventes

O padrão utilizado foi paclobutrazol (98,0%), adquirido da Chem-service. Os solventes utilizados foram metanol PR, grau resíduo (99,9%) e metanol HPLC, grau cromatográfico, ambos da TEDIA. A solução estoque do padrão foi preparada em metanol PR na concentração de 1000 mg l<sup>-1</sup>. Posteriormente, foi preparada uma solução na concentração de 100 mg l<sup>-1</sup> e a partir desta, foram obtidas as soluções intermediárias por em fase móvel (metanol HPLC: água MilliQ 60:40, v/v). estas soluções foram utilizadas na

determinação da linearidade do detector e na obtenção das curvas analíticas. Foi utilizado um cromatógrafo líquido da Agilent, modelo 1100 Serie com detector de absorção UV/Vis, de comprimento de onda variável.

## 2.2 Método Analítico

Vinte gramas de amostra de solo (Neossolo Quartzarênico) previamente seca a temperatura ambiente e peneirada com uma malha de granulometria de 2mm, foram pesadas em um erlenmeyer de 250 ml com tampa. Em seguida foram adicionados 70 mL de metanol PR em cada amostra, deixada sob agitação por 60 min, utilizando uma incubadora refrigerada com agitador orbital com temperatura controlada a 25°C e rotação de 160 rpm. Após repouso por 30 min. o sobrenadante foi filtrado a vácuo com fibra de vidro de 70 mm de diâmetro, GF/C da Whatman. O filtrado foi transferido para um balão de 250

mL e o solvente foi totalmente evaporado num rotaevaporador, a 35°C ± 2°C e 120 rpm. O resíduo foi finalmente ressuspensionado com 2 ml de fase móvel, as amostras foram filtradas em filtro Millipore de 0,45 µm e injetadas no cromatógrafo líquido de alta eficiência. As condições cromatográficas foram: coluna C-18 Synergi Fusion, 4 µm, 4,6 x 150 mm; eluição isocrática; fase móvel: metanol HPLC: água (60:40) v/v; vazão 1 mL min<sup>-1</sup>, volume de injeção 20 µL; detecção no UV a 220 nm.

## 3.- Resultados e Discussão

A Figura 2 mostra os cromatogramas referentes às amostras testemunha e fortificada.

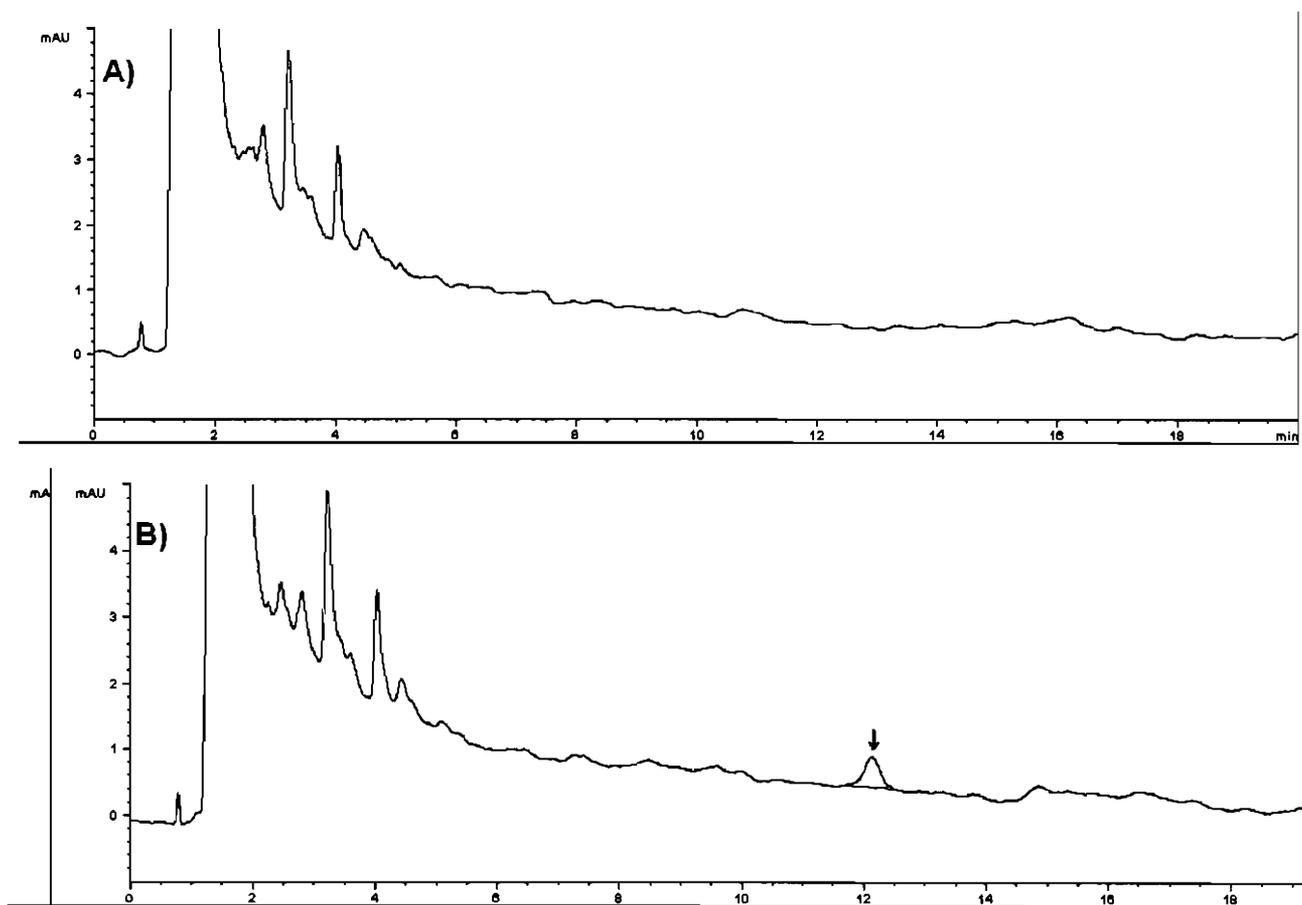


Fig. 2. Cromatogramas das Amostras: A) Testemunha e B) Fortificada em 0,020 Mg Kg<sup>-1</sup>

A curva analítica do paclobutrazol mostrou ser linear na faixa de 0,100 – 5,00 mg L<sup>-1</sup> pois apresentou valores de coeficiente de determinação,  $r^2 \geq 0,999$ . Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram calculados utilizando a razão sinal/ruído de 3 e 10 vezes, respectivamente. Os valores do método de LOD obtidos foram 0,010 mg Kg<sup>-1</sup> e de LOQ foram 0,020 mg Kg<sup>-1</sup> para o

paclobutrazol, sendo que após a pré-concentração, corresponde a uma concentração final na solução de 0,200 mg L<sup>-1</sup>. Estes resultados indicam que o método é suficientemente sensível para detectar a presença do pesticida em níveis baixos de concentração. A exatidão do método foi determinada por meio da obtenção da % de recuperação média das amostras fortificadas, em 2 níveis

(1x LOQ, 5x LOQ), em triplicatas. O valor obtido foi de 70 a 99%, para o paclobutrazol e se encontram dentro da faixa de 70-120%, que é a considerada aceitável (GARP, 2002). Os desvios padrão relativo para o paclobutrazol foi  $\leq 13$ . Estes valores indicam que o método está em consonância com a literatura, onde valores  $< 15\%$  são considerados aceitáveis (GARP, 2002).

O método proposto mostrou, por meio dos parâmetros de validação, ser simples, eficiente e confiável para a determinação do resíduo do pesticida paclobutrazol em amostras de solo.

#### 4.- Referências Bibliográficas

- Adriansen, E.; OGAARD, P. Residues of paclobutrazol and uniconazole in nutrient solutions from ebb and flood irrigation of pot plants. *Scientia Horticulturae*, v. 69, n.1-2, p. 73-83, 1997.
- 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*: 13, p. 81-87, 1983.
- Codex Alimentarius- Pesticide residues in food, 1993. Joint FAO/WHO food standards programme, second ed. F.A.O., Rome, p. 144.
- GARP: Critérios Mínimos para a Condução de Estudos de Resíduos. Manual. Garp: Associação Grupo de Analistas de Resíduos de Pesticidas, 2002, 117p.
- Hampton, J.G. Effect of growth retardant soil residues on succeeding agricultural crops. *New Zealand Journal of Experimental Agriculture*, v. 16, p. 167-172, 1988.
- Leonard, W. F. Cultar- a plant growth regulator for horticulture. *New Zealand Agricultural Science*, v. 20, p. 195-202, 1986.
- LEVER, B. G. Cultar-a technical overview. *Acta Horticulturae*, v. 179, p. 459-466, 1986.