

Metodologia de extração do pesticida fipronil e seus metabólitos em solo sob plantação de cana de açúcar

Rafaella Tomazini¹ (IC), Antonio A. Mozeto*¹ (PQ), Flávia T. Saia² (PQ), Pedro S. Fadini¹ (PQ), Guilherme M. Grosseli¹ (PG).

¹ Laboratório de Biogeoquímica Ambiental (LBGqA), Núcleo de Estudos, Diagnósticos e Intervenções Ambientais (NEDIA), Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos. ² Departamento de Ciências do Mar Universidade Federal de São Paulo.

Palavras Chave: Biotransformação, GC-ECD, Box-Behnken.

Introdução

O controle de pragas e doenças que comprometam a produtividade de cana de açúcar é crucial no manejo desta cultura. Neste cenário, destaca-se o uso do defensivo agrícola fipronil, devido a sua excelência e eficácia no controle de diferentes tipos de insetos, inclusive os mais resistentes. Suas principais características são elevada persistência e toxicidade a diferentes formas de vida, contudo, alguns microrganismos são capazes de transformar o fipronil sob condições aeróbias e anaeróbias. Estes compostos causam um impacto direto na comunidade microbiana do solo, comprometendo sua qualidade em diferentes usos, e ainda podem atingir corpos de água receptores por carreamento. Assim, fez-se necessário um detalhado estudo prévio das metodologias de extração destes compostos em solo, para posterior avaliação da interferência do defensivo agrícola fipronil e seus respectivos metabólitos em solos agricultáveis de cana de açúcar, em ambiente aeróbio e anaeróbio.

Resultados e Discussão

O método de extração em solo empregado consiste basicamente de uma etapa de extração por solvente em ultrassom e posterior *clean up*¹. Para otimização da extração do pesticida fipronil e seus metabólitos (fipronil dissulfenil, fipronil sulfeto e fipronil sulfona) em solo, utilizou-se o planejamento experimental do tipo *Box-Behnken*, no qual foram avaliadas as variáveis: tempos de ultrassom, composição do solvente e número de ciclos em ultrassom (Tabela 1).

Tabela 1. Variáveis e níveis do planejamento experimental.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	1
Nº de ciclos	1	2	3
Proporção do solvente	Hexano	Hex/Acet (1:1)	Acetona
Tempo de ultrassom (min)	10	15	20

O *clean up* destes compostos foi feito por extração em fase sólida (EFS), com cartuchos contendo sílica e alumina. Todas as determinações foram feitas utilizando-se cromatografia gasosa acoplada a um detector de captura de elétrons (GC-ECD). Foram realizados no total 15 experimentos, com condições de contorno delineadas pelo planejamento experimental (escolha dos níveis de cada variável). Os resultados foram tratados matematicamente e apresentados na forma de gráficos de superfícies (Figura 1), onde se pode avaliar quais as melhores condições de extração, para os quatro analitos simultaneamente. Ainda, gerou-se uma equação do modelo de regressão.

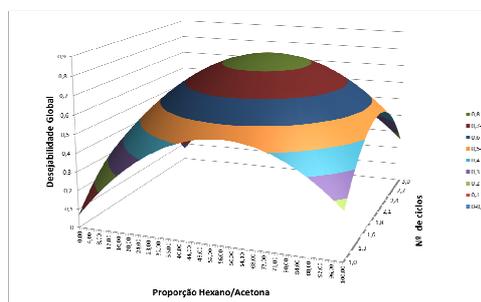


Figura 1. Gráfico de superfície (Proporção do solvente versus Número de ciclos).

Conclusões

Através do uso de ferramentas quimiométricas foi possível a otimização da metodologia de extração do fipronil e seus metabólitos em solo. O uso de solvente hexano/acetona na proporção 1:1, com 2 ciclos de ultrassom de 15 minutos cada foi determinada como a condição experimental de extração mais eficaz para os propósitos do trabalho.

Agradecimentos

À FAPESP, pelo apoio financeiro (processo nº 2012/51496-3).

¹ Peret, A. M.; Oliveira, L. F.; Bianchini, I. J.; Selegim, M. H.; Peret, A. C.; Mozeto, A.A. *Chemosphere*. **2010**, 78, 1225-9.