

Resíduos de endosulfan em solo (Latossolo Roxo) cultivado com soja [*Glycine max* (L.) Merrill] ¹

Residues of endosulfan in soil (Latossolo Roxo) cultivated
with soybean [*Glycine max* (L.) Merrill]

Célia M. D. CORRÊA ²
Jorge J. do V. OLIVEIRA ^{3*}
Valdemar L. TORNISIELO ⁴

RIALA6/941

Corrêa, C. M. D.; Oliveira, J. J. do V.; Tornisielo, V. L. - Resíduos de endosulfan em solo (Latossolo Roxo) cultivado com soja [*Glycine max* (L.) Merrill] ¹. **Rev. Inst. Adolfo Lutz**, 62(2): 69 - 75, 2003.

RESUMO. O emprego dos agrotóxicos na agricultura reduz a perda de alimentos ao combater as pragas, porém os seus resíduos podem contaminar o meio ambiente, principalmente o solo. Este trabalho teve como objetivo avaliar os níveis de resíduos do inseticida endosulfan e seu principal metabólito, sulfato de endosulfan, em solo cultivado com a soja. O experimento com a soja foi conduzido em uma área de 900m², dividida em três parcelas iguais, destinadas ao controle (sem aplicação do inseticida), ao sistema de manejo integrado de pragas (MIP) e ao sistema convencional, com aplicações de endosulfan nas doses de 437g i.a./ha e 1312g i.a./ha, respectivamente. O endosulfan foi quantificado por cromatografia gasosa com detector de captura de elétrons (⁶³Ni), sete dias e um ano após cada pulverização. Não foi detectado nenhum resíduo do inseticida endosulfan no solo (10-20cm), onde foi cultivada a soja no sistema MIP, dentro do limite de quantificação do método [α -endosulfan (0,005mg/g), β -endosulfan (0,005mg/g) e sulfato de endosulfan (0,1mg/g)]. O resíduo de endosulfan total no solo foi de 0,06mg/g para o MIP na profundidade de 0-10cm e para o sistema convencional os níveis foram 0,14 μ g/g (0-10cm) e 0,03 μ g/g (10-20cm). Após um ano da aplicação de endosulfan, nenhum resíduo foi detectado em solo (0-20cm) nos dois sistemas. Ambos os sistemas de cultivo da soja foram eficazes no controle de pragas, todavia o MIP foi sugerido por resultar em menor nível de contaminação de endosulfan no solo.

PALAVRAS-CHAVE. solo, soja, sistemas convencional e MIP, endosulfan.

¹ Trabalho apresentado na 23ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química (SBQ) 23 a 26 de maio de 2000, Poços de Caldas/MG.

² Engenheira Agrônoma, M.Sc., Departamento de Ecotoxicologia – BIOAGRI Laboratórios Ltda. - Piracicaba/SP. (e-mail: cdcorrea@bioagri.com.br).

³ Químico, Pesquisador Científico, Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), Centro de Química de Alimentos e Nutrição Aplicada. Campinas, SP (e-mail: jorgejvo@ital.org.br).

⁴ Seção de Ecologia, Centro de Energia Nuclear na Agricultura – CENA/USP. – Piracicaba/ SP. (e-mail: vitornis@cena.usp.br)

INTRODUÇÃO

A soja é considerada um dos alimentos do futuro, porque é a melhor fonte de proteína de baixo custo e de alto valor nutricional que se conhece para a alimentação humana, além de ser uma cultura que apresenta alta produtividade e facilidade de adaptação em quase todas as regiões do mundo⁴.

O Brasil é responsável por cerca de 20% da produção mundial de soja e é o segundo maior produtor de oleaginosas. Atualmente, verifica-se uma forte expansão na área cultivada com soja com investimentos em tecnologia pelo sojicultor, visando o aumento da produtividade. Este investimento tem contribuído sensivelmente para o aumento da demanda de insumos. Estima-se que a produção de soja deverá crescer 39% até o ano 2005¹.

Um dos obstáculos à produção de soja é a ocorrência de pragas que podem inviabilizar a produtividade, acarretando prejuízos econômicos para o sojicultor. Dentre as pragas que atacam a soja, as mais preocupantes são as lagartas, cuja infestação se dá principalmente na fase vegetativa, e os percevejos que atacam do início da fase de floração até o final do desenvolvimento das sementes. A administração de pesticidas é uma das providências eficazes no combate a estas pragas.

Entre os vários pesticidas, o endossulfan, de nomenclatura IUPAC 6,7,8,9,10, 10 - hexacloro-1,5, 5a, 6, 9, 9a- hexahidro- 6, 9, metano-2,4,3-benzo dioxatiépín-3-óxido é um inseticida largamente empregado na cultura de soja, devido à sua ação eficaz no combate às pragas, não havendo produto substituto de igual eficiência⁷. Foi introduzido no mercado em 1957 com o nome comercial Thiodan e possui registro para a aplicação em soja por meio da Portaria nº 95/85 do Ministério da Agricultura, tendo como Limite Máximo de Resíduos (LMRs) de Pesticida de 1,0 mg/kg para esta cultura^{2, 8, 23}. O ingrediente ativo consiste na mistura de dois estereoisômeros, sendo 70% α -endossulfan e 30% de β -endossulfan¹². O sulfato de endossulfan é o principal produto de degradação química, resultado da oxidação dos isômeros, segundo Goebel et al⁸.

Embora no estágio atual de desenvolvimento da ciência e da tecnologia os pesticidas sejam essenciais para viabilizar a produção de alimentos em grande escala, se não forem administrados segundo as boas práticas agrícolas, os mesmos podem contaminar os alimentos e o meio ambiente, principalmente o solo. Uma vez presentes no solo, os pesticidas são susceptíveis de lixiviar através deste e atingir o lençol freático^{5, 19, 20, 24}.

O comportamento dos pesticidas no solo é de extrema complexidade por implicar em numerosas interações entre as fases sólida, líquida e gasosa. Entre outros, o processo de adsorção/dessorção dos pesticidas pelos colóides orgânicos e inorgânicos do solo é de natureza físico-química e controla a concentração do produto na solução do solo ou na planta, determinando a sua atividade biológica, mobilidade e

volatilidade. Associado a esta questão, a baixa solubilidade do endossulfan e dos seus metabólitos em água contribui para sua alta adsorção às partículas orgânicas no solo e para sua baixa mobilidade, podendo acarretar em uma persistência indesejável ao ambiente¹³.

Em função destes aspectos, o objetivo deste trabalho foi avaliar os níveis de resíduos de α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan no solo cultivado com soja que recebeu aplicação deste inseticida através dos sistemas de manejo integrado de pragas (MIP) e convencional.

MATERIAL E MÉTODOS

Soja

A variedade da soja [*Glycine max* (L.) Merrill] utilizada foi a IAC 8-2 cultivada em campo experimental do Departamento de Genética na Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - ESALQ/USP em Piracicaba, São Paulo. O plantio da soja foi realizado em março de 1997 e a colheita efetuada em julho de 1997 e julho de 1998.

Solo

O experimento foi implantado em solo latossolo roxo (LR), devidamente preparado com o uso de uma grade aradora. A área total de 900m², isenta de qualquer aplicação anterior de endossulfan, foi dividida em três parcelas iguais de 300m², sendo uma parcela controle e as outras duas reservadas para os tratamentos nos sistemas MIP e convencional. Cada parcela continha uma população de 40 plantas/m², sendo 50cm entre linhas e 5cm entre plantas. Entre as parcelas foi deixada uma bordadura de 2,5m. Foram adotados para todas as parcelas os mesmos tratos culturais como preparo do solo e controle de plantas daninhas.

Análise físico-química do solo

Foram utilizadas as metodologias apresentadas por Raji et al., 2001²¹, nas análises físico-químicas do solo.

Controle de infestação de pragas nos sistemas MIP e convencional

O controle de pragas na cultura de soja no sistema MIP consistiu de uma pulverização com endossulfan (100 dias após a semeadura) e de inspeções semanais à lavoura, com auxílio do pano de batida, batendo-se duas linhas de soja em direção ao pano branco com 0,5m de largura e 1,0m de comprimento, colocado na entrelinha junto ao solo. A soja cultivada no sistema convencional recebeu somente três pulverizações com o inseticida endossulfan. As três pulverizações foram realizadas 60, 100 e 112 dias após a semeadura.

Aplicação do inseticida endossulfan

Foi utilizado o produto comercial Thiodan 35 CE (1,25L/ha), aplicado com pulverizador de barras, marca Jacto PJ 500 com 19 bicos F 110/1.2/3 110°-SF-03, acoplado ao trator, nas doses recomendadas pela EMBRAPA⁶ de 437g de i.a./ha e 1312g de i.a./ha, para os sistemas MIP e convencional, respectivamente. A soja testemunha não recebeu nenhum tratamento.

Amostragem do solo

O solo foi coletado com trado nas três parcelas nas profundidades de 0-10cm e 10-20cm, antes de qualquer tratamento, 7 dias e um ano após a soja ter sido pulverizada com endossulfan. Foram coletadas em média 15 subamostras de cada profundidade e de cada parcela. Estas subamostras foram homogeneizadas para formar a amostra composta.

Após secagem à temperatura ambiente por um período de 3 dias, o solo foi destorrado, peneirado em malha de 2mm e acondicionado em frascos de vidro de 500mL, fechados e armazenados em freezer à temperatura de -18°C até a realização das análises.

Padrões de α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan.

Os padrões de α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan, todos com índice de pureza de 99%, foram fornecidos pela Hoechst Schering Agrevo, Frankfurt. Prepararam-se soluções de 100 μ g/mL dos três padrões dissolvidos em hexano para resíduos. Após diluições com este solvente, obtiveram-se concentrações de 1,0 μ g/mL, 0,5 μ g/mL, 0,1 μ g/mL, 0,05 μ g/mL e 0,001 μ g/mL.

Método de extração de endossulfan no solo

Utilizou-se o método de Luke et al.¹⁵ para extração de α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan no solo, segundo as etapas descritas a seguir.

Pesaram-se 5g de solo em erlenmeyer, adicionaram-se 150ml de acetona para resíduo e agitou-se durante 60 minutos. O extrato foi filtrado, utilizando-se funil Büchner com papel de filtro Whatman n° 5 (previamente tratado com acetona) e recolhido em kitasato acoplado à bomba de vácuo. Transferiu-se o filtrado para balão volumétrico e completou-se o volume a 200mL com acetona para resíduo. Uma alíquota de 20mL foi transferida para um funil de separação de 500mL, acrescentaram-se 40mL de solução aquosa saturada com NaCl e adicionaram-se 100mL da mistura de hexano:diclorometano (50:50). O funil foi agitado durante 5 minutos e deixou-se em repouso até separação das fases orgânica e aquosa. Reservou-se a fase orgânica. Na fase aquosa adicionaram-se 40mL de diclorometano e, em seguida, a mistura foi agitada durante 1 minuto. Após separação, a fase aquosa foi descartada e esta fase orgânica foi misturada com a primeira fase orgânica reservada. A fase orgânica foi filtrada em funil com sulfato de sódio previamente desidratado e o filtrado foi evaporado até quase à secura em rotavapor à temperatura de 40°C e secado totalmente com nitrogênio. O extrato foi retomado em hexano para análise de resíduos,

transferido com pipeta de Pasteur para um tubo concentrador e evaporado com nitrogênio até o volume que apresentasse concentração dentro da faixa de linearidade do detector.

Quantificação de endossulfan no solo

Para quantificação de endossulfan no solo foi utilizado o cromatógrafo gasoso Varian 3.700 com coluna 5% SE-30 (100-120 Supelcoport) com 1,5m de comprimento, 2mm de diâmetro interno e 6mm de diâmetro externo, equipado com detector de captura de elétrons (DCE). As condições cromatográficas foram previamente otimizadas nas seguintes condições: injetor a 240°C, detector a 320°C e coluna com temperatura programada de 150°C durante 5 minutos, gradiente de temperatura de 10°C/min até 240°C (5 minutos) e nitrogênio como gás de arraste na pressão de 35psi (6,8 atm). Atenuação de 8.10.

Nestas condições, as curvas de calibrações apresentaram linearidade entre 0,005 a 0,020ng para α -endossulfan e β -endossulfan e entre 0,05 a 0,20ng para sulfato de endossulfan, com coeficientes de linearidade de 0,9974, 0,9951 e 0,9946, respectivamente. O endossulfan foi quantificado pelo método do padrão externo.

Confirmação de endossulfan no solo

Para confirmação do α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan em solo foi utilizado o cromatógrafo gasoso Varian 3.400, equipado com DCE (⁶³Ni) e coluna megabore DB-5 com comprimento de 30m, diâmetro interno de 0,53 μ m e fase estacionária com filme de 0,85 μ m. As condições cromatográficas foram de 300°C para o detector, 250°C para o injetor e coluna com temperatura programada de 180°C durante 1 minuto, gradiente de 6°C/min. até 250°C, permanecendo nesta temperatura por 5 minutos. Gás de arraste nitrogênio com pressão de 18psi. Atenuação de 8.10.

Validação da metodologia

Para validação da metodologia, 5g de amostras de solo testemunha foram fortificadas com 1ml de soluções de 0,5 μ g/mL, 0,05 μ g/mL e 0,025 μ g/mL de α -endossulfan e β -endossulfan; e 1mL de 5,0 μ g/mL e 0,5 μ g/mL para sulfato de endossulfan. Após fortificação, o endossulfan foi extraído conforme descrito anteriormente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises físico-químicas do solo encontram-se na Tabela 1. Devido aos resultados dessas análises físico-químicas do solo, não houve a necessidade de correção do pH e de adubação com nitrogênio, fósforo e potássio (NPK).

Tabela 1. Resultados das análises físico-químicas* do solo latossolo roxo.

Solo (cm)	pH	M.O. g.dm ⁻³	P mg.dm ⁻³	K mg.dm ⁻³	Ca mg.dm ⁻³	Mg Mmole.dm ⁻³	H+Al mmole.dm ⁻³	S.B. mmole.dm ⁻³	V (%)
0-10	5,3	19	117	6,1	59	17	28	82,1	75
10-20	5,0	19	103	6,1	60	19	31	85,1	73

* Raij et al., 2001²¹

Nas análises de resíduos foi utilizado o método de Luke et al.¹⁵ dispensando-se a limpeza dos extratos por cromatografia de coluna, porque nos perfis cromatográficos das amostras de solo testemunha não foram detectados picos

interferentes nos tempos de retenção do α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan. Os resultados das recuperações após fortificação em amostras de solo testemunha encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2. Fortificações e resultados das recuperações de resíduos de endossulfan em amostras de solo testemunha.

Inseticida	Massa da Amostra (g)	Nível de Fortificação (μg)	Recuperação* (%)	Desvio padrão (\pm)	Coefficiente de Variação (%)
α -endossulfan	5	0,1	90,7	4,4	4,8
		0,01	72,9	2,7	3,7
		0,005	71,8	1,8	2,5
β -endossulfan	5	0,1	92,1	2,8	3,0
		0,01	80,0	6,6	8,2
		0,005	81,2	2,1	2,5
Sulfato de endossulfan	5	0,1	88,7	4,9	5,5
		1,0	74,6	2,3	3,0

* Média de cinco repetições.

Limite de quantificação do método: α -endossulfan (0,005 $\mu\text{g/g}$); β -endossulfan (0,005 $\mu\text{g/g}$) e sulfato de endossulfan (0,1 $\mu\text{g/g}$).

Os resultados das avaliações dos níveis residuais de endossulfan no solo provenientes de plantio de soja nos sistemas MIP e convencional estão ilustrados na Figura 1. Os níveis de endossulfan total correspondem à soma dos níveis dos dois isômeros e do produto de degradação. O resíduo de endossulfan total no solo, sete dias após aplicação deste inseticida, foi de 0,06 $\mu\text{g/g}$ para o MIP na profundidade de 0-10cm e para o sistema convencional os níveis foram 0,14 $\mu\text{g/g}$ (0-10cm) e 0,03 $\mu\text{g/g}$ (10-20cm).

Verifica-se pela Figura 1 que os níveis de endossulfan total, dos seus isômeros e do metabólito foram maiores no solo em que a soja foi cultivada no sistema convencional do que no sistema MIP.

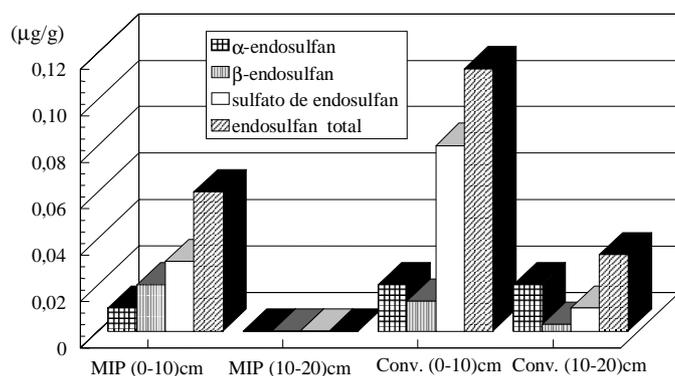


Figura 1. Resultados das concentrações ($\mu\text{g/g}$) de resíduos dos estereoisômeros α -endossulfan e β -endossulfan e do metabólito sulfato de endossulfan nas profundidades de 0 a 10cm e de 10 a 20cm em solo cultivado com soja nos sistemas MIP e convencional (Conv.).

Não foram detectados resíduos de α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan na profundidade de 10-20cm em solo cultivado com soja no sistema MIP, dentro do limite de quantificação do método. Como o nível de endossulfan total na profundidade de 0-10cm foi baixo neste sistema de cultivo da soja, se ocorreu lixiviação para a profundidade de 10-20cm, os níveis dos isômeros e do metabólito foram insignificantes, não sendo possível detectar por meio da metodologia utilizada. Este resultado vem ao encontro da pesquisa realizada por Tornisielo et al.²⁴, ao estudarem a quantidade de ^{14}C -endossulfan lixiviado em solo latossolo roxo. Segundo estes pesquisadores, a quantidade de endossulfan lixiviado é muito pouca e decresce à medida que aumenta a profundidade do solo. Este comportamento também foi constatado por Inomata et al.¹¹ ao analisarem endossulfan em solo arenoso nas profundidades de 0 a 30cm, 30 a 60cm e 60 a 90cm.

Observa-se que os estereoisômeros α e β -endossulfan e o metabólito sulfato de endossulfan foram maiores na profundidade de 0 a 10cm no solo cultivado com soja, nos tratamentos MIP e convencional, do que na profundidade de 10 a 20cm. Este fato pode ser devido à adsorção do endossulfan nas partículas de solo da camada superficial explicada pelas características lipofílicas deste inseticida. Greve¹⁰ verificou uma isoterma de adsorção do tipo "L" que demonstra alta afinidade entre o inseticida endossulfan e as partículas adsorventes do solo na fase inicial de adsorção. Acrescenta-se, também, que a baixa solubilidade do endossulfan e de seus metabólitos em água contribui para que este inseticida tenha alta adsorção às partículas orgânicas do solo^{12, 13}.

Embora o ingrediente ativo endossulfan consista da mistura dos estereoisômeros α -endossulfan e β -endossulfan na relação de 70% e 30%, respectivamente, no presente estudo

verificou-se que o β -endossulfan foi encontrado em maior proporção no perfil de 0 a 10cm em ambos os tratamentos. Este resultado pode ser justificado pelo fato do β -endossulfan ser uma molécula mais estável. Segundo Lehr¹⁴ o α -endossulfan é mais susceptível de sofrer degradação, enquanto o β -endossulfan se apresenta como uma molécula mais estável. Este comportamento foi verificado por Byers et al.³ ao relatar a degradação mais rápida do isômero α em relação ao β -endossulfan.

Segundo os resultados ilustrados na Figura 1, o sulfato de endossulfan apresentou maior concentração na profundidade de 0 a 10cm do que os isômeros α e β -endossulfan no solo cultivado com soja em ambos os sistemas MIP e convencional. O sulfato de endossulfan é o maior produto de degradação no solo, se acumula a taxas compatíveis de degradação de α e β -endossulfan, segundo Milles e Harris¹⁷. No presente estudo os níveis de resíduos de α -endossulfan, β -endossulfan e sulfato de endossulfan na profundidade de 0 a 10cm, no solo cultivado com soja no sistema MIP, apresentaram proporcionalidade de 15%, 33% e 52%, evidenciando coerência com a relação de 7%, 30% e 63%, respectivamente, obtida por Miles e Moy¹⁸ em pesquisas realizadas em solo. Porém, verifica-se que na profundidade de 0-10cm no solo cultivado com soja no sistema convencional, os níveis de α -endossulfan foram maiores do que de β -endossulfan. Este comportamento pode ser atribuído a possível conversão de β -endossulfan a α -endossulfan proposta por Miles e Moy¹⁸.

A maior concentração de sulfato de endossulfan também pode ser devido à degradação microbiana de α -endossulfan e β -endossulfan favorecido pelo pH do solo de 5,3 e 5,0 nas

profundidades de 0 a 10cm e de 10 a 20cm, respectivamente. Segundo Martens¹⁶, que estudou extensivamente a degradação oxidativa do endossulfan, nesta faixa de pH os fungos degradam preferencialmente os estereoisômeros do endossulfan para o sulfato de endossulfan.

No presente estudo, os maiores níveis de β -endossulfan encontrado no solo em relação ao α -endossulfan, na profundidade de 0 a 10cm no sistema MIP, é um resultado favorável considerando-se que a toxicidade daquele isômero é 3,1 vezes menor do que a deste inseticida e do sulfato de endossulfan⁹.

As amostras de solo coletadas nas duas profundidades, um ano após pulverização do inseticida, não apresentaram nenhum resíduo dos isômeros de endossulfan e de seu metabólito. Este resultado está coerente com os estudos realizados por Rao e Murty²² e Gorbach e Merz⁹. Segundo Rao e Murty²² o endossulfan possui uma persistência relativamente curta de 100-120 dias e não tem apresentado problemas de resíduos em solos.

Verificou-se, no presente estudo, que a soja cultivada nos sistemas MIP e convencional apresentou um crescimento sadio durante todas as etapas de desenvolvimento. As aplicações de inseticidas nos dois sistemas foram eficientes no controle de pragas.

CONCLUSÃO

Ambos os sistemas foram eficazes no controle de pragas, todavia como o MIP apresentou menor contaminação de endossulfan no solo, conclui-se que este deve ser o sistema adotado para o cultivo da soja.

Corrêa, C. M. D.; Oliveira, J. J. do V.; Tornisielo, V. L. - Residues of Endosulfan in soil (Latossolo Roxo) cultivated with soybean [*Glycine max* (L.) Merrill]. **Rev. Inst. Adolfo Lutz**, 62(2): 69 - 75,2003.

ABSTRACT. The use of pesticide in agriculture avoid the loss of foods but their residues may contaminated the environmental mainly the soil. This study proposed to evaluate the possible soil contamination by endosulfan and its principal metabolite, endosulfan sulphate. The experiment was carried out with soybean in area of 900m² separated in three equal parts: control (without inseticide application), pests integrated management (PIM) and conventional systems, sprayed with 437g i.a./ha e 1312g i.a./ha, respectively. The endosulfan was quantified by gas chromatography with electron capture detector (Ni⁶³) seven days and one year after each spray. The endosulfan residues were not detected in the soil (10-20cm) cultivated with soybean in MIP system (10-20cm), within the limit of method quantification [α -endosulfan (0.005 μ g/g), β -endosulfan (0.005 μ g/g) e sulfato de endosulfan (0.1 μ g/g)]. The total endosulfan residue was 0.06 μ g/g to PIM in depth (0-10cm) and to conventional 0.14 μ g/g in (0-10cm) and 0.03 μ g/g in (10-20cm). After one year, none residue was detected in soil (0-20cm) for two systems. Both treatments were efficient to pests control, however PIM was suggested to use, because it result in low contamination level of soil by endosulfan.

KEY WORDS. soil, soybean, conventional and PIM systems, endosulfan

REFERÊNCIAS

1. Associação Brasileira das Indústrias de Óleos Vegetais – ABIOVE. <http://www.abiove.com.br> 1998.
2. Brasil. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Portaria nº 95/85 de 21 de Novembro de 1985. **Diário Oficial da União**, 22 de Novembro de 1985.
3. Byers, R. A., Woodham, D. W., Bowman, M. C. G. Residue on coastal Bermuda grass, trash and soil with endosulfan. *Journal of the Economic Entomology*, 58: 160-161, 1965. Apud. **World Health Organization**. Endosulfan. Geneva: WHO, 1984. 60p. (Environmental Health Criteria, 40).
4. Costa, S. L. A soja na produção de alimentos. In: **Seminário Nacional de Pesquisa de Soja**, Londrina, 1978. Anais. Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuária, 1979. v.2, p.235-243.
5. Dores, E. F. G. C., De-Lamonica-Freire, E. M. Contaminação do ambiente aquático por pesticidas: vias de contaminação e dinâmica dos pesticidas no ambiente aquático. **Pesticidas Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente**, 9: p. 1-18, 1999.
6. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Recomendações técnicas para a cultura da soja na região Central do Brasil** 1996/97. Londrina, 1996. 164 p.
7. Gelmini, G. A., Novo, J. P. S., Zamoriolli, D. P. **Coletânea de portarias e informações gerais sobre defensivos agrícolas e receituário agrônomo**. 3ª ed., Campinas: CATI, 1986. p. 159-161.
8. Goebel, H., Gorbach, S., Knauf, W., Rimpau, R.H., Hüttenbach, H. **Properties, effects, residues, and analytics of the inseticide endosulfan**. New York, Springer-Verlag, 1982. 174p. (Residues Reviews, 83).
9. Gorbach, S., Merz, H. D. **Residue analysis of endosulfan in the soil of soybean field in Rio Grande do Sul**. 1983, 8p. (não publicado).
10. Greve, P.A. Rapid identification method for endosulfan from GLC peak shifts under the influence of alkali. **J. Agric. Food Chem.**, 19: 372, 1971.
11. Inomata, O. N. K.; Lemes, V. R. R.; Barreto, H. H. Avaliação dos teores de endosulfan em diferentes profundidades do solo. **Rev. Inst. Adolfo Lutz**, 56(2): 53-56, 1996.
12. Lehr, W. **Statement concerning soil metabolism and mobility of endosulfan** (Hoe 002671). Frankfurt, Hoechst, 1992a. 8p. (Report, PSR-WLO2/92).
13. Lehr, W. **Statement concerning the hydrolysis and biodegradation of endosulfan in water**. Frankfurt, Hoechst, 1992b. 8p. (Report, PSR-WLO5/92).
14. Lehr, W. **Statement concerning the chemical classification of endosulfan**. Frankfurt, Hoechst, 1993. 3p. (Report, PSR-93/034).
15. Luke, M.A., Froberg, J.E., Masumoto, H.T. Extraction and clean-up of organochlorine, organophosphate,

- organonitrogen and hidrocarbon pesticides in produce for determination by gas-liquid chromatography. **J. Assoc. Off. Anal. Chem.**, 58(5): 1020-1026, 1975.
16. Martens, R. Degradation of [8,9-¹⁴C]-endossulfan by microorganisms. **Appl. Environ. Microbiol.**, 31: 853, 1976.
17. Miles, J. R. W., Harris, C. R. Journal Environ. Science Health Bulletin. V. 13, p. 199, 1978. Apud. MILES, J.R.W., MOY, P. Degradation of endossulfan and its metabolites by a mixed of sol culture of soil microorganism. **Bull. Environ. Contam. Toxicol.**, 23: 13-19, 1979.
18. Miles, J.R.W., Moy, P. Degradation of endossulfan and its metabolites by a mixed of sol culture of soil microorganism. **Bull. Environ. Contam. Toxicol.**, 23: 13-19, 1979.
19. Oliveira, J. J. V., Toledo, M. C. F. Resíduos de agrotóxicos em morangos. **Pesticidas Revista Técnico Científica**, 5: 95-110, 1995.
20. Racke, K. D. **Pesticides in the soil microbial ecosystem**. In: RACKE, Keneth D., COATS, Joel R. Enhanced biodegradation of pesticides in the environment. Iowa, Dow Elanco, 1990. 12p.
21. Raij, B. V.; Andrade, J. C.; Cantarella, H.; Quaggio, J. A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Instituto Agronômico, Campinas, 2001, 285p.
22. Rao, D. M. R., Murty, A. S. Toxicity, biotransformation and elimination of endossulfan in *Anabas testudineus* (Bloch). **Indian Journal of Experimental Biology**, 18: 664-666, 1980.
23. Stumpf, K., Abhaver, J. **An up-to-date review of the environmental chemistry of endossulfan**. Frankfurt, Hoechst, 1986. 23p. (Report B 81/86).
24. Tornisielo, V. L., Pinho, R. S., Monteiro, R. T. R., Costa, M. A. Lixiviação do inseticida ¹⁴C-endossulfan em solos do Estado de São Paulo. **Pesticidas Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente**, 8: 1-8, 1998.

Recebido em 11/04/2001 ; Aprovado em 15/05/2003