



**UFRRJ**  
**INSTITUTO DE AGRONOMIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FITOTECNIA**

**DISSERTAÇÃO**

**Mobilidade e residual de herbicidas aplicados no solo sobre  
palhada de milho**

**Rita de Cássia Silva**

**2022**

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO  
INSTITUTO DE AGRONOMIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FITOTECNIA**

**Mobilidade e residual de herbicidas aplicados no solo sobre palhada de  
milho**

**RITA DE CÁSSIA SILVA**

*Sob orientação da pesquisadora  
Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Camila Ferreira de Pinho*

*E co-orientação do professor  
Prof. Dr. Daniel Valadão Silva*

Dissertação submetida como requisito  
parcial para obtenção do grau de  
**Mestra em Fitotecnia**, no Programa de  
Pós-Graduação em Fitotecnia da  
UFRRJ, Área de Concentração em  
Produção Vegetal.

Seropédica, RJ  
Março de 2022

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro  
Biblioteca Central / Seção de Processamento Técnico

Ficha catalográfica elaborada  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

S586m

Silva, Rita de Cássia, 1993-  
Mobilidade e residual de herbicidas aplicados no  
solo sobre palhada de milho / Rita de Cássia Silva. -  
Caruaru, 2022.  
62 f.

Orientador: Camila Ferreira Pinho.  
Coorientador: Daniel Valadão Silva.  
Dissertação (Mestrado). -- Universidade Federal  
Rural do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em  
Fitotecnia, 2022.

1. Soja. 2. precipitação. 3. interceptação. 4. pré  
emergentes. I. Pinho, Camila Ferreira, 1986-,  
orient. II. Silva, Daniel Valadão, -, coorient. III  
Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.  
Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia. IV. Título.

**HOMOLOGAÇÃO DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 11 / 2024 - DeptFITO**  
**(12.28.01.00.00.00.32)**

**Nº do Protocolo: 23083.011094/2024-51**

**Seropédica-RJ, 04 de março de 2024.**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO**  
**INSTITUTO DE AGRONOMIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FITOTECNIA**

**RITA DE CÁSSIA SILVA**

Dissertação submetida como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestra em Fitotecnia**, no Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia, na área de Concentração em Produção Vegetal.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM: 10/03/2022

---

Camila Ferreira de Pinho, Dr<sup>a</sup>, UFRRJ

(Orientadora)

---

Aroldo Ferreira Lopes Machado, Dr., UFRRJ

(Membro interno)

---

Rubem Silvério de Oliveira Junior, Dr., UEM

(Membro externo)

**(Assinado digitalmente em 04/03/2024 21:35 )**  
AROLDO FERREIRA LOPES MACHADO  
PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR  
DeptFITO (12.28.01.00.00.32)  
Matrícula: 1905333

**(Assinado digitalmente em 04/03/2024 11:08 )**  
CAMILA FERREIRA DE PINHO  
COORDENADOR CURS/POS-GRADUACAO  
PPGF (12.28.01.00.00.26)  
Matrícula: 2466219

**(Assinado digitalmente em 05/03/2024 14:32 )**  
RUBEM SILVÉRIO DE OLIVEIRA JUNIOR  
ASSINANTE EXTERNO  
CPF: 579.068.319-34

Visualize o documento original em <https://sipac.ufrrj.br/public/documentos/index.jsp>  
informando seu número: **11**, ano: **2024**, tipo: **HOMOLOGAÇÃO DE DISSERTAÇÃO DE  
MESTRADO**, data de emissão: **04/03/2024** e o código de verificação: **c10c230af0**

## AGRADECIMENTOS

À Deus, minha base, por toda força e sabedoria para lidar com os momentos mais difíceis e por estar comigo nos momentos mais felizes e difíceis;

À minha família, segunda base, a minha mãe Luciene e minhas irmãs Juciane e Aparecida que me deram total apoio emocional, amor incondicional e incentivo a caminhar sempre em frente;

À minha orientadora, Camila Ferreira de Pinho, pelos conselhos, ensinamentos, profissionalismo e, sobretudo, pela orientação e apoio;

Ao meu co-orientador, Daniel Valadão Silva, por todo apoio ao longo deste ensaio, parceria, orientação e profissionalismo;

Ao grupo de pesquisa Plantas Daninhas e Pesticidas no Ambiente (PDPA) pelo acolhimento e apoio constante;

Ao Jonathan Almeida, Monique Macedo, Milena Gonçalves, Amanda Moraes, Patrícia Pessoa e Eduardo Amorim pelo total apoio e dedicação neste projeto;

À Gabriella Francisco, Ana Carolina Chapeta, Jéssica Leal, Anthony Cortes, Lucas Marinho e Amanda Souza pelo apoio nos momentos mais difíceis;

Aos meus amigos Carolina Almada, Ricardo Amaral e Gustavo Torres por estarem comigo desde o início do mestrado e apoio incondicional;

Ao Setor de Grandes Culturas, pela parceria e apoio. Em especial, aos Agrônomos Antônio, Paulo e Evandro Costa e aos funcionários Pedro, Cristina, Manoel, Henrique e Reginaldo por toda dedicação, alegria e auxílio nos experimentos com grande afinco;

Ao laboratório de Manejo de Plantas Daninhas e ao grupo de pesquisa Núcleo de Estudos em Matologia no Semiárido (NOMATO) da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (UFERSA). Em especial, ao meu co-orientador Prof. Dr. Daniel Valadão, Dr. Ana Passos, Msc. Cydianne Cavalcanti, Dr. Paulo Chagas, Eng. Agrônoma Lucrécia.

À Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ) e ao Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia (PPGF), por fornecer o melhor o desenvolvimento deste projeto;

Aos professores Dr. Aroldo Ferreira Lopes Machado e Dr. Rubem Silvério de Oliveira Júnior agradeço pela honra de aceitarem o convite de participar da banca;

A todos, que direta ou indiretamente, participaram e contribuíram para a realização da pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001” (PORTARIA Nº 206, DE 4 DE SETEMBRO DE 2018 DA CAPES).

*A todos, meus sinceros agradecimentos!*

## RESUMO

SILVA, R.C. Mobilidade e residual de herbicidas aplicados no solo sobre palhada de milho. 2022. 62p. Dissertação (Mestrado em Fitotecnia), Instituto de Agronomia, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2022.

A compreensão das diferentes formas de interação das moléculas dos herbicidas com as características do ambiente é fundamental para prever a dinâmica destas no solo nos distintos sistemas de produção. O objetivo dessa pesquisa foi avaliar a interferência da palhada de milho e períodos de seca na mobilidade e residual de herbicidas pré-emergentes no solo. Foram conduzidos cinco experimentos com delineamento experimental em blocos casualizados com quatro repetições. Em cada experimento avaliou-se diferentes herbicidas, os quais são descritos a seguir: diclosulam (35 g ia  $ha^{-1}$ ), flumioxazin (60 g ia  $ha^{-1}$ ), s-metolachlor (1800 g ia  $ha^{-1}$ ), sulfentrazone (600 g ia  $ha^{-1}$ ) e trifluralin (1800 g ia  $ha^{-1}$ ). Os tratamentos foram dispostos em esquema fatorial 3 x 3 sendo o fator A os níveis de palha de milho (0, 50 e 100% - correspondente a 3 t  $ha^{-1}$ ) e o fator B os períodos de precipitação após aplicação do herbicida (1, 10 e 20 dias), além de testemunhas sem aplicação de herbicida, na presença e ausência de palha. A aplicação dos herbicidas foi realizada com um pulverizador costal, pressurizado a  $CO_2$ , acoplado a uma barra com duas pontas de pulverização do tipo TT110.02, com uma pressão de 2,8 Bar e volume de calda de 150 L  $ha^{-1}$ . Após a aplicação dos herbicidas, de acordo com cada tratamento, foi realizada a simulação de 20 mm de precipitação. A unidade experimental foi composta por vasos com capacidade de 5L de solo, onde foi semeada as plantas daninhas como indicadoras dos herbicidas utilizados, sendo a trapoeraba (*Commelina benghalensis* L.) para os herbicidas flumioxazin, sulfentrazone, diclosulam e s-metolachlor e o pé-de-galinha (*Eleusine indica*), para o herbicida trifluralin. Foram realizadas avaliações de controle aos 14 e 21 dias após a simulação da precipitação e aos 42 dias após aplicação dos herbicidas a parte aérea das plantas foram. Nessa mesma data foram coletadas amostras de solo e de palha para análise de cromatografia líquida de ultra performance (UHPLC). Em seguida, uma nova semeadura foi realizada para avaliação do efeito residual dos herbicidas com avaliações de controle aos 21 e 35 dias após a semeadura. Os dados foram submetidos à análise da variância ( $p \leq 0,05$ ) pelo programa R Studio e os gráficos gerados no programa SigmaPlot. A presença de palha e os períodos de seca não afetaram a chegada do diclosulam e sulfentrazone ao solo, que apresentaram maiores porcentagens de controle da trapoeraba. Já o flumioxazin e o s-metolachlor o incremento da palha reduziu a sua mobilidade até o solo, reduzindo a eficácia de controle, independentemente dos períodos de precipitação. O trifluralin foi eficaz no controle do capim-pé-de-galinha para as condições de precipitação e palha avaliados. O efeito residual do diclosulam foi levemente afetado pela presença da palha, enquanto o sulfentrazone apresentou efeito residual suficiente para o controle da trapoeraba. A presença de palha reduziu o efeito residual dos herbicidas flumioxazin, s-metolachlor e o trifluralin. As diferentes características químicas específicas dos herbicidas em relação a palha e o período de seca avaliados têm uma forte relação com a mobilidade e disponibilidade dos herbicidas no solo

**Palavras-chave:** Soja; precipitação; interceptação; pré-emergentes.

## ABSTRACT

SILVA, R.C. Mobility and residual of soil-applied herbicides on corn straw. 2022. 62p. Dissertation (Master's in Crop Science), Institute of Agronomy, Federal Rural University of Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2022.

Understanding the different ways in which herbicide molecules interact with the environment is essential to predict their dynamics in the soil in different production systems. The aim of this research was to analyze the interference of corn straw and periods of drought on mobility and residual effect of pre-emergent herbicides in the soil. Five experiments were carried out with an experimental design in randomized blocks with four replications. Each experiment evaluated different herbicides, described as follows: diclosulam (35 g ai ha<sup>-1</sup>), flumioxazin (60 g ai ha<sup>-1</sup>), s-metolachlor (1800 g ai ha<sup>-1</sup>), sulfentrazone (600 g ai ha<sup>-1</sup>) and trifluralin (1800 g ai ha<sup>-1</sup>). Treatments were arranged in a 3 x 3 factorial scheme, with factor A levels of corn straw (0, 50 and 100% - corresponding to 3 t ha<sup>-1</sup>) and factor B the periods of precipitation after application of the herbicide (1, 10 and 20 days), and the controls without herbicide application, in presence and absence of straw. Herbicide application was carried out with a backpack sprayer, pressurized with CO<sub>2</sub>, coupled to a TT110.02 double nozzle bar, with a pressure of 2.8 bar and a spray volume of 150 L ha<sup>-1</sup>. After application of herbicides, according to each treatment, a simulation of 20 mm of precipitation was performed. The experimental unit consisted of pots with a capacity of 5L of soil, where weeds were sown as biomarkers of the herbicides used, being the tropical spiderwort (*Commelina benghalensis* L.) for the herbicides flumioxazin, sulfentrazone, diclosulam and s-metolachlor and the goose grass (*Eleusine indica*), for the herbicide trifluralin. Control evaluations were carried out at 14 and 21 days after the simulation of precipitation and at 42 days after application of herbicides to dry mass of the aerial part of the plants. Samples of soil and straw were collected for analysis of ultra-high pressure liquid chromatography (UHPLC). Then, a new sowing was carried out to evaluate the residual effect of herbicides with control evaluations at 21 and 35 days after sowing. Data generated in the experiment were submitted to analysis of variance ( $p \leq 0.05$ ) by the R Studio program and graphs generated by the SigmaPlot program. The presence of straw and the dry periods did not affect the arrival of diclosulam and sulfentrazone to the soil, which showed higher percentages of trapoeraba control. As for flumioxazin and s-metolachlor, the presence of straw affected their mobility to the soil, reducing their effectiveness, regardless of rainfall periods. Trifluralin was effective in controlling chicken-foot grass for the evaluated rainfall and straw conditions. The residual effect of diclosulam was slightly affected by the presence of straw, while sulfentrazone showed a residual effect sufficient to control ragweed. The presence of straw drastically reduced the residual effect of the herbicides flumioxazin, s-metolachlor and trifluralin. The different specific chemical characteristics of herbicides in relation to straw and the dry period have a strong relationship with the mobility and availability of herbicides in the soil.

**Keywords:** Soybean; rainfall; interception; pre-emergence

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Fórmula estrutural do Diclosulam. Fonte: Weed Science (2020).....	11
<b>Figura 2.</b> Fórmula estrutural do Flumioxazin. Fonte: Weed Science (2020).....	12
<b>Figura 3.</b> Fórmula estrutural do Sulfentrazone. Fonte: Weed Science (2020).....	12
<b>Figura 4.</b> Fórmula estrutural do S-metolachlor, A) Isômeros S e B) Isômeros R. Fonte: Zemolin et. al. (2014).....	13
<b>Figura 5.</b> Fórmula estrutural do Trifluralin. Fonte: Weed Science (2020).....	14
<b>Figura 6.</b> Representação esquemática da disposição da palha de acordo com os tratamentos. PDPA/UFRRJ (2020).....	16
<b>Figura 7.</b> Cromatogramas (LC-MS/MS) nas matrizes de solo e de palha em branco e fortificado na concentração de $50 \mu\text{g L}^{-1}$ . Para o solo A, C, E, G e I, na palha B, D, F, H e J, dos herbicidas sulfentrazone, diclosulam, flumioxazin, s-metolachloro e trifluralin, respectivamente .....	21
<b>Figura 8.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 14 dias após a simulação de precipitação (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e $3,0 \text{ t ha}^{-1}$ (B). PDPA/UFRRJ (2020) .....	23
<b>Figura 9.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a simulação de precipitação (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e $3,0 \text{ t ha}^{-1}$ (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	24
<b>Figura 10.</b> Quantificação do herbicida diclosulam em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1% .....	27
<b>Figura 11.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e $3,0 \text{ t ha}^{-1}$ (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	28
<b>Figura 12.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e $3,0 \text{ t ha}^{-1}$ (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	29
<b>Figura 13.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 14 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e $3,0 \text{ t ha}^{-1}$ (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).....	31
<b>Figura 14.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a simulação de precipitação (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e $3,0 \text{ t ha}^{-1}$ (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras	

minúsculas entre as palhas não diferem entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste de Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).....	31
<b>Figura 15.</b> Quantificação do herbicida flumioxazin em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1% .....	34
<b>Figura 16.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	35
<b>Figura 17.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	36
<b>Figura 18.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 14 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados do herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). PDPA/UFRRJ (2020) .....	37
<b>Figura 19.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).....	38
<b>Figura 20.</b> Quantificação do herbicida s-metolachlor em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.....	41
<b>Figura 21.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). PDPA/UFRRJ (2020) .....	42
<b>Figura 22.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	42
<b>Figura 23.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 14 dias após a simulação da precipitação (A) e (B) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (C). PDPA/UFRRJ (2020).....	44
<b>Figura 24.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras	

minúsculas entre as palhas não diferem entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste de Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).....	44
<b>Figura 25.</b> Quantificação do herbicida sulfentrazone em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida .....	47
<b>Figura 26.</b> Controle visual (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	48
<b>Figura 27.</b> Controle (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020) .....	48
<b>Figura 28.</b> Quantificação do herbicida trifluralin em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.....	51
<b>Figura 29.</b> Controle visual (%) da <i>Eleusine indica</i> aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida trifluralin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020). .....	52
<b>Figura 30.</b> Controle visual (%) da <i>Eleusine indica</i> aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida trifluralin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha <sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a $P \leq 0,05$ pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020). .....	53

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Resultado da análise físico-química do solo em área sem histórico de utilização de herbicidas em Seropédica, RJ .....	15
<b>Tabela 2.</b> Parâmetros cromatográficos otimizados .....	18
<b>Tabela 3.</b> Parâmetros de validação do método analítico.....	21
<b>Tabela 4.</b> Recuperação percentual .....	22
<b>Tabela 5.</b> Redução de massa seca (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L ocasionada pelo diclosulam aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida. ....	24
<b>Tabela 6.</b> Resultado para a quantificação do herbicida diclosulam em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 159,60 $\mu$ g.....	26
<b>Tabela 7.</b> Redução de massa seca (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L ocasionada pelo flumioxazin aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida. Seropédica/RJ-2021.....	32
<b>Tabela 8.</b> Resultado para a quantificação do herbicida flumioxazin em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 455,40 $\mu$ g.....	33
<b>Tabela 9.</b> Redução de massa seca (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L ocasionada pelo s-metolachlor aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida. Seropédica/RJ-2021.....	38
<b>Tabela 10.</b> Resultado para a quantificação do herbicida s-metolachlor em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 7294,68 $\mu$ g.....	40
<b>Tabela 11.</b> Redução de massa seca (%) da <i>Commelina benghalensis</i> L proporcionada pelo sulfentrazone aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida .....	45
<b>Tabela 12.</b> Resultado para a quantificação do herbicida sulfentrazone em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 1138,5 $\mu$ g.....	46
<b>Tabela 13.</b> Resultado para a quantificação do herbicida trifluralin após a simulação de chuvas aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 9108,00 $\mu$ g.....	50

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	1
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	3
2.1 Sistema de produção soja/milho .....	3
2.2 Plantas daninhas .....	4
2.3 Controle químico e resistência de plantas daninhas .....	5
2.4 Herbicidas pré-emergentes e sua dinâmica no solo .....	6
2.5 Características físico-químicas dos herbicidas pré-emergentes da cultura da soja.....	10
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	15
3.1 Material experimental .....	15
3.2 Design Experimental e Variáveis avaliadas .....	15
3.2.1 Avaliação da mobilidade e efeito residual dos herbicidas.....	15
3.2.2 Quantificação dos herbicidas no solo e na palha.....	17
3.3 Condições cromatográficas e de espectrometria de massa .....	17
3.3.1 Parâmetros de desempenho do método.....	18
3.4 Análise estatística .....	22
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	23
4.1 Herbicida diclosulam .....	23
4.2 Herbicida flumioxazin. ....	30
4.3 Herbicida s-metolachlor. ....	36
4.4 Herbicida sulfentrazone .....	43
4.5 Herbicida trifluralin .....	49
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	54
<b>6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	55

## 1 INTRODUÇÃO

No Brasil, as características climáticas são favoráveis ao sistema de sucessão de culturas, sendo o sistema soja/milho o de maior destaque. Neste sistema, a maioria dos produtores faz adoção de plantio direto, que preconiza o não revolvimento do solo e a manutenção da palhada da cultura anterior na área. A presença de palha no solo traz inúmeros benefícios, como a manutenção da umidade e menores perdas por erosão, entre outros. Entretanto, a presença de palha no solo pode interferir negativamente na eficácia de alguns herbicidas utilizados para o controle de plantas daninhas (Matos et al.2016).

A cultura da soja é uma cultura sensível à matocompetição causada pela presença das plantas daninhas, sendo este um dos fatores responsáveis pela redução de sua produtividade. O controle químico é a forma mais eficaz e solução principal para o manejo das plantas daninhas no sistema de produção da soja. Com a introdução da soja geneticamente modificada, tolerante ao herbicida glifosato, houve uma intensificação do uso deste herbicida por parte dos produtores, fato que associado ao sistema de plantio e a manutenção da palhada nas áreas cultivadas, contribuiu para a diminuição do uso de herbicidas pré-emergentes. Entretanto, após o surgimento de espécies de plantas daninhas resistentes ao herbicida glifosato o uso de herbicidas pré-emergentes volta a ser propagado no campo (RIZZARDI & SILVA, 2014).

Os herbicidas pré-emergentes possuem como objetivo principal o controle do processo de germinação e/ou emergência de plantas daninhas, impedindo o estabelecimento das plantas nas áreas de cultivo. São herbicidas aplicados sobre o solo, que possuem efeito residual para o controle dos alvos por um longo período de tempo, permitindo a diversificação dos mecanismos de ação herbicida. No entanto, tais herbicidas são altamente dependentes das condições climáticas e do sistema de produção para apresentar sua máxima eficiência (SOMERVILLE et al., 2017).

Dentre as principais opções de herbicidas pré-emergentes para a cultura da soja, destacam-se o Trifluralin, Flumioxazin, Sulfentrazone, S-metolachlor e o Diclosulam. Estes produtos quando aplicados sobre o solo ficam sujeitos a processos físico-químicos que regulam o seu destino no ambiente, como a sorção. A sorção se refere à capacidade de retenção da molécula do herbicida à matéria orgânica e aos colóides do solo, sendo influenciada pelas propriedades físico-químicas dos herbicidas e das propriedades do solo (PASSOS et. al., 2013).

Um fator importante é quando há palha sob o solo, resultado da implantação de sistemas de sucessão de culturas. Esta age como uma barreira física impossibilitando a passagem dos

herbicidas para o solo, ou química, visto que o herbicida pode ficar sorvido na palhada, modificando muitas vezes a sua dinâmica no solo. Contudo, a ação da água de chuva e/ou irrigação após a aplicação dos herbicidas pode transportá-los diretamente da palha ao solo, a qual garante a eficiência dos herbicidas aplicados na área (MATOS et al., 2016).

Dentro desse contexto, estudos que permitam mostrar a interação das moléculas dos herbicidas com as diferentes características do ambiente tornam-se importantes para fornecer respostas quanto à dinâmica destes nos sistemas de produção. Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a interferência da palhada de milho e períodos de seca na mobilidade e efeito residual dos herbicidas pré-emergentes diclosulam, trifluralin, flumioxazin, s-metolachlor e sulfentrazone.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Sistema de produção soja/milho

A soja (*Glycine max* (L.) Merrill) é a oleaginosa de maior importância econômica e alimentícia do mundo com produção global de 348 milhões de toneladas (FAO, 2020). Grande parte de sua produção é processada para farelo, sendo usado em alimentação de animais, e em menor porcentagem é processada para farinha e proteína de soja destinada para o consumo humano. Além disso, é o óleo vegetal mais consumido no mundo, presente em alimentos processados e em produtos industriais. Ainda, com as novas tecnologias, o óleo de soja tem assumido função na produção de biodiesel (NIKOLIC et al., 2014; HARTMAN, WEST, HERMAN, 2011).

O marco da introdução da soja no Brasil foi o final dos anos 40 como protagonista do desenvolvimento econômico e social, elevando o país ao patamar dos maiores produtores à nível mundial. Isso ocorreu devido ao aumento expressivo de áreas cultivadas e altos investimentos nos sistemas de produção, também ao seu consumo interno e sua produção destinada para exportação. Em âmbito nacional trouxe para os estados brasileiros desenvolvimento industrial, modernização na armazenagem e transporte dos grãos (DALL'AGNOL, 2016). O Brasil é o terceiro maior produtor de soja do mundo, superado apenas pelos Estados Unidos e China. Segundo o último levantamento realizado pela Conab, referente a safra de 2021/2022, espera-se um recorde de produção de 140,5 milhões de toneladas com um total de área cultivada de 40,3 milhões de hectares (CONAB, 2022).

Neste cenário, o sistema de produção soja/milho ganhou destaque, ocupando aproximadamente 11,9 milhões de hectares das áreas cultivadas com soja no Brasil (CONAB, 2020). A produção de milho no Brasil é caracterizada pelo plantio em duas épocas: primeira safra (ou safra de verão) e segunda safra (ou safrinha). O milho safrinha é cultivado extemporaneamente, quase sempre depois da soja precoce, sendo uma alternativa vantajosa para redução de custos fixos da atividade agrícola e otimização da mão de obra e maquinário da propriedade (DUARTE, 2004). O sistema de sucessão soja/milho é cultivado sob plantio direto, caracterizado pelo não revolvimento do solo e manutenção dos restos culturais sobre a superfície. Neste sistema, é comum a presença da palha do milho no solo, no momento do preparo da área para a semeadura da soja, tendo esta palha alta relação C/N (43:1) associada à lenta decomposição (EMBRAPA HORTALIÇAS, 2017). Segundo Matos et. al. (2016), a implantação de culturas sobre a palha traz benefícios, tais como a proteção do solo contra a erosão, elevação do teor de carbono orgânico, aumento da população microbiana, conservação

da umidade do solo e redução na infestação de algumas plantas daninhas. No entanto, a palha pode influenciar negativamente na eficácia dos herbicidas utilizados no sistema de produção.

## 2.2 Plantas daninhas

Entende-se como planta daninha aquelas espécies de plantas que podem interferir expressivamente no crescimento, desenvolvimento e, consequentemente, na produtividade das plantas cultivadas (CHHOKAR; SHARMA; SHARMA, 2012). A competição entre estas plantas e as culturas de interesse econômico se dá por nutrientes, água, luz, entre outros, podendo reduzir o rendimento e a qualidade dos produtos agrícolas. Quanto maior for o período de convivência entre a planta daninha e a planta cultivada, maior será o grau de interferência e maior dano o causado, sendo este conhecimento fundamental para o desenvolvimento de estratégias de manejo eficazes (SWANTON; NKOA; BLACKSHAW, 2015), possibilitando assim que a cultura atinja o seu máximo rendimento.

Estima-se que a interferência de plantas daninhas durante todo ciclo da cultura da soja pode reduzir em até 94% sua produtividade dependendo da época de semeadura). Almeida et. al. (2015) apontaram que os efeitos da competição com as plantas daninhas reduzem severamente o crescimento da soja. Esses tipos de danos podem levar a perdas que refletem na qualidade do produto, na produtividade e até mesmo na inviabilização da colheita.

Para tanto, torna-se imprescindível conhecer sobre os períodos de interferência das plantas daninhas com as culturas. São descritos três períodos de interferência: período anterior à interferência (PAI), período crítico de prevenção da interferência (PCPI) e o período total de prevenção à interferência (PTPI). O PAI é o período a partir do início do desenvolvimento da cultura em que a comunidade infestante pode conviver com a cultura sem redução na produtividade (PITELLI, 1985). Já o PCPI é o período ao partir do PAI, correspondendo à fase em que as práticas de controles devem ser adotadas, devido as perdas pela matocompetição (GALON et. al. 2008). O PTPI é o período total no qual devem ser adotadas medidas de controle de plantas daninhas, sendo o somatório do PAI e o PCPI (GALON et. al. 2008. De acordo com os estudos de Zandoná e colaboradores (2018) que avaliaram o PAI e o PCPI das plantas daninhas na cultura da soja, em função da época preferencial do fluxo de emergência de plantas daninhas, observaram que o controle químico deve ser adotado ao final do PAI aos 14, 15 e 5 dias após a emergência da cultura, para a primeira, segunda e terceira época de semeadura da soja. Os autores verificaram que a semeadura realizada de forma antecipada e na época intermediária de recomendação aumenta o PAI em cerca de 10 dias, podendo ser uma alternativa para o auxílio no controle de plantas daninhas na cultura da soja.

As formas de controle para as plantas daninhas podem ser realizadas por meio de controle biológico, mecânico, físico, químico e/ou cultural. No entanto, o controle químico por herbicidas é o método mais empregado para o controle de plantas daninhas na agricultura, em especial nas grandes culturas, devido a sua alta eficácia e menor custo, quando comparado aos demais métodos de controle (BUENO et. al., 2013).

### **2.3 Controle químico e resistência de plantas daninhas**

Na cultura da soja o controle químico por herbicidas tem sido a principal prática no controle das plantas daninhas visto que a interferência das plantas daninhas é um dos fatores que limitam a sua produtividade (AGOSTINETTO; SILVA; VARGAS, 2017). O controle químico de plantas daninhas ocorre com o uso de herbicidas, que são substâncias químicas que apresentam mecanismos de ação específicos, pelos quais se iniciam os efeitos fitotóxicos nas plantas daninhas, capazes de provocar a morte destas nas áreas (ZIMDAHL, 2018).

Os herbicidas de modo geral são classificados de acordo com à sua translocação nas plantas, mecanismo de ação e quanto a época de aplicação. Em relação a translocação, eles podem ser herbicidas de contato (nenhuma ou baixa translocação), ou herbicidas sistêmicos (absorvidos em um local e translocados para outro nas plantas) (MARCHI; MARCHI, GUIMARÃES, 2008). Os herbicidas são classificados por grupos químicos e de acordo com o seu mecanismo de ação. Atualmente, a classificação internacionalmente aceita é a proposta pelo Herbicide Resistance Action Committee (HRAC), na qual possui 26 mecanismos de ação. Utilizar a rotação de herbicidas com diferentes mecanismos de ação é uma importante estratégia para evitar a resistência de plantas daninhas a herbicidas (SCHERER et. al., 2017). Em relação a época de aplicação os herbicidas podem ser classificados como pré ou pós-emergentes, dependendo do momento que são aplicados em relação a emergência das plantas daninhas no campo (REZENDE et. al., 2017).

No Brasil, grande parte das áreas de soja são cultivadas com a cultura da soja geneticamente modificada tolerante ao herbicida glifosato, tecnologia denominada Roundup Ready® (RR). Devido ao amplo espectro de controle deste herbicida e facilidade no uso, após a introdução da tecnologia RR na cultura da soja, houve um aumento considerável no uso do glifosato nas áreas cultivadas. Aliado a isto, a consolidação do sistema de plantio direto e a manutenção de palhada nos cultivos resultou em uma diminuição no uso dos herbicidas pré-emergentes nas áreas (RIZZARDI & SILVA, 2014; SCHERER et. al., 2017).

Entretanto, o uso intensivo do herbicida glifosato causou uma grande pressão de seleção

no campo, o que resultou no surgimento de plantas daninhas resistentes a este herbicida. Alguns dos casos associados à resistência ao glifosato observados no Brasil são: *Conyza bonariensis*, *Lolium multiflorum*, *Digitaria insularis*, *Eleusine indica*, *Amaranthus palmeri*, *Chloris elata*, *Conyza canadensis*, *Conyza sumatrensis*, entre outros (HEAP, 2020).

Neste contexto de resistência de plantas daninhas a herbicidas, os herbicidas pré-emergentes voltam a ser a ferramenta química fundamental para o manejo de plantas daninhas no campo (SCHERER et. al., 2017), especialmente das espécies de difícil controle.

## **2.4 Herbicidas pré-emergentes e sua dinâmica no solo**

Os herbicidas pré-emergentes são produtos aplicados no solo que apresentam atividade residual sobre o alvo (SOMERVILLE et al., 2017) e que possuem como função principal o controle das plantas daninhas durante o processo de germinação e/ou emergência. As vantagens dos herbicidas pré-emergentes são a manutenção da cultura no “limpo” durante o PCPI (SCHERER et al., 2017), redução no uso de herbicidas pós-emergentes e maior facilidade no controle de plantas daninhas resistentes ou tolerantes a herbicidas.

Os herbicidas pré-emergentes, após aplicados, interagem com o solo e estão sujeitos a processos físico-químicos que regulam o seu destino no ambiente. Desse modo, é importante o conhecimento sobre o comportamento destes compostos no solo, sendo que seu comportamento está sujeito aos processos de retenção, transporte e transformação. Adicionalmente, quando há presença de palha sobre a superfície do solo, esta influência no comportamento destes herbicidas (MATOS et al., 2016).

O processo de retenção refere-se à capacidade do solo reter as moléculas do herbicida. É um dos mais importantes processos para prever a movimentação do herbicida no solo, biodisponibilidade e a sua taxa de degradação (MENDES et al. 2016). A retenção pode ser entendida como um processo geral de sorção, que inclui a absorção (absorção das moléculas do herbicida pelas plantas), adsorção (retenção das moléculas do herbicida aos colóides do solo) e precipitação (formação de precipitados com as partículas argilominerais do solo por meio de ligações covalentes) (PASSOS et al., 2013). A retenção das moléculas pela superfície do solo ocorre por ligações iônicas e/ou covalentes, ligações de hidrogênio, ligações hidrofóbicas, ou forças de Van der Waals, sendo estas em função do tipo de solo. A adsorção é um processo reversível onde as moléculas do herbicida são atraídas pela superfície das partículas do solo e ficam retidas por um tempo, e o processo inverso é a dessorção, a qual representa a liberação da molécula do herbicida anteriormente sorvida (SILVA et al., 2012; PASSOS et al., 2013).

O transporte pode ocorrer através dos processos de lixiviação, escoamento superficial

(*run-off*) e/ou volatilização. A lixiviação é está vinculado ao processo de sorção. O escoamento superficial (*run-off*) é o carreamento lateral de herbicida no solo, sendo a intensidade das chuvas o fator crucial para intensificar este processo (INOUE et al., 2003). A volatilização é o processo de mudança das moléculas dos herbicidas do estado líquido para o vapor, sendo favorecida por elevadas temperaturas, alta umidade do solo e ventos fortes.

A degradação é um processo de transformação da estrutura pela quebra de suas moléculas, de forma abiótica e/ou biótica, tornando-as, na maioria dos casos, menos tóxicas que as moléculas originais ou até atóxicas (LAVORENTI et al., 2003; BRUM; FRANCO; SCORZA JR, 2013). Ocorre por processos físicos (fotodecomposição), químicos (oxidação-redução, hidrólise, formação de sais insolúveis em água e complexos químicos) ou biológicos (degradação microbiana) (MONQUERO; MUNHOZ; HIDRATA, 2013). De maneira geral, a degradação reduz o nível de resíduo dos herbicidas no solo.

A fotodecomposição ou fotodegradação é a degradação das moléculas do herbicida pela radiação solar. Ao absorverem a luz ultravioleta as moléculas ficam em elevado nível de excitação, dependendo do tipo de reação, sofrem transformação e formam novos compostos, sendo este processo conhecido como fotólise direta. Por outro lado, a fotólise indireta envolve reações com as espécies oxidantes que são responsáveis pela degradação da molécula do herbicida (MANTZOS et al., 2017). Os herbicidas que são rapidamente fotodecompuestos necessitam de incorporação no solo para serem efetivos, como é o caso do trifluralin (WALLACE et al., 2014).

Dependendo das características físico-químicas do herbicida e do solo, os processos de degradação podem ser as principais rotas de dissipaçāo e, dentre elas, a fotodecomposição é considerada uma rota importante nas superfícies do solo para muitos herbicidas. Pode levar a desativação da molécula do herbicida por ter a sua estrutura e propriedade modificadas e muitas das vezes o comportamento destes compostos são alterados no ambiente, que pode ocasionar na perda total do produto e levando a menor eficiência de controle das plantas daninhas (MANTZOS et al., 2017).

Os processos de retenção, transporte e transformação são influenciados pelas propriedades físico-químicas dos herbicidas, tais como coeficiente de partição octanol-água ( $K_{ow}$ ), coeficiente de sorção ( $K_d$ ), coeficiente para o teor de carbono orgânico ( $K_{oc}$ ), constante de ionização ácido/base (pka), solubilidade, e tempo de meia vida, e também pelas propriedades do solo/ambiente, como pH, tipo de solo, matéria orgânica, CTC, teor de umidade, presença de palha, entre outros (ALLETTO et al., 2010; MENDES et al., 2016).

A solubilidade em água de um herbicida expressa à quantidade máxima de uma molécula que se dissolve em água pura a uma determinada temperatura. Quanto mais grupos hidrofílicos possuir a substância, maior será sua afinidade pela água, sendo maior sua solubilidade (CHRISTOFFOLETI et al., 2008). A solubilidade vem a ser uma das características mais importante dos herbicidas para o estudo em palha por influenciar no processo de retenção (SILVA; MONQUERO, 2013) e conferir ao herbicida a capacidade de transpor a palha até o solo, após a presença de chuvas (GIORI; TORNISIELO; REGITANO, 2014).

O Kow refere-se à afinidade da molécula dos herbicidas com a fase polar (água) e apolar (octanol), sendo os herbicidas classificados em lipofílicos ou hidrofílicos. Quanto maior o valor de Kow, maior será a capacidade de sorção e apresentam maior lipofilicidade devido à baixa afinidade pela água. Em contrapartida, o Kow apresentar menor valor, as moléculas de herbicidas são hidrofóbicas e apresentam menor sorção (SILVA; MONQUERO, 2013). Segundo Christofolleti et al., (2008) herbicidas que apresentam menor retenção a palha são aqueles que detém menor valor de Kow e maior solubilidade.

O  $K_d$  refere-se a força de adsorção da molécula do herbicida pelo solo, junto com o coeficiente de Freundlich ( $K_F$ ) são os parâmetros mais utilizados para avaliação da intensidade de sorção dos herbicidas (SELIM; NAQUIN, 2011). O  $K_{oc}$  reflete a tendência de adsorção da molécula do herbicida pelo carbono orgânico (SILVA et al. 2012).

A  $pK_a$  representa o potencial de dissociação da molécula do herbicida em função do pH do meio, sendo o pH uma das principais propriedades que afetam o comportamento dos herbicidas ionizáveis (FARIA et al., 2018). Onde os herbicidas apresentam aproximadamente 50% das suas moléculas na forma dissociada e 50% não dissociada. Com base nela, os herbicidas são divididos em dois grupos: iônicos ou não-iônicos (CHRISTOFFOLETI et al., 2008). Os herbicidas iônicos são aqueles capazes de doar ou receber prótons, dependendo do pH do meio, sendo classificados como ácidos ou bases fracas. Já os herbicidas não-iônicos são aqueles que não doam e nem recebem prótons, independente do pH do meio (PETTER et al., 2016)

A textura do solo é muito utilizada para recomendação das doses dos herbicidas aplicados em pré-emergência, levando em consideração os teores de areia, silte e argila presentes no solo. A argila é a fração mineral que mais contribui para a capacidade sortiva do solo, isto se deve a sua alta superfície específica (MARCO-BROWN et al., 2014). A matéria

orgânica (MO) é um dos atributos do solo com grande capacidade de reter herbicida devido a sua alta CTC e superfície específica (GONDAR et al., 2012).

Os herbicidas pré-emergentes quando utilizados em sistema de produção com implantação de culturas sobre a palha, deve-se considerar a dinâmica dos herbicidas tanto na palha quanto no solo. A palha pode exercer influência sobre a eficácia dos herbicidas, isto depende da quantidade de palha produzida e acumulada sobre o solo, da constituição química do material vegetal e das características físico-química dos herbicidas (GASTON et al., 2001; CARBONARI et al., 2016).

O tipo e a composição química dos resíduos vegetais mais jovens e envelhecidos também influenciam na interação com os herbicidas (KHALIL et. al., 2018). De acordo com Dao et al (1991) relataram que o maior teor de lignina em palha de trigo, foi responsável pela sorção dos herbicidas metribuzim e S-etilmtribuzin, enquanto a celulose tem pouco impacto neste processo.

A palha age como uma barreira física prejudicando a passagem dos herbicidas no solo, a molécula do herbicida interceptada a sua superfície está mais vulnerável ao processo de retenção e perdas por volatilização, fotodegradação e degradação microbiana, que levam a redução da eficiência dos herbicidas (MATOS et al., 2016; KHALIL et al., 2018), alterando seu comportamento no solo, especificamente no processo de retenção que pode ser influenciado de forma a promovê-lo quanto reduzi-lo (SELIM; NAQUIN, 2011).

A transposição do herbicida pela palha depende da ação da água da chuva e da irrigação, a qual garante a eficiência dos herbicidas aplicados na área com manutenção de cobertura na superfície do solo (GIORI; TORNISIELO; REGITANO, 2014; CARBONARI et. al., 2016). Esse movimento está relacionado principalmente à solubilidade do herbicida, ao tipo de formulação e a quantidade de palha na área (ARALDI et. al., 2015).

Além dessas questões, o período de permanência do produto após a sua aplicação, sua intensidade e da primeira chuva é fundamental para a transposição desses produtos (ALLETTO et. al, 2010), pois segundo Velini et. al., (2003) e Cavenaghi et. al. (2007) os 20 mm iniciais apresenta a máxima capacidade de transporte dos herbicidas aplicados em cana crua.

Rossi et al. (2013) ao avaliaram a dinâmica do metribuzim aplicado sobre diferentes quantidades de palha de cana-de-açúcar observaram que a simulação de chuva equivalente a 20 e 35 mm iniciais foram suficientes para promover uma transposição de 99% do metribuzim nos períodos de 0, 1 e 7 dias após aplicação. Carbonari et. al. (2016) observaram que os primeiros

20 mm de lâmina de chuva promoveram a liberação máxima do sulfentrazone nos resíduos de cana-de-açúcar.

Outro aspecto importante é o longo período de seca até que ocorra a primeira chuva, pois quanto maior for a permanência deste produto na palha mais suscetível ele estará para os processos de degradação (CAVENAGHI et. al., 2007). Adicionalmente, Carbonari et. al. (2016) ao analisar os trabalhos de Correia et. al. (2013), Rossi et. al. (2013) e Cavenaghi et. al. (2007) concluíram que, apesar das perdas do herbicida sobre a palha por longos períodos de seca, a quantidade remanescente que chega ao solo após as chuvas pode ser suficiente para o controle das plantas daninhas.

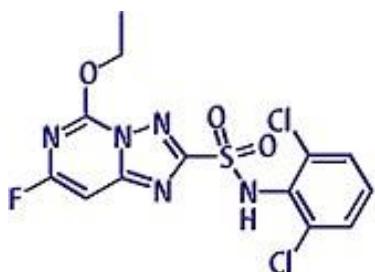
## 2.5 Características físico-químicas dos herbicidas pré-emergentes da cultura da soja

Dentre os herbicidas que podem ser utilizados em pré-emergência na cultura da soja destacam-se o diclosulam, flumioxazin, sulfentrazone, s-metolachlor e trifluralin.

O Diclosulam [2',6'-dicloro-5-ethoxy-7-fluoro(1,2,4)triazolo(1,5-c)pyrimidine-2-sulfonanilide] (Figura 1) é um herbicida pré-emergente seletivo para a cultura da soja, utilizado no controle de plantas daninhas de folhas largas, apresentando também espectro de controle para algumas gramíneas. Pertence ao grupo químico triazolopirimidinas sulfonanilidas, que pertence ao mecanismo de ação dos inibidores da enzima Acetolactato sintase (ALS), a qual é essencial para a síntese dos aminoácidos leucina, valina e isoleucina (BILLINGTON; GEHEN; HANLEY JR, 2010). É um herbicida ácido fraco, que apresenta baixa sorção de acordo com o coeficiente de partição ( $K_d$ ) 1,1 L kg<sup>-1</sup>, com solubilidade variando de 124 mg L<sup>-1</sup> em pH igual a 7 e 117 mg L<sup>-1</sup> a pH 5 (20°C), apresentando pKa de 4,09 a 20° C, indicando predominância na forma aniônica em valores de pH característicos de solos agricultáveis. E o seu coeficiente de partição octanol-água (Kow) na ordem log Kow varia entre -0,448 em pH 9 a 1,42 em pH 5, indicando baixa hidrofobicidade (YODER et. al., 2000).

Segundo Lavorenti et. al. (2003), a meia-vida ( $t_{1/2}$ ) do diclosulam em áreas cultivadas no sistema plantio direto é em torno de 67 dias e para áreas cultivadas em sistema convencional é de 87 dias, apresentando baixa persistência no solo. Rodrigues e Almeida (2018) apontam que os teores de umidade e matéria orgânica do solo são os principais fatores que influenciam na adsorção do diclosulam, sendo este degradado principalmente por via microbiana, com fotodegradação e volatilização insignificantes. Carbonari et. al., (2008) avaliaram a eficácia do diclosulam associado à palha de sorgo no controle de *I. grandifolia* e *S. rhombifolia* após

aplicação de chuva e foi constatado controle satisfatório quando aplicado sobre o solo e sobre a palha de 6 t ha<sup>-1</sup> de sorgo.



**Figura 1.** Fórmula estrutural do Diclosulam. Fonte: Weed Science (2020).

O Flumioxazin [7-fluoro-6-(3,4,5,6-tetrahydrophthalimido)-4-(2-propynyl)-2H-1,4-benzoxazin-3(4H)-one] (Figura 2) é um herbicida que pertence ao grupo químico N-fenilftalimida registrado para controle em pré-emergência de plantas daninhas de folhas largas na cultura da soja. Pertence ao mecanismo de ação dos inibidores da Protoporfirinogenio oxidase (PROTOX), precursora da protoporfirina IX, responsável pelo acúmulo de Protoporfirinas no citoplasma que provoca a peroxidação dos lipídios da membrana do citoplasma. Quando aplicado provoca lesões necróticas e morte das plantas após estas serem expostas à luz solar (BIGOT et. al., 2007).

É um herbicida não-iônico, com baixa solubilidade em água de 1,79 mg L<sup>-1</sup> a 25° C e um alto Kow, com log Kow igual a 2,55 a 20°C. Essas características físico-químicas indicam que o herbicida apresenta baixa mobilidade em resíduos vegetais, decorrente da sua alta afinidade a compostos lipofílicos (RODRIGUES; ALMEIDA, 2018).

Em função da elevada taxa de degradação microbiana e da rápida adsorção do Flumioxazin no complexo orgânico do solo a sua atividade residual é baixa, sendo que aproximadamente 80% das moléculas do herbicida são sorvidas em apenas 72 horas (FERRELL et. al., 2005). O processo de fotodegradação é intensificado com o aumento do pH, estudado por Kwon e colaboradores (2004), a taxa de fotodegradação em pH=7 foi dez vezes maior do que o pH=5, mostrando valores de meia vida de 4,9 e 41,5 h, respectivamente.



**Figura 2.** Fórmula estrutural do Flumioxazin. Fonte: Weed Science (2020).

O Sulfentrazone (N-[2,4-dichloro-5-[4-(difluoromethyl)-4,5-dihydro-3-methyl-5-oxo-1H-1,2,4-triazoll-1-yl]phenyl]methanesulfonamide) (Figura 3) pertence ao grupo químico das triazolinonas, dentro do mecanismo de ação dos inibidores da PROTOX. É utilizado em pré-emergência para controle de plantas daninhas dicotiledôneas e monocotiledôneas em diversas culturas, inclusive na soja. Comporta-se como ácido fraco ( $pK_a=6,56$ ) e sua solubilidade é alta em função do pH ( $pH\ 7 = 780\ mg\ L^{-1}$ ) e um baixo  $K_{ow}$ , com log Kow de 0,99 em pH 7. No solo, apresenta moderada mobilidade e elevada persistência, não sendo suscetível a fotodegradação, no entanto, é extremamente suscetível à fotólise na água (DAN et. al., 2010). Reddy e Lock (1998) observaram que o sulfentrazone, independente do sistema de produção adotado, possui taxa de sorção maior e dessorção mais lenta em solo argiloso, quando comparado a solos de textura média. Segundo Dan et. al. (2010), a atividade residual do Sulfentrazone, em bioensaios com a cultura do sorgo (*Sorghum bicolor*) como bioindicadora, ultrapassou o intervalo de avaliação da espécie bioindicadora sendo este superior a 200 dias.

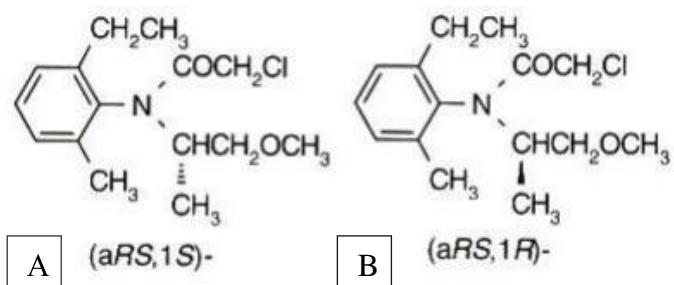


**Figura 3.** Fórmula estrutural do Sulfentrazone. Fonte: Weed Science (2020).

O S-metolachlor {2-chloro-N-[2-ethyl-6-methylphenyl]-N-[(1S)-2-methoxy-1-methylethyl] acetamide} (Figura 4) é um composto quiral composto por 88% de enantiômero S e 12% de enantiômero R, mas apenas o enantiômero S é o ingrediente biológico ativo (DALE et. al., 2006). Pertence ao grupo químico das cloroacetamidas, dentro do mecanismo de ação

dos inibidores da síntese de Ácidos Graxos de Cadeia Longa (AGCML), atuando no crescimento da parte aérea e das raízes das plantas. É um herbicida pré-emergente, com alta eficácia sobre monocotiledôneas e algumas dicotiledôneas.

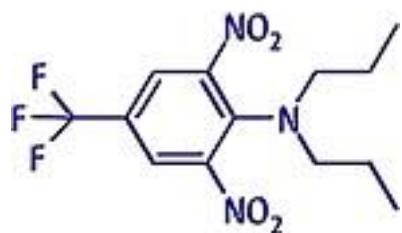
Apresenta moderada solubilidade em água de  $480 \text{ mg L}^{-1}$  a  $20^\circ\text{C}$ , alto coeficiente octanol-água ( $K_{ow}$ ) 3,05, baixa pressão de vapor 3,7 mPa a  $25^\circ\text{C}$  e meia vida em torno de 70 dias (GUELFF et. al., 2018), com moderada persistência no solo. A degradação biológica e a fotólise são responsáveis pela sua transformação no solo (ZEMOLIN et. al., 2014).



**Figura 4.** Fórmula estrutural do S-metolachlor, A) Isômeros S e B) Isômeros R. Fonte: Zemolin et. al. (2014).

O Trifluralin ( $\alpha, \alpha, \alpha$ , trifluoro-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-p-toluidine) (Figura 5) pertence ao grupo químico das dinitroalíninas, dentro do mecanismo de ação dos Inibidores de Formação dos Microtúbulos, não há formação da tubulina o que leva a divisão anormal das células. Atua na inibição do crescimento das raízes (RODRIGUES; ALMEIDA, 2018). É um herbicida não-iônico pré-emergente com ação sobre as plantas daninhas de folhas estreitas e seletivo para as de folhas largas (SOFIATTI et. al., 2012). Apresenta baixíssima solubilidade em água na ordem de  $0,221 \text{ mg L}^{-1}$  a  $20^\circ\text{C}$ , coeficiente de partição octanol-água ( $K_{ow}$ ) em log  $K_{ow}$  igual a 4,83 com relativa hidrofobicidade e pressão de vapor de 9,5 mPa a  $25^\circ\text{C}$  indicando moderada volatilização.

Apresenta baixa mobilidade no solo, com meia vida de 45 dias que pode variar em função do tipo de solo, sendo mais sorvido em solos com alto teor de matéria orgânica ou argila. Após aplicado, pode ser perdido por volatilização, ou transformado por fotodegradação (WALLACE et. al., 2014).



**Figura 5.** Fórmula estrutural do Trifluralin. Fonte: Weed Science (2020).

Os herbicidas pré-emergentes de forma geral requerem atenção, pois apresentam comportamento distinto no solo, sendo este dependente de vários fatores relacionados as características do solo, às formulações dos produtos e as condições ambientais dos sistemas de produção

Atualmente, existem poucos estudos sobre o efeito da palha em diferentes sistemas de produção sob os herbicidas. Dessa forma, considera-se imprescindível o desenvolvimento de estudos que possam avaliar o efeito da palha sob os herbicidas no ambiente. Além disso, as pesquisas podem contribuir para um melhor conhecimento do efeito da palha na transposição dos herbicidas pré-emergentes para a superfície do solo, tendo em vista um melhor posicionamento e consequentemente incrementando o desempenho agronômico.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Foram conduzidos cinco experimentos (cinco herbicidas) em casa-de-vegetação e laboratório do Grupo de Plantas Daninhas e Pesticidas (PDPA), da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), localizada no município de Seropédica, RJ.

#### 3.1 Material Experimental

O solo utilizado nos experimentos foi coletado em área sem histórico de utilização de herbicidas e as amostras foram retiradas da camada superficial do solo (0 - 20 cm). A análise química do solo (Tabela 1) foi conduzida conforme o procedimento descrito no Manual de Métodos de Análise de Solo (Embrapa, 2017).

**Tabela 1.** Resultado da análise físico-química do solo em área sem histórico de utilização de herbicidas em Seropédica, RJ.

----- Granulometria (g Kg <sup>-1</sup> TFSA <sup>a</sup> ) -----									
Areia	Silte				Argila				
	839	92	69						
pH	----- Complexo sortivo (Cmol./dm <sup>3</sup> ) -----								
(H <sub>2</sub> O)	Ca	Mg	K	Na	S <sup>b</sup>	Al	H+AL	CTC <sup>c</sup>	Corg <sup>d</sup>
5,19	1,2	1	0,01	0	2,7	0,05	0,6	3	1,85

<sup>a</sup>TFSA: terra seca fina ao ar.

<sup>b</sup> S: soma de bases trocáveis (Ca + Mg + Na + K)

<sup>c</sup> CTC: (S + H + Al)

<sup>d</sup> Corg: carbono orgânico

Os resíduos vegetais (palha do milho) utilizados nos ensaios foram coletados após a secagem natural de plantas cultivadas no Setor de Grandes Culturas da UFRRJ, levadas para o laboratório, para posterior homogeneização, fragmentação e pesagem.

#### 3.2 Design Experimental e Varáveis avaliadas

##### 3.2.1 Avaliação da mobilidade e efeito residual dos herbicidas

Foram conduzidos 5 experimentos um para cada herbicida, da seguinte forma: diclosulam (35 g ia ha<sup>-1</sup>), flumioxazin (60 g ia ha<sup>-1</sup>), s-metolachlor (1800 g ia ha<sup>-1</sup>), sulfentrazone (600 g ia ha<sup>-1</sup>) e trifluralin (1800 g ia ha<sup>-1</sup>). A metodologia utilizada foi a mesma em todos os experimentos. Os tratamentos de cada experimento foram arranjados em esquema fatorial 3 x 3+2 sendo o fator A correspondente aos níveis de palha de milho (0, 50 e 100% - correspondente

a  $3 \text{ t ha}^{-1}$ ) e o fator B constituído dos períodos de precipitação após aplicação do herbicida (1, 10 e 20 dias), além de testemunhas sem aplicação de herbicidas, na presença e ausência de palha (Figura 6). Para o fator palha, os níveis de palha de milho foram transformados para a área da unidade experimental (vaso de polietileno com 22 cm de diâmetro), sendo determinada 11,40 g e 5,70 g para 50 e 100% correspondente a  $3 \text{ t ha}^{-1}$  e  $0 \text{ t ha}^{-1}$  (sem palha).



**Figura 6.** Representação esquemática da disposição da palha de acordo com os tratamentos. PDPA/UFRRJ (2020).

As unidades experimentais foram compostas por vasos de polietileno com diâmetro de 22 cm e capacidade de 5 L de solo. A trapoeraba (*Commelina benghalensis* L.) foi utilizada como planta indicadora para os herbicidas flumioxazin, sulfentrazone, diclosulam e s-metolachlor e o pé-de-galinha (*Eleusine indica*) para o herbicida trifluralin. Foram utilizadas 50 sementes das indicadoras por unidade experimental, semeadas sob solo seco e cobertas com a quantidade de palha referente a cada tratamento. Em seguida foi realizada a aplicação dos herbicidas.

A aplicação dos herbicidas foi realizada com auxílio de um pulverizador costal, pressurizado por  $\text{CO}_2$  operando na pressão de 2,8 bar munido de uma barra com duas pontas de pulverização do tipo TT110.02, espaçadas em 50 cm, aplicando o volume de calda de  $150 \text{ L ha}^{-1}$ . Os dados meteorológicos no momento da aplicação foram  $20,2^\circ\text{C}$  a temperatura, umidade de 88% e velocidade do vento de 1,9 m/s, segundo a base de dados do INMET. Uma precipitação de 20 mm foi simulada em cada unidade experimental com o uso de um sistema de irrigação com vazão de  $1,9 \text{ L min}^{-1}$ , sendo esta simulação realizada aos 1, 10 e 20 dias após a aplicação dos herbicidas (dependendo do tratamento). Após esse processo, os vasos foram mantidos em irrigação diária, somente para manutenção das plantas daninhas, equivalente a 4 mm.

Aos 14 e 21 dias após a simulação da precipitação (DASP), foram dadas notas de porcentagem de controle visual da trapoeraba, onde 100% significava (controle total) e 0% significava (ausência de sintoma). Aos 42 dias após a aplicação dos herbicidas procedeu-se a coleta e foi avaliado a massa seca da parte aérea (MSPA). Em seguida, procedeu-se a separação da parte aérea acondicionadas em sacos de papel, sendo levadas a estufa de circulação forçada de ar em temperatura de  $65\pm5^{\circ}\text{C}$  até atingirem massa constante, para determinação da massa seca da parte aérea e das raízes em balança analítica.

Aos 42 dias após aplicação dos herbicidas para todos os tratamentos, logo após a coletado material vegetal, foram semeadas 50 sementes da *Commelina benghalensis* L. para os herbicidas flumioxazin, sulfentrazone, diclosulam e *Eleusine indica* para o herbicida trifluralin visando avaliar o efeito residual dos herbicidas sobre a planta daninha.

Aos 21 e 35 dias após a semeadura (DAS) da trapoeraba foram avaliadas a porcentagem de controle visual da planta daninha, seguindo o mesmo procedimento do experimento de mobilidade.

### **3.2.2 Quantificação dos herbicidas no solo e na palha**

Os experimentos foram repetidos para a determinação da quantidade de herbicida retido na palha, no solo e dissipado. As condições de condução dos experimentos seguiram as mesmas descritas para nas mesmas descritas no item 3.1 e 3.2.1, com exceção do cultivo da planta indicadora.

A coleta de solo e palha para quantificação do residual de herbicidas foi realizada aos 42 dias após a aplicação. Para a coleta de solo foi utilizado cilindros com diâmetro de 2,5 cm e comprimento de 10 cm e, para a coleta de palha foi utilizada cilindros com diâmetro de quatro cm e três cm de comprimento coletando-se duas pequenas amostras de locais diferentes dos vasos e homogeneizadas ao longo das coletas. As amostras foram transferidas para saco plástico herméticos, acondicionadas no freezer e congeladas, para posterior análise. A quantificação foi realizada por cromatografia líquida de ultra performance acoplado de um espectômetro de massas (UHPLC/MS).

## **3. 3 Condições cromatográficas e de espectrometria de massa**

O UHPLC (cromatografia líquido de ultra performance) Nexera X2 (Shimadzu, Tóquio, Japão) é equipado com duas bombas LC - 30AD, um desgaseificador DGU – 20A<sub>5</sub>R, um auto - sampler Sil - 30AC, um forno de coluna CTO - 30AC e um CBM –20A controlador. A

separação ocorreu em uma coluna Restek (Pinnacle DB AQ C18 de tamanho 50 x 2,1 mm, com partículas de 1,9  $\mu\text{m}$ ). A operação do cromatográfico ocorreu com um fluxo de 0,20 mL min<sup>-1</sup>, volume de injeção de 5  $\mu\text{L}$  e as temperaturas do amostrador e do forno da coluna foram de 15 e 40 °C, respectivamente. A fase móvel A (água grau HPLC com 0,1% de ácido fórmico) e fase móvel B (acetonitrila grau HPLC). A eluição ocorreu de forma isocrática, para sulfentrazone, diclosulam e s-metolachlor, o fluxo continha 70% da fase móvel B, para flumioxazin e trifluralin, o fluxo era formado com 85% da fase móvel B.

O espectrômetro de massa triplo quadrupolo da série LCMS-8040 (Shimadzu, Tóquio, Japão) com fonte de ionização por eletrospray (ESI), foi operado nos modos de ionização positivo e negativo. Os parâmetros para o monitoramento de reações múltiplas (MRM) estão resumidos na tabela 1. A tensão de interface foi ajustada para 4,5 kV, temperatura da linha de dessolvatação foi de 250 °C, fluxo de gás nitrogênio de nebulização com 3 L/min; temperatura do bloco de 400 °C, fluxo de gás nitrogênio de secagem com 15 L/min; gás argônio de colisão com pressão de 230 kPa (Tabela 2).

**Tabela 2.** Parâmetros cromatográficos otimizados.

Herbicida	Tempo de retenção (min)	Quantificação			Confirmação		
		MRM transição m/z	DP (V)	CE (V)	MRM transição m/z	D (V)	CE (V)
Sulfentrazone	1,32	385,10 > 307,05	30	41	385,10 > 199,05	-18	30
Diclosulam	1,33	406,00 > 161,10	-30	-37	406,00 > 378,10	-19	-16
Flumioxazin	1,07	353,30 > 182,90	17	55	353,30 > 118,95	24	40
S-Metolachlor	1,72	284,20 > 252,20	-26	-15	284,20 > 176,30	-18	-25
Trifluralin	2,42	380,40 > 363,20	-24	-10	380,40 > 45,20	-17	-40

Monitoramento por reações múltiplas (MRM), Potencial de decomposição (DP) e Energia de colisão.

### 3.3.1 Parâmetros de desempenho do método

O método de extração foi validado para os seguintes parâmetros de desempenho, seletividade, linearidade, limite de detecção e quantificação, precisão, exatidão, efeito matriz e estudo de recuperação (ANVISA, 2017).

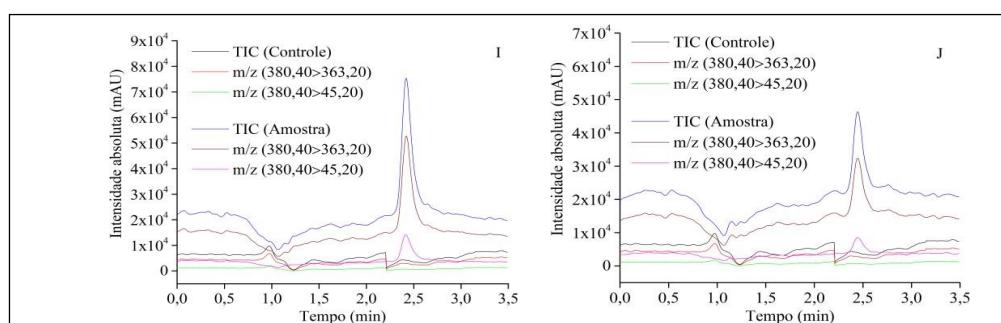
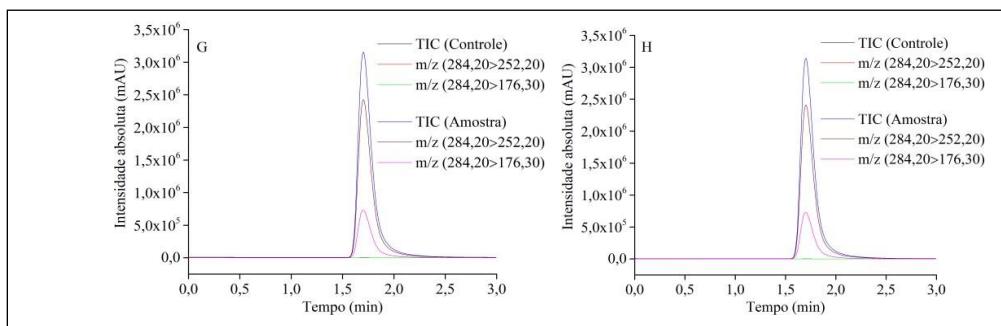
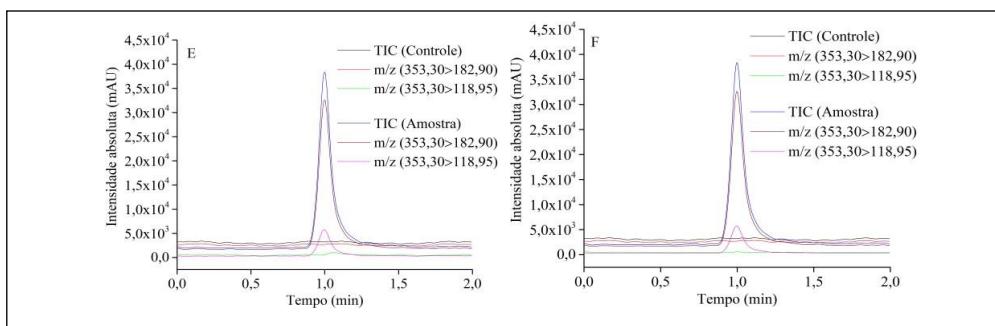
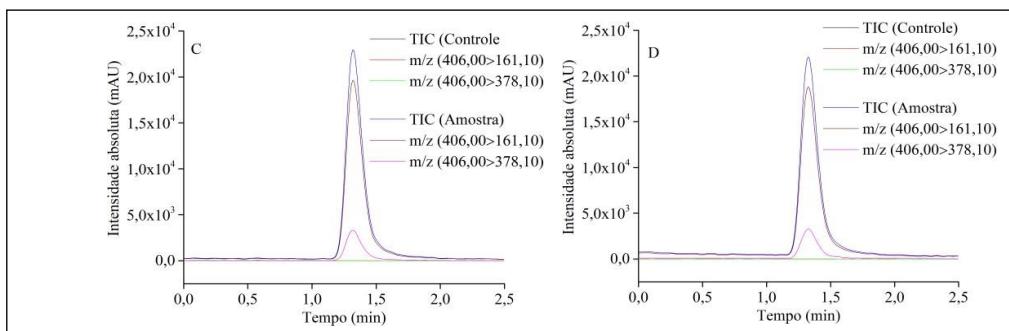
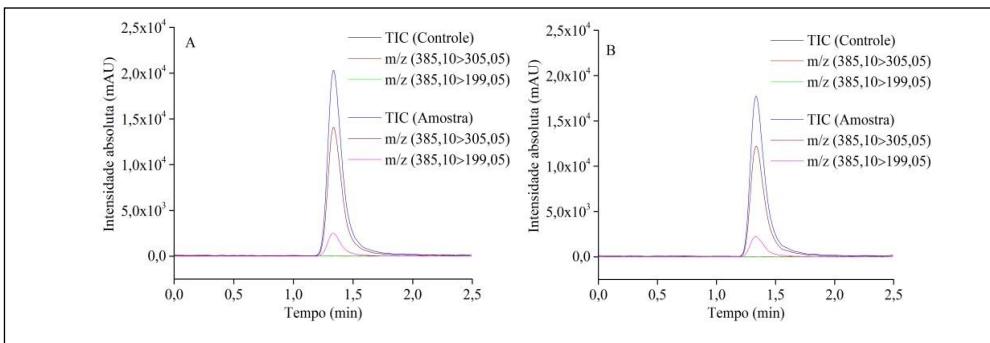
A seletividade do método foi avaliada através da comparação dos cromatogramas de MRM obtidos pelos extratos em branco e das amostras fortificadas para a concentração de 50  $\mu\text{g L}^{-1}$  em cada matriz de solo e palha. A linearidade foi avaliada a partir de 12 níveis de calibração com concentrações variando de 2,5 a 2500  $\mu\text{g L}^{-1}$ , preparados por diluições

sucessivas das soluções de trabalho. As amostras com concentrações superiores foram diluídas.

O limite de detecção (LD) e o limite de quantificação (LQ) foram calculados baseados nos parâmetros da curva de calibração, sendo o LD e LQ 3 e 10 vezes, respectivamente, o valor da relação do desvio padrão do coeficiente linear da regressão com o coeficiente angular da curva analítica. A repetibilidade do método trabalhado foi demonstrada por meio do desviopadrão relativo (RSD), calculado para seis medições consecutivas em três níveis de concentração (50, 500 e 2500  $\mu\text{g L}^{-1}$ ) de soluções dos padrões de sulfentrazone, diclosulam, flumioxazin, s-metolachlor e trifluralin.

O efeito matriz foi estudado pela comparação da inclinação de curvas de calibração com os mesmos níveis de concentração preparados nas matrizes (solo e palha) para cada herbicida e em acetonitrila (KACZYŃSKI, 2017). Os ensaios de recuperação foram determinados no solo e na palha em três níveis de fortificação, para os herbicidas sulfentrazone, diclosulam e flumioxazin as concentrações foram 10, 100 e 500  $\mu\text{g kg}^{-1}$ . Para o s-metolachlor e trifluralin as concentrações utilizadas foram 500, 1000 e 2500  $\mu\text{g kg}^{-1}$ , a determinação das concentrações utilizadas no ensaio foram determinadas a partir da maior dose de campo recomendada. Em tubos Falcon de 50 mL foi adicionado 5 g de solo ou de palha, seguido da adição de 1 mL da solução de incorporação. Estas amostras foram deixadas em repouso no escuro para completa evaporação do solvente, amostras que receberam apenas o solvente isento de herbicida foram submetidas as mesmas condições como controle, foram agitadas por 30 minutos, submetidas a um banho ultrassônico por 30 minutos e centrifugadas por 5 minutos. Após a extração de 1 mL do sobrenadante, soluções de amostra fortificadas e soluções de amostra não fortificadas foram utilizadas para quantificar a recuperação. Três repetições foram feitas para cada nível de concentração.

A ausência de sinais interferentes nos extratos em branco das matrizes no mesmo tempo de retenção do sulfentrazone, diclosulam, flumioxazin, s-metolachlor e trifluralin, considerando as respectivas transições de MRM, confirmaram a seletividade do método (Figura 7). Linearidade foi avaliada para as concentrações 2,5, 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 750, 1000, 1500 e 2500  $\mu\text{g L}^{-1}$ , a resposta do detector foi linear em todo intervalo de calibração. A regressão linear foi obtida pela plotagem da área do pico em cada nível em relação da concentração de cada injeção, a boa linearidade é alcançada pelos altos valores dos coeficientes de determinação ( $R^2$ ) (Tabela 3). Os baixos valores dos limites de detecção e quantificação obtidos (Tabela 1), revelam baixa sensibilidade do detector para identificar e quantificar a presença de resíduos de sulfentrazone, diclosulam, flumioxazin, s-metolachlor e trifluralin.



**Figura 7.** Cromatogramas (LC-MS/MS) nas matrizes de solo e de palha em branco e fortificado na concentração de 50  $\mu\text{g L}^{-1}$ . Para o solo A, C, E, G e I, na palha B, D, F, H e J, dos herbicidas sulfentrazone, diclosulam, flumioxazin, s-metolacloro e trifluralin, respectivamente.

**Tabela 3.** Parâmetros de validação do método analítico.

Substância	Matriz	Linearidade		Repetibilidade		LD ( $\mu\text{g/L}$ )	LQ ( $\mu\text{g/L}$ )	Efeito matriz (%)
		Intervalo ( $\mu\text{g/L}$ )	$R^2$	RSD (%)				
Sulfentrazone	Solo	2,5-2500	0,99	1,53-4,79		0,25	0,78	-10,03
	Palha							7,01
Diclosulam	Solo	2,5-2500	0,99	0,94-4,05		0,52	1,59	-7,01
	Palha							10,00
Flumioxazin	Solo	2,5-2500	0,99	0,44-2,65		0,66	2,00	6,98
	Palha							8,50
S-Metolachlor	Solo	2,5-2500	0,99	1,06-2,78		0,13	0,42	-12,00
	Palha							6,80
Trifluralin	Solo	2,5-2500	0,99	0,41-3,40		0,60	1,83	9,99
	Palha							12,01

RSD (desvio padrão relativo), LD (limite de detecção), LQ (limite de quantificação) e  $R^2$  (coeficiente de determinação).

A injeção consecutiva de seis amostras para cada uma das concentrações 50, 500 e 2500  $\text{mg L}^{-1}$ , revelou boa precisão, pois os valores encontrados do desvio padrão relativo (RSD) são inferiores a 20% (Tabela 3). Um efeito matriz positivo é indício de aumento de sinal, se for negativo, indica a supressão de sinal, conforme presentados na Tabela 3, na matriz do solo o sulfentrazone, diclosulam e s-metolacloro apresentaram sinal negativo, o flumioxazin e trifluralin sinal positivo. Na palha todos os herbicidas no presente estudo tiveram sinal positivo. Segundo Kaczyński, (2017), um efeito matriz menor que 20% é considerado pequeno, não sendo capaz de afetar significativamente a indicação do sinal. Como todos os valores encontrados para o ME estão abaixo de 20%, a influência que o solo e a palha causam na diminuição ou ampliação do sinal é considerada desprezível.

As recuperações percentuais obtidas no solo e na palha nas concentrações analisadas para sulfentrazone, diclosulam, flumioxazin, s-metolacloro e trifluralin estão entre 70 e 120%, com um RSD menor ou igual a 20%. Os resultados apresentados (Tabela 4) confirmam a efetividade do método na extração de resíduo dos herbicidas presentes nas matrizes (KACZYŃSKI, 2017).

**Tabela 4.** Recuperação percentual.

Substância	Matriz	Concentração					
		10 µg/kg		100 µg/kg		500 µg/kg	
		Recuperação (%)	RSD (%)	Recuperação (%)	RSD (%)	Recuperação (%)	RSD (%)
Sulfentrazone	Solo	91,21	3,35	105,62	3,98	91,82	1,81
	Palha	108,43	7,06	113,87	4,97	108,44	4,26
Diclosulam	Solo	94,70	1,20	91,11	1,16	95,57	1,95
	Palha	110,89	3,91	113,25	9,13	103,45	4,85
Flumioxazin	Solo	93,71	7,55	97,08	2,40	91,40	6,36
	Palha	112,16	3,17	104,22	2,85	107,68	2,77

Substância	Matéria	Concentração					
		500 µg/kg		1000 µg/kg		2500 µg/kg	
		Recuperação (%)	RSD (%)	Recuperação (%)	RSD (%)	Recuperação (%)	RSD (%)
S-Metolachlor	Solo	86,09	6,94	92,69	2,99	94,05	0,43
	Palha	106,42	8,65	111,24	5,74	107,15	2,20
Trifluralin	Solo	104,12	3,56	100,86	1,04	103,96	4,27
	Palha	109,07	4,53	102,74	4,17	103,63	4,36

RSD (desvio padrão relativo)

### 3.4 Análise estatística

Os dados gerados no experimento foram submetidos à análise da variância - ANOVA ( $p \leq 0,05$ ) pelo programa R Studio e as figuras feitas pelo programa SigmaPlot (versão 12.5 para Windows). Os dados de massa seca da parte aérea foram transformados em porcentagem de redução de massa seca em comparação com a testemunha, foi calculada seguindo a equação (BARROS et.al, 2021):

$$RM = 100 - \frac{(\text{Massa seca da planta tratada} \times 100)}{\text{Massa seca da testemunha}}$$

Os dados obtidos nas análises cromatográficas foram convertidos em µg com base na dose de campo aplicada, este foi normalizado para quantidade de herbicida aplicado no vaso e transformado em porcentagem de herbicida na palha, no solo e o dissipado, de acordo com a equação:

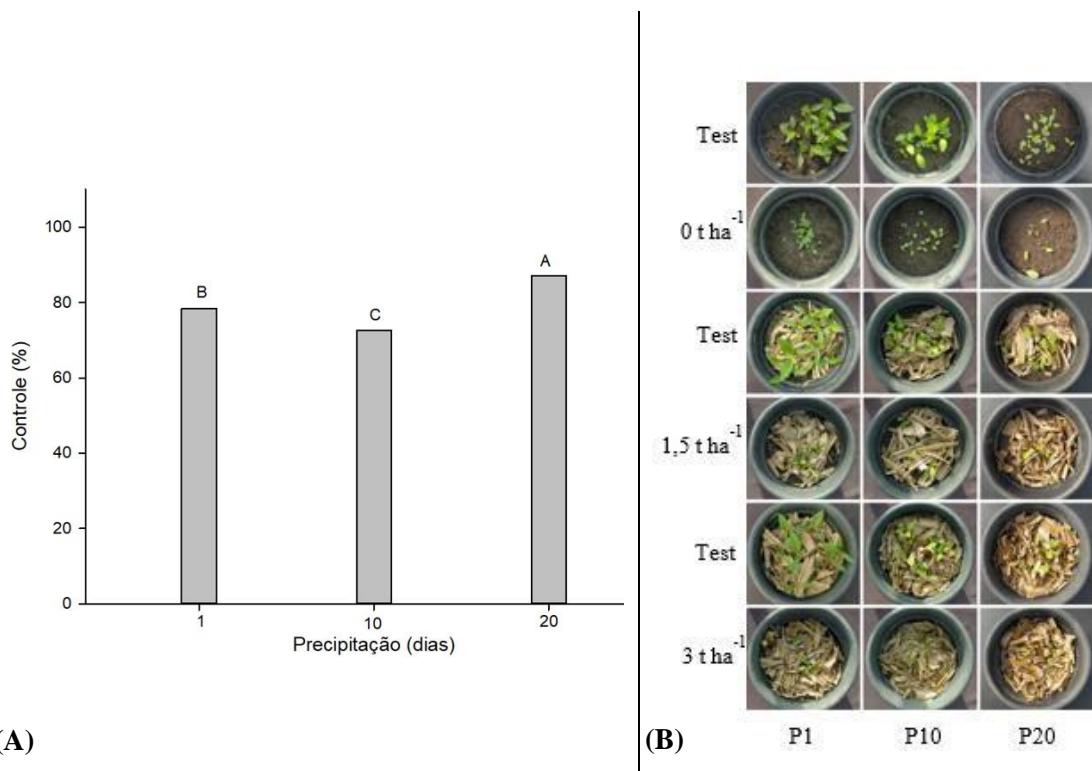
$$\% = 100 \times \frac{\mu\text{g Total}_{\text{solo/palha}}}{(\mu\text{g}_{\text{solo}} \times \text{Kg do solo})}$$

$$\% \text{ Dissipado} = 100 - (\% \text{ Herb solo} + \% \text{ Herb palha})$$

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

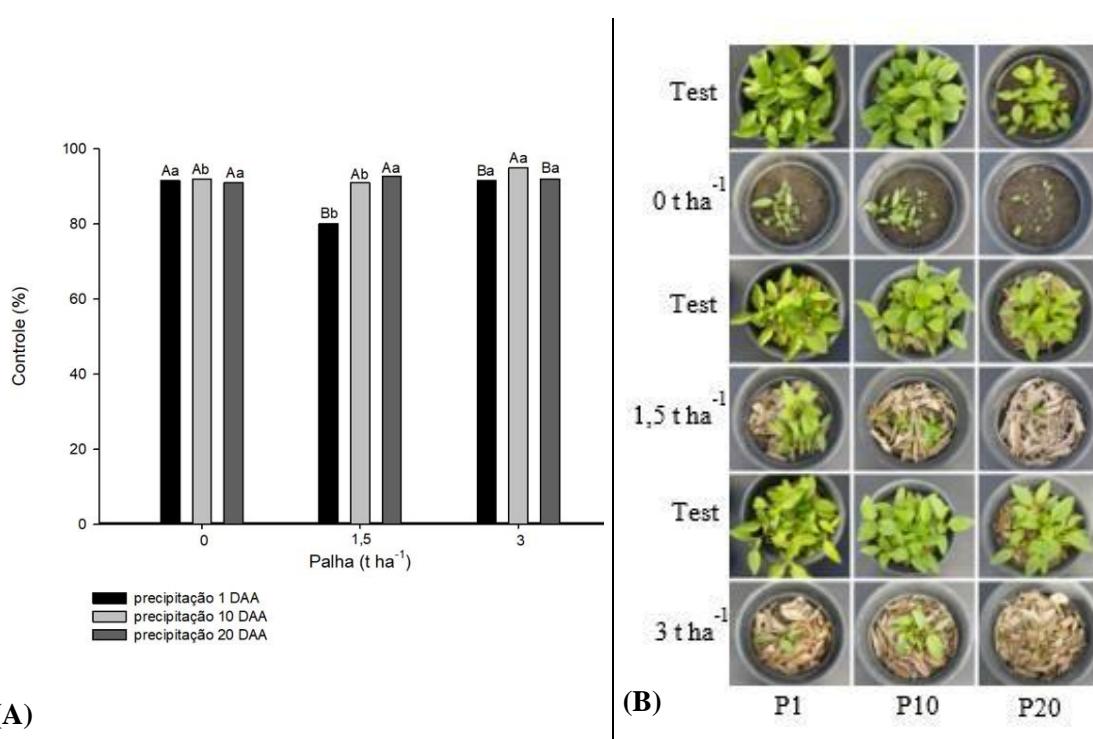
### 4.1 Diclosulam

Aos 14 DASP, foi observado que apenas os períodos de precipitação tiveram diferença significativa para controle do herbicida diclosulam (Figura 8A). No tratamento em que a precipitação ocorreu aos 20 dias após aplicação do herbicida foi o que apresentou maior eficácia de controle da trapoeraba, sendo este de 87% (Figuras 8A e B)



**Figura 8.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 14 dias após a simulação de precipitação (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $\text{t ha}^{-1}$  (B). PDPA/UFRRJ (2020).

Aos 21 DASP, houve interação entre os fatores palha e precipitação. Foi constatado controle acima de 90% das plantas na ausência de palha em todos os períodos de precipitação (Figuras 9A e B). Na presença de palha de 1,5  $\text{t ha}^{-1}$  a eficácia de controle do diclosulam foi superior a 80% independentemente do período de seca. Na maior quantidade de palha (3,0  $\text{t ha}^{-1}$ ) o controle de trapoeraba obtido foi superior a 95% em todas as precipitações avaliadas. Esses resultados apontam que a precipitação correspondente a 20 mm, até 20 dias após a aplicação, foi suficiente para favorecer o transporte do herbicida através da palha, independente do teor de palha avaliado.



**Figura 9.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a simulação de precipitação (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $t\ ha^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Em todos os tratamentos avaliados, o herbicida diclosulam causou menor acúmulo de matéria seca da trapoeraba, com redução superior a 83% (Tabela 5). Esses resultados corroboram com a resposta de controle (Figuras 9A e B), onde os tratamentos apresentaram excelentes controles da espécie. As plântulas emergidas apresentaram em sua maioria sintomas do herbicida, como necrose nos pontos de crescimento e com ausência de desenvolvimento. Nestes casos, a maioria das plântulas morreram em poucos dias ou tiveram seu crescimento paralisado, o que resultou em um controle elevado mesmo na presença de plantas germinadas.

**Tabela 5.** Redução de massa seca (%) da *Commelina benghalensis* L ocasionada pelo diclosulam aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida.

Redução de Massa Seca (%)			
	Palha (t ha <sup>-1</sup> )		
Períodos (dias)	0 t ha <sup>-1</sup>	1,5 t ha <sup>-1</sup>	3 t ha <sup>-1</sup>
1	92Aa	83Cb	93Aa
10	93Aa	88Bb	91Aa
20	88Bc	98Aa	93Ab

F<sub>período\*palha</sub> = 39,55  
 CV (%) = 1,89

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a P ≤ 0,05 pelo teste de Tukey.

De modo geral, os herbicidas inibidores da ALS apresentam características importantes como a sua mobilidade e persistência no solo, além de terem seu comportamento fortemente influenciado pelos teores de matéria orgânica e umidade do solo. A degradação desses herbicidas é principalmente por via microbiana, sendo sua degradação pela luz insignificante (SENSEMANN, 2007).

As características físico-químicas do diclosulam, como baixo valor de Kow e Koc, associados a uma solubilidade mediana, favorecem a mobilidade do herbicida na palha após a precipitação. Carbonari et. al. (2008) observaram que a aplicação do diclosulam na dose de 25,2 g ia ha<sup>-1</sup> na palha do sorgo seguida de uma lâmina de chuva de 30 mm foi eficaz na lixiviação do herbicida em até 35 dias após a aplicação, garantindo a eficiência no controle de *I. grandifolia* e *S. rhombifolia*. Além disto, devido as características de ácido fraco do herbicida e baixo Kd, as características do solo têm sua importância na mobilidade deste no solo. Neste ensaio, o solo apresentava pH 5,19 superior ao pka do herbicida que é 4,09, o que indica predominância na forma aniónica garantindo menor sorção e persistência, e maior disponibilidade para movimentação no perfil do solo.

Os resultados sugerem que o diclosulam não sofreu influência da palha visto que apresenta mobilidade em resíduos vegetais e que os períodos de seca não interferiram na sua disponibilidade se mantendo ativo ao longo dos dias garantindo controle eficaz da trapaeraba no solo. A ausência de fotodegradação também auxilia neste processo, pois mesmo nos períodos sem chuva, onde o produto permanece exposto a luz do sol após aplicação, o mesmo não é degradado, permanecendo disponível para ser levado ao solo após a chuva.

Os resultados obtidos por diclosulam nas análises de quantificação no solo e na palha aos 42 dias após sua aplicação apresentaram diferenças estatísticas e interação entre os fatores analisados (Tabela 6). Foi observado que o maior nível de palha reteve mais herbicida quando

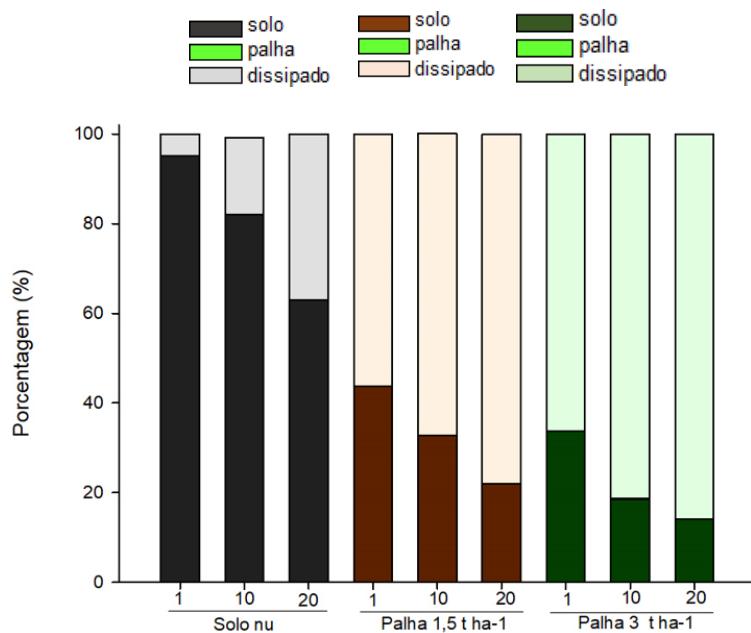
comparado ao equivalente a 1,5 t ha<sup>-1</sup>. No período de 1 dia sem ocorrência de chuva para a palha 1,5 t ha<sup>-1</sup> a transposição do herbicida foi menor, equivalente a 0,0760 µg, em relação aos períodos de 10 e 20 dias sem chuva. Para a palha equivalente a 3 t ha<sup>-1</sup> a menor transposição foi observada nos períodos de 1 e 10 dias sem chuva, em comparação ao período de 20 dias sem ocorrência de chuva. Visto que o resíduo na palha foi muito diminuído, o mesmo não foi possível ser verificado no gráfico (Figura 10).

Nas análises do herbicida que chegou ao solo, independente da presença de palha no solo, foi observado maior quantidade de herbicida nos tratamentos que receberam chuva 1 dia após aplicação. Já na presença de palha, a quantidade de herbicida encontrado no solo foi inferior a 50% daquela obtida nos tratamentos sem palha (Tabela 6, Figura 10). Entretanto, a quantidade do herbicida que chegou ao solo garantiu o controle da espécie avaliada similar aos tratamentos sem palha, como observado nas figuras 8 e 9.

**Tabela 6.** Resultado para a quantificação do herbicida diclosulam em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 159,60 µg.

Períodos (dias)	Palha (µg)			Solo (µg)		
	1,5	3	0	1,5	3	
1	0,0760Ab	0,1601Aa	151,70Aa	69,70Ab	53,83Ac	
10	0,0446Bb	0,1591Aa	132,11Ba	52,21Bb	29,66Bc	
20	0,0396Bb	0,1199Ba	100,53Ca	34,97Cb	22,50Bc	
$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 17,23$			$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 4,97$			
$CV (\%) = 9,09$			$CV (\%) = 7,3$			

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.

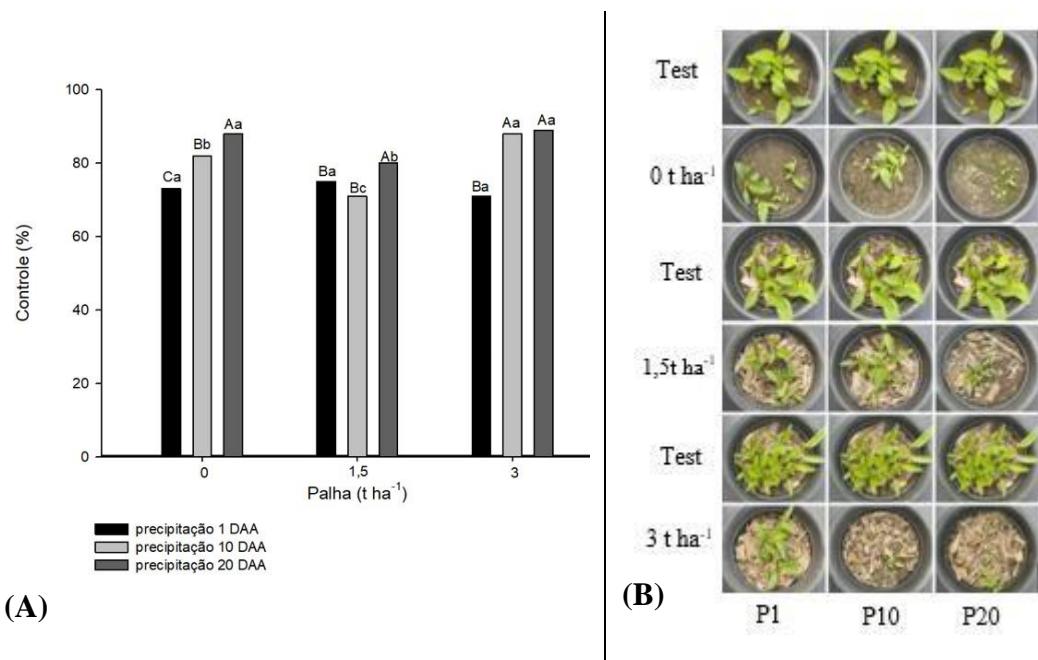


**Figura 10.** Quantificação do herbicida diclosulam em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.

Em relação ao valor dissipado do diclosulam na ausência de palha (Figura 10), foram observadas perdas de 5, 17 e 37% respectivamente para os períodos de 1, 10 e 20 dias de simulação de chuva após aplicação. Na presença de palha, o diclosulam foi dissipado em 56, 67 e 78% (concentração de 1,5 t ha<sup>-1</sup>) e 66, 81 e 85% (concentração de 3 t ha<sup>-1</sup>), respectivamente para os períodos de precipitação 1, 10 e 20 dias de simulação de chuva após aplicação. Quando o herbicida aplicado no ambiente atinge o solo, ele pode seguir diferentes rotas (LAVORENTI et. al., 2003) e sofrer processos de degradação, absorção, metabolização e formação de resíduo ligado. Segundo Lavorenti et. al. 2003, após avaliarem a dissipação do diclosulam num Latossolo Vermelho Distroférrico cultivado por dez anos sob plantio direto e convencional, foram observadas, após 119 dias de sua aplicação, taxas de mineralização de 13,9 e 11,2%, metabolização de 29,6 e 27,4% e de resíduo ligado 29 e 23,4%, o que resultou em 73 e 62% de dissipação no solo cultivado sob plantio direto e convencional.

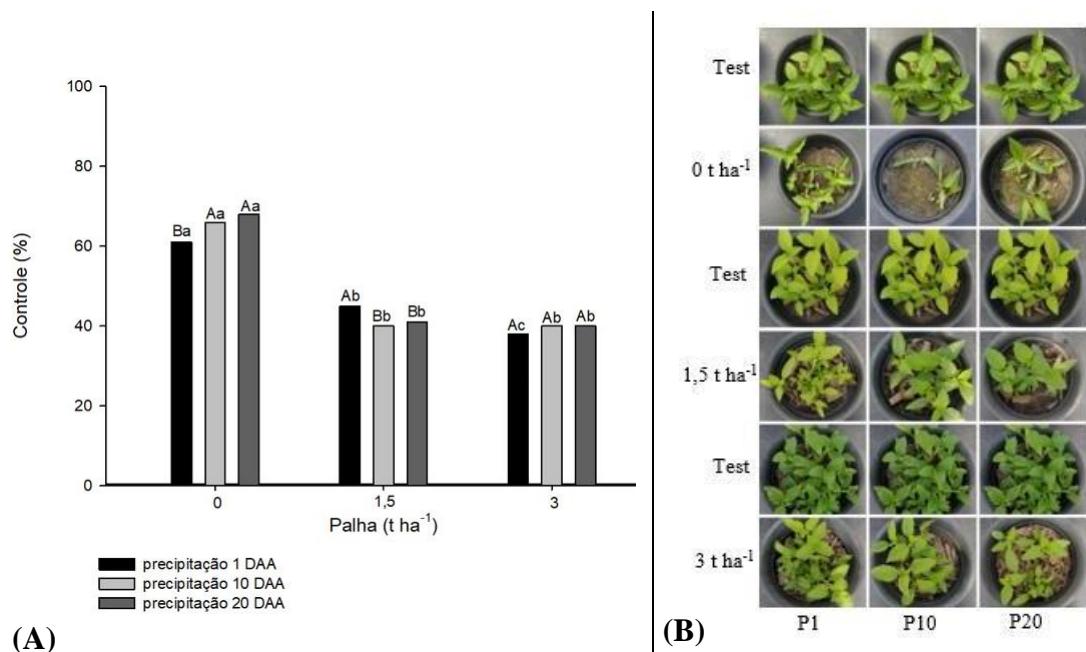
Na avaliação da atividade residual do diclosulam aos 42 dias após sua aplicação, houve interação entre os períodos de precipitação e os níveis de palha avaliados (Figura 11).

Aos 21 dias após a semeadura da trapoeraba para avaliação do residual (DAS), na ausência de palha durante o período mais longo de 20 dias sem ocorrência de chuva obteve-se 88% de controle, em contrapartida, nos períodos de 1 e 10 dias apresentou taxa de controle da espécie trapoeraba de aproximadamente de 73 e 82% (Figura 11A). Na presença de palha de  $1,5\text{ t ha}^{-1}$  foi observado que no tempo mais longo de 20 dias sem ocorrência de chuva o controle foi de 80%, e nos demais períodos de 1 e 10 dias o controle não foi superior a 75%. Com  $3\text{ t ha}^{-1}$  de palha de milho sobre o solo obteve-se controle de 89% nos períodos de seca de 10 e 20 dias e no período de 1 dia o controle foi de 71% (Figura 11B). Este resultado era esperado, visto que para os tratamentos que receberam a chuva 1 dia após a aplicação o efeito residual do herbicida é menor do que para aqueles no qual a chuva ocorreu posteriormente. Isto se deve as características do herbicida quanto ao seu baixo  $K_d$  que deve ter proporcionado uma menor disponibilidade do herbicida no solo.



**Figura 11.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e  $3,0\text{ t ha}^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Aos 35 DAS (77 dias após aplicação do herbicida) houve redução no controle em todos os tratamentos (Figura 12A). Na ausência de palha, a eficácia de controle do diclosulam não foi superior a 68% independentemente do período de precipitação. Nos tratamentos com palha sobre o solo, independentemente da quantidade de palha, o controle não foi superior a 45% em todos os períodos de precipitação avaliados (Figura 12A). As plantas emergidas na ausência de palha apresentaram levemente os sintomas de enrolamento do meristema causado pelo herbicida. Já na presença de palha, houve redução no número de plantas germinadas em comparação a testemunha, entretanto as plantas emergidas apresentaram bom desenvolvimento sem efeito do herbicida (Figuras 12A e B).



**Figura 12.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida diclosulam em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $t \text{ ha}^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Nas avaliações de efeito residual, os menores valores de controle podem estar associados a menor disponibilidade do diclosulam na solução do solo devido a sua degradação. Os principais fatores que influenciam na adsorção do diclosulam são o teor de umidade e a matéria orgânica. Como o experimento foi conduzido sem restrição hídrica após as simulações

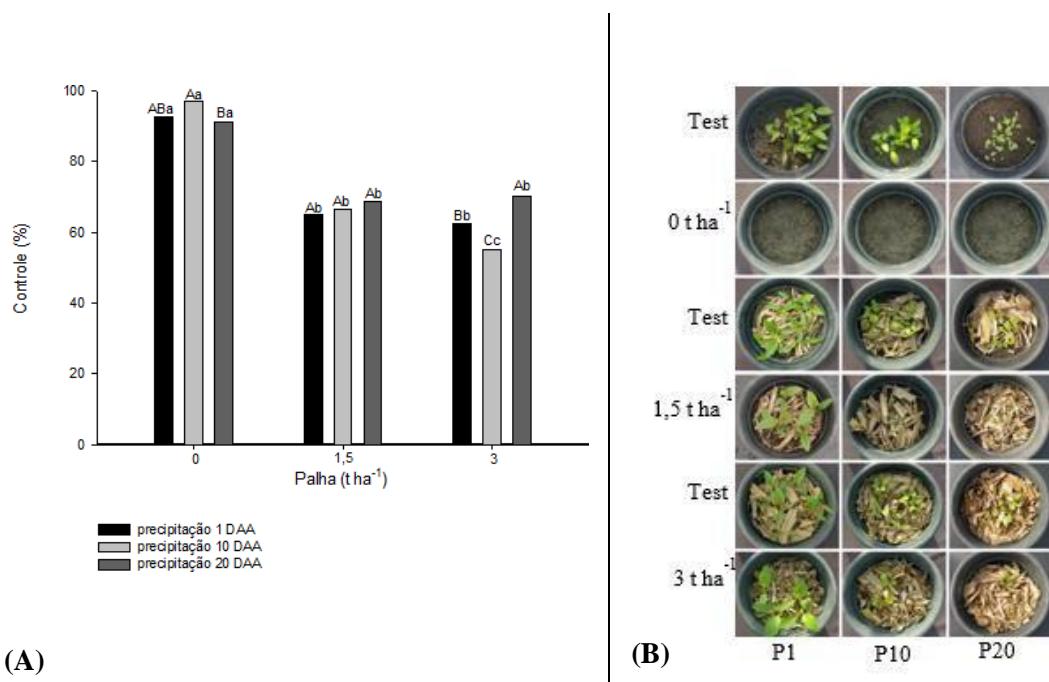
de chuva, com irrigação equivalente a 4 mm diariamente, isto pode ter favorecido a atividade microbiana do solo e consequentemente a degradação do herbicida.

No entanto, nestas condições de solo com 83,9% de areia, 6,9% de argila e pH 5,19, também pode ter ocorrido lixiviação do herbicida, já as perdas por lixiviação são favorecidas em solos arenosos ou com menores teores de matéria orgânica (CHRISTOFFOLETI et al., 2008). O pH do solo pode ter contribuído para a degradação do diclosulam visto que as moléculas disponíveis estão na forma aniónica, as quais se tornam mais polares e solúveis, e assim mais suscetíveis ao ataque microbiano (LAVORENTI et. al., 2003).

Vale ressaltar, que o diclosulam é um ácido fraco, que apresenta baixa intensidade de sorção avaliada pelo parâmetro de coeficiente de partição ( $K_d$ ) e apresenta baixa persistência no solo, dependendo das condições edafoclimáticas (LAVORENTI et. al., 2003).

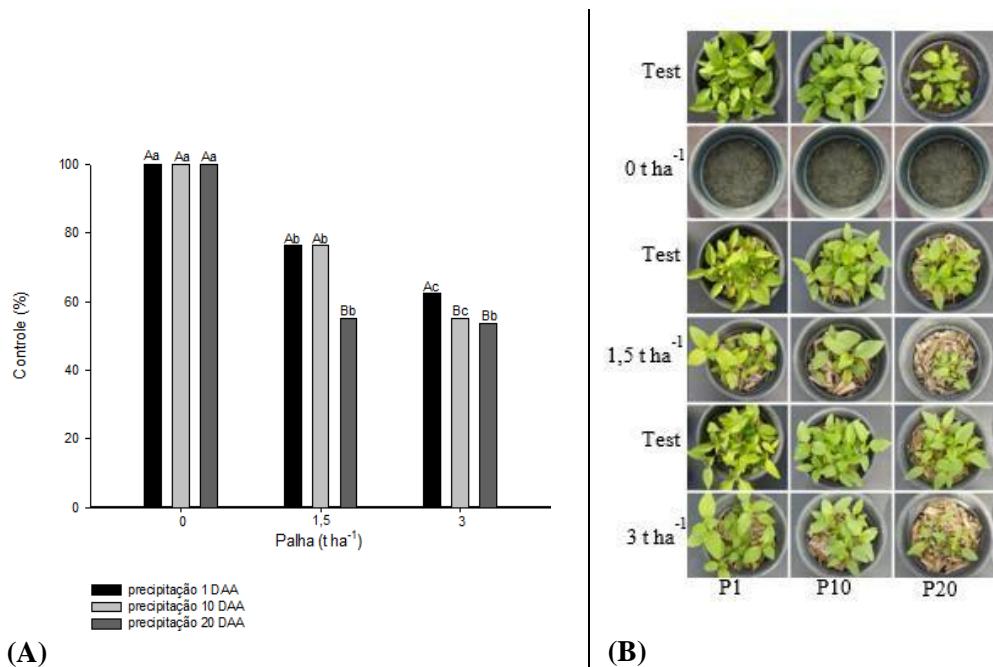
#### 4.1.2 Flumioxazin

Para o herbicida flumioxazin houve interação entre os períodos de precipitação e os diferentes níveis de palha, nas avaliações de controle de trapoeraba aos 14 e 21 dias após simulação da precipitação (Figuras 13 e 14). Aos 14 DASP (Figuras 13 A e B) na ausência de palha a eficácia do herbicida foi excelente, sendo superior a 90% em todos os períodos de precipitação avaliados. Em contrapartida, na presença de palha (1,5 e 3,0 t  $ha^{-1}$ ), a eficácia observada foi de no máximo 68%, independentemente dos períodos de precipitação, demonstrando um efeito significativo da palha sobre o herbicida flumioxazin.



**Figura 13.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 14 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem entre si a P ≤ 0,05 pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Na ausência de palha, aos 21 DASP, o controle obtido foi de 100% em todos os períodos de precipitação (Figuras 14A e B). Na presença de palha (1,5 t ha<sup>-1</sup>) o controle foi aproximadamente 75% para os períodos de precipitação 1 e 10 DASP, e de 55% para o período de precipitação 20 DASP. Na maior intensidade de palha (3 t ha<sup>-1</sup>) houve redução no controle sendo estes de aproximadamente 60%. De modo geral, o fator palha afetou diretamente a eficácia do herbicida flumioxazin, independentemente do intervalo entre a aplicação e a precipitação, impedindo o herbicida de chegar em quantidade suficiente para o controle eficaz do alvo no solo.



**Figura 14.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a simulação de precipitação (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem entre si a P ≤ 0,05 pelo teste de Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

A redução na massa seca das plantas de trapoeraba proporcionada pelo herbicida flumioxazin aos 21 DASP, demonstrou interação entre os períodos de precipitação e os diferentes níveis de palha (Tabela 7), seguindo a mesma tendência dos dados de controle para o mesmo período. Nos tratamentos sem palha, houve morte das plantas, ou seja, redução de 100% na massa seca observada, independente da precipitação. Já na presença de palha, independentemente da quantidade desta, o período de precipitação de 20 DASP resultou na menor redução de massa seca, sendo esta de 54%, não superando 63% nos demais níveis de precipitação avaliados.

**Tabela 7.** Redução de massa seca (%) da *Commelina benghalensis* L ocasionada pelo flumioxazin aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação doherbicida. Seropédica/RJ-2021.

Períodos(dias)	Redução de Massa Seca (%)		
	0 t ha <sup>-1</sup>	1,5 t ha <sup>-1</sup>	3 t ha <sup>-1</sup>
1	100Aa	63Ab	61Ab
10	100Aa	63Ab	63Ab
20	100Aa	54Bb	54Bb

$$F_{\text{período*palha}} = 6,56$$

$$CV \% = 3,2$$

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.

Neste ensaio, a presença de palha resultou em perda de eficácia do herbicida, independente do período de precipitação avaliado. Estes resultados sugerem que o herbicida foi interceptado pela palha e consequentemente não atingiu o solo em quantidade suficiente para o controle do alvo. As características físico-químicas do herbicida flumioxazin, como a baixa solubilidade, alto Kow, indicam uma baixa mobilidade em resíduos vegetais (CHRISTOFFOLETI et al., 2008). Ainda, o herbicida flumioxazin é suscetível a fotodegradação (SENSEMANN, 2007), o que pode justificar o controle levemente inferior nas precipitações 20 dias após aplicação, visto que o produto ficou exposto a luz solar.

Trabalho realizado por Carbonari et. al., (2009) com as palhas de milho e aveia para o controle das plantas daninhas *Brachiaria decumbens*, *Bidens pilosa*, *Sida rhombifolia*, *Ipomea nil*, *Ipomea grandifolia* e *Digitaria* spp após 1, 15, 30 e 60 dias sem a ocorrência de chuva,

destacou que houve redução de controle quando o período entre a aplicação e a ocorrências de chuvas foi superior a 30 dias, corroborando com os resultados obtidos nesta pesquisa. No presente estudo foi observado que independentemente da quantidade de palha sobre o solo reduziu o controle da trapoeraba.

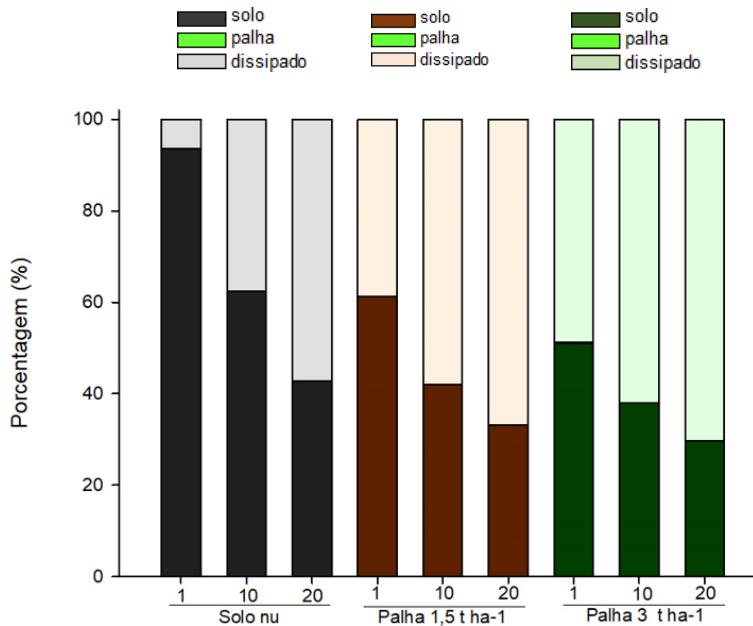
A quantificação do herbicida flumioxazin 42 dias após sua aplicação, resultou em interação significativa entre os fatores estudados (Tabela 8). Independentemente da quantidade de palha avaliado, foi obtida menor concentração de herbicida no tratamento com precipitação 20 dias após aplicação. Isto pode ter ocorrido devido a uma degradação do herbicida pela luz até o momento da simulação da chuva. O período de tempo que o herbicida permanece na palha sem ocorrência de chuva pode levar a intensificação na degradação da molécula pela fotólise, isto é, devido à baixa atividade microbiana na palha seca (CARBONARI et. al., 2009; MATOS et. al., 2016). Ainda, na palha de 3,0 t ha<sup>-1</sup> os valores obtidos foram aproximadamente 2,5 vezes maiores do que os encontrados na palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup>. Visto que o resíduo na palha foi muito diminuído, não foi possível ser verificado no gráfico (Figura 15).

Para a quantidade de herbicida encontrada no solo (Tabela 8, Figura 15), aos 42 dias após aplicação do herbicida flumioxazin, foi observado um efeito direto dos períodos de seca na quantidade remanescente de herbicida após a chuva. Ainda, nos tratamentos de solo cobertos com palha, desde o menor tempo de chuva, foram observados valores reduzidos do herbicida no solo, demonstrando o efeito direto da palha na interceptação e posteriormente eficácia, independente da precipitação.

**Tabela 8.** Resultado para a quantificação do herbicida flumioxazin em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 455,40 µg.

Períodos (dias)	Palha (µg)			Solo (µg)	
	1,5	3	0	1,5	3
1	0,1766Ab	0,4400Aa	433,54Aa	278,99Ab	232,93Ac
10	0,1466Ab	0,4133Aa	284,75Ba	191,24Bb	172,60Bb
20	0,0966Bb	0,2433Ba	194,90Ca	150,90Cb	135,19Cb
$F_{\text{período*palha}} = 16,95$			$F_{\text{período*palha}} = 14,04$		
$CV (\%) = 13,55$			$CV (\%) = 7,41$		

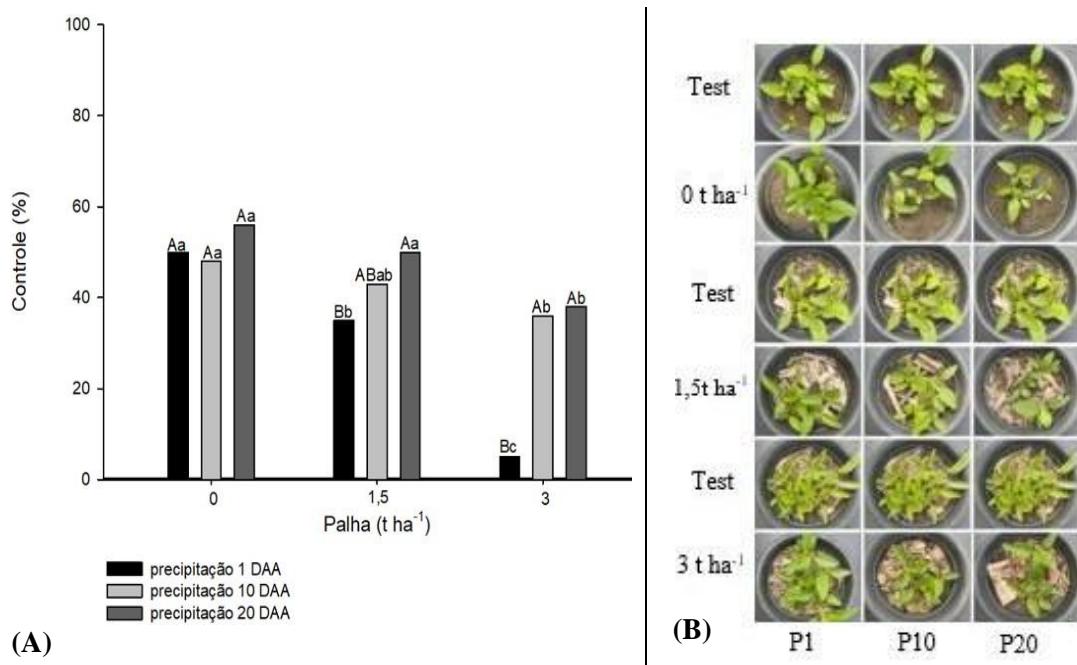
Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.



**Figura 15.** Quantificação do herbicida flumioxazin em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.

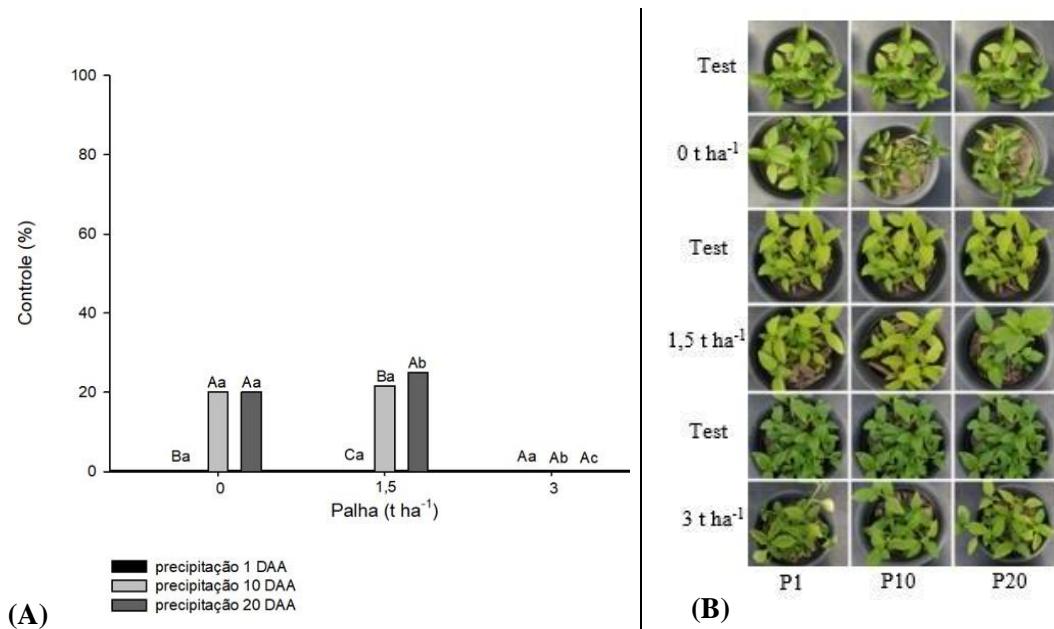
Com relação ao valor dissipado do herbicida flumioxazin, na ausência de palha e períodos de 1, 10 e 20 dias sem chuva, foram obtidos valores de 6, 37 e 57%, respectivamente. Para a palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup> os valores obtidos de herbicida dissipado correspondem a 38, 58 e 67%, enquanto na palha de 3 t ha<sup>-1</sup> foram de 49, 62 e 71%, respectivamente para 1, 10 e 20 dias de chuva após aplicação do herbicida.

Para efeito residual do herbicida flumioxazin, houve interação entre os períodos de precipitação e os níveis de palha avaliados, para todas as datas analisadas (Figura 16). Aos 21 DAS, na ausência de palha o controle obtido foi similar para todas as precipitações, sendo este de aproximadamente 50%. Na presença de palha, foi observado uma resposta às precipitações, onde controle superior foi obtido quando a chuva ocorreu 20 dias após aplicação do herbicida. Ainda, com palha de 3 t ha<sup>-1</sup> sobre o solo, o controle foi significativamente inferior ao observado na palha 1,5 t ha<sup>-1</sup>, sendo de 5% e de 38% respectivamente para as chuvas 1 e 20 dias após aplicação do herbicida (Figuras 16A e B).



**Figura 16.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $t\ ha^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Na avaliação aos 35 DAS, o herbicida apresentou controle insatisfatório (inferior a 20%) em todos os tratamentos avaliados, onde as plantas emergidas apresentaram bom desenvolvimento sem efeito do herbicida (Figura 17A e B). Estes resultados indicam que para o herbicida flumioxazin, 77 dias após a aplicação, a palha reteve grande parte do herbicida, impedindo-o de chegar em quantidade suficiente para promover um efeito residual prolongado no solo.

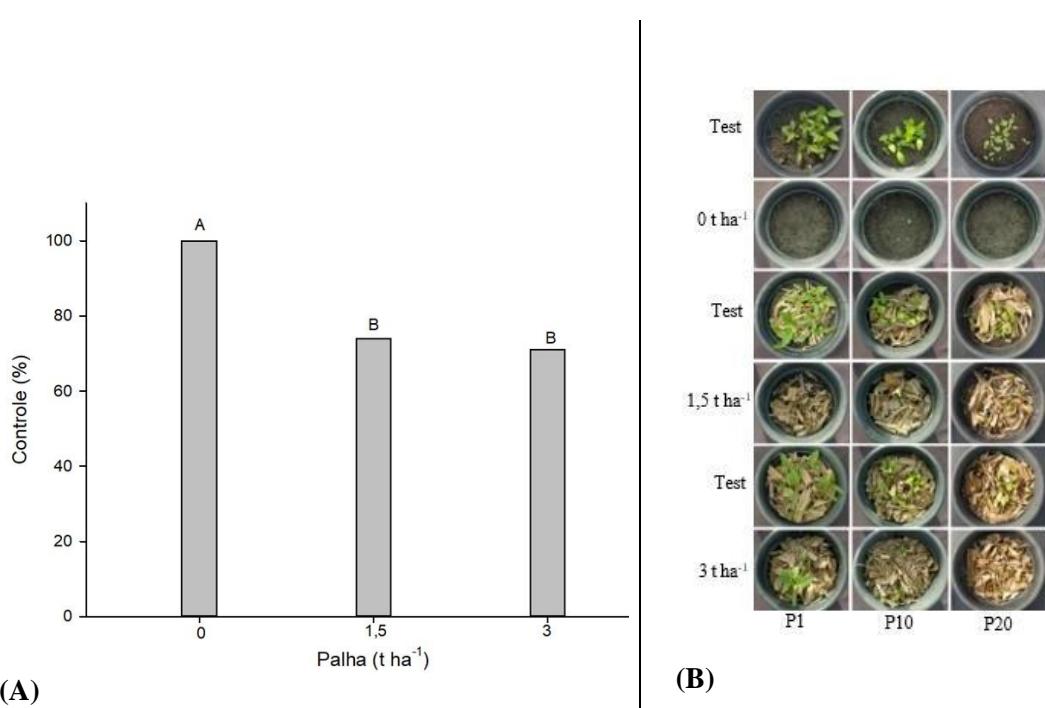


**Figura 17.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida flumioxazin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $t \text{ ha}^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Ferrell e colaboradores (2005) caracterizaram a adsorção e dessorção do flumioxazin em sete solos no sul dos Estados Unidos e observaram que o solo com teor de argila e matéria orgânica muito baixo proporcionou a menor adsorção do flumioxazin com  $K_f = 0,4$ . O solo utilizado neste estudo tem em sua composição 83,9% de areia, 6,9% de argila e 1,85% de  $C_{org}$  o que pode ter influenciado na baixa adsorção do herbicida no solo e consequentemente menor efeito residual. Associado a isto, ao seu baixo  $K_d$  e  $K_f$ , indicam uma baixa capacidade de movimentação deste herbicida no solo.

#### 4.1.3 S-metolachlor

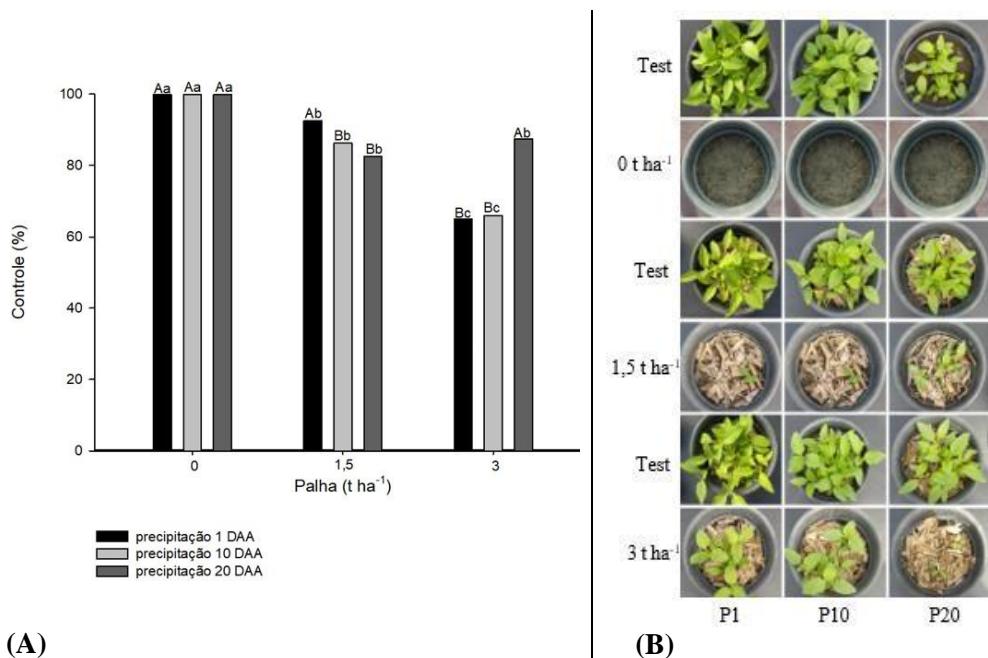
Para o herbicida s-metolachlor, na avaliação de 14 DASP, houve diferença significativa apenas para o fator palha (Figura 18). Na ausência de palha foi obtido 100% de eficácia no controle de trapoeraba. Na presença de palha de 1,5  $t \text{ ha}^{-1}$  e 3,0  $t \text{ ha}^{-1}$  o controle foi de 74% e 71%, respectivamente (Figuras 18A e B).



**Figura 18.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 14 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados do herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). PDPA/UFRRJ (2020).

Na avaliação de controle realizada aos 21 DASP verificou-se interação significativa entre os fatores analisados (Figura 19A). Na ausência de palha, independente da chuva, o controle observado foi de 100%. Para os tratamentos com palha 1,5 t ha<sup>-1</sup>, foi observado controle entre 80 e 90%, sendo o mais elevado para chuva 1 dia após aplicação, reduzindo nas demais precipitações. Na presença de palha de 3,0 t ha<sup>-1</sup>, o controle observado não ultrapassou 72% nos períodos de 1 e 10 dias e 87% no período de 20 dias sem ocorrência de chuva (Figuras 19A e B).

É possível que a palha tenha atuado como uma barreira física, interceptando grande parte do produto aplicado, tornando o herbicida s-metolachlor menos disponível no solo. Esta menor disponibilidade também pode estar relacionada à adsorção química do herbicida na palha ou fotodegradação, características desta molécula. Cabe destacar que as plantas emergidas se desenvolveram sem sintomas do herbicida como entumecimento dos tecidos e enrolamento do caulículo. Os resultados da redução na matéria seca da trapoeraba seguiram a mesma tendência dos dados de controle aos 21DASP (Tabela 9).



**Figura 19.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Os resultados da redução na matéria seca da trapoeraba seguiram a mesma tendência dos dados de controle aos 21DASP (Tabela 9).

**Tabela 9.** Redução de massa seca (%) da *Commelina benghalensis* L ocasionada pelo s-metolachlor aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida. Seropédica/RJ-2021.

Períodos (dias)	Redução de Massa Seca (%)		
	0 t ha <sup>-1</sup>	1,5 t ha <sup>-1</sup>	3 t ha <sup>-1</sup>
1	100Aa	99Aa	77Bb
10	100Aa	99Aa	77Bb
20	100Aa	80Bc	93Ab

$$F_{\text{período*palha}} = 841,72$$

$$CV \% = 0,77$$

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.

A retenção dos herbicidas na palha é um processo fortemente influenciado pela solubilidade do herbicida, assim como pela quantidade de palha no solo e pelo intervalo entre aplicação do herbicida e a ocorrência de chuva (MATOS et al., 2016). A fração do herbicida interceptada torna-se vulnerável a sorção, fotodegradação, volatilização e degradação microbiana. A capacidade de sorção do herbicida pela palha depende das características físico-químicas do herbicida (CARBONARI et. al., 2016). O s-metolachlor, apresenta moderada solubilidade em água ( $480 \text{ mg L}^{-1}$  a  $20^\circ\text{C}$ ), alto  $K_{\text{ow}}$  e degradação principalmente pela luz solar, características físico-químicas que justificam os níveis de controle baixos na presença de palha.

Resultados semelhantes foram observados por Correia et al. (2012), que avaliaram o controle de *P. maximum* pelo herbicida s-metolachlor aplicado sobre palha de cana-de-açúcar e diferentes intervalos de precipitação, observando controle mais eficiente na ausência de palha.

A sorção do s-metolachlor é positivamente correlacionada com o conteúdo de matéria orgânica e argila do solo, onde uma variação da matéria orgânica de 0,9 a 5,7% o coeficiente de sorção ( $K_d$ ) do s-metolachlor aumentou em aproximadamente seis vezes (WEBER et.al., 2003). No solo deste ensaio, com 1,85% de  $C_{\text{org}}$ , 6,9% de argila e 83,9% de areia, a sorção do herbicida s-metolachlor no solo não é favorecida.

As análises de quantificação para o herbicida s-metolachlor apresentaram diferenças significativas e interação entre os fatores estudados (Tabela 10). No tratamento que recebeu 1,5 t ha<sup>-1</sup> de palha foi observado maior transposição do herbicida no período de 1 dia após a precipitação, já para os períodos de 10 e 20 dias sem chuva maior concentração de herbicida foi encontrado na palha. A mesma tendência foi observada no tratamento com 3 t ha<sup>-1</sup> de palha. O resíduo na palha que foi muito diminuído, não foi possível ser verificado no gráfico (Figura20).

Para o solo, a quantidade de s-metolachlor aplicado correspondeu a 7294,68 µg, onde na ausência de palha foi possível recuperar 6071,37 µg no período de 1 dia sem chuva, sendo esta recuperação menor com a seca, chegando a 4183,70 µg com chuva aos 20 dias após aplicação. Isto indica que o intervalo entre aplicação do herbicida e a ocorrência de chuva

motivou os menores valores encontrados no solo. Na presença de palha, a resposta a precipitação foi semelhante, entretanto com valores inferiores aos encontrados na ausência de palha para todos os tratamentos. Para palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup> e 3,0 t ha<sup>-1</sup>, respectivamente, foram recuperados 5607,95 µg e 3039,49 µg do herbicida no período de 1 dia sem chuva (Tabela 10).

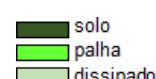
A estimativa de dissipação do s-metolachlor, até aos 42 dias após a sua aplicação, foi em 16, 25 e 42%, respectivamente, para 1, 10 e 20 dias sem chuva na ausência de palha. Na presença de palha, obteve-se 23, 53 e 65% de s-metolachlor dissipado na palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup> nos períodos de precipitação 1, 10 e 20 dias, respectivamente. Para tratamento 3,0 t ha<sup>-1</sup> de palha foi estimada uma dissipação de 58, 71 e 77% de s-metolachlor (Figura 20). Os altos valores de dissipação encontrados podem estar relacionados a absorção, metabolização e degradação do herbicida no ambiente (LONG et al., 2014).

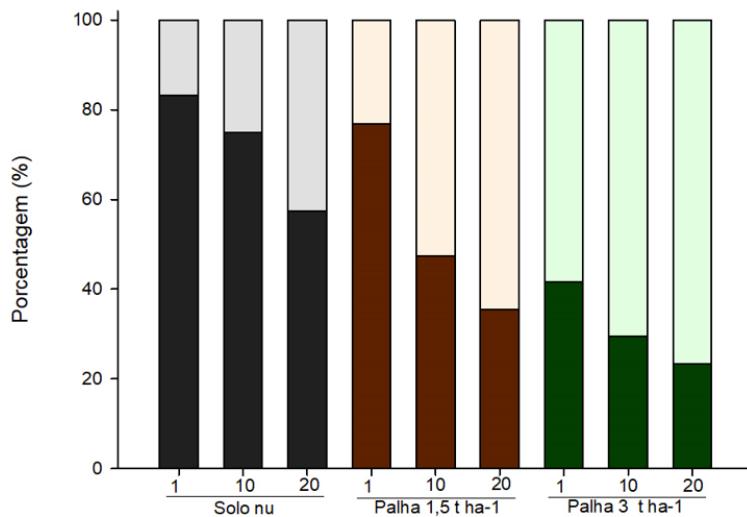
**Tabela 10.** Resultado para a quantificação do herbicida s-metolachlor em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 7294,68 µg.

Períodos (dias)	Palha (µg)			Solo (µg)	
	1,5	3	0	1,5	3
1	0,0625Bb	1,5452Ba	6071,37Aa	5607,95Ab	3039,49Ac
10	0,3805Ab	1,8674Aa	5463,30Ba	3456,04Bb	2158,09Bc
20	0,3748Ab	1,0631Ca	4183,70Ca	2585,42Cb	1709,03Cc

$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 28,29$        $F_{\text{período} \times \text{palha}} = 431,90$   
 $CV (\%) = 14,45$        $CV (\%) = 1,13$

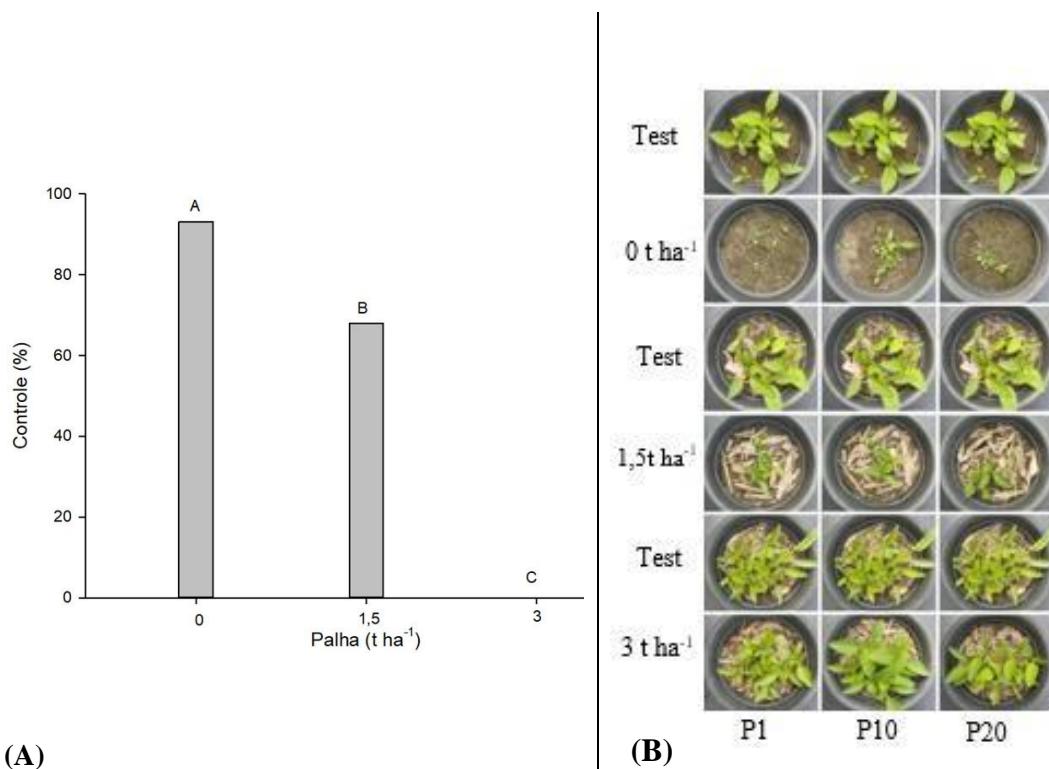
Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.





**Figura 20.** Quantificação do herbicida s-metolachlor em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.

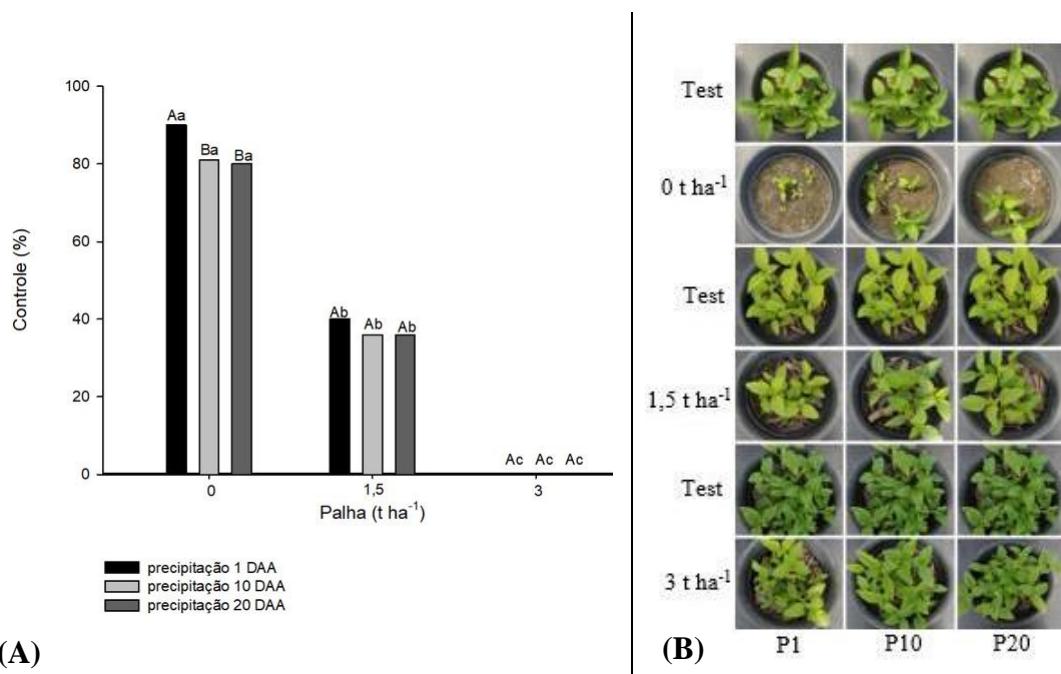
Na avaliação da atividade residual do herbicida s-metolachlor aos 21 DAS, não houve interação entre os fatores, mas teve diferença significativa para efeito da palha (Figuras 21A e B). Os controles obtidos foram respectivamente de 92, 65 e 0%, respectivamente na ausência de palha, palha de 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (Figuras 21A e B).



**Figura 21.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). PDPA/UFRRJ (2020).

Aos 35 DAS, houve interação entre os períodos de precipitação e os níveis de palha (Figura 22A). Na ausência de palha, houve diferença estatística entre os períodos de precipitação, com controle de 90% para o período de 1 dia sem chuva e de 80% aos 20 dias sem chuva.

Quando presente a palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup> a eficácia de controle não foi superior a 40% independentemente dos períodos sem ocorrência de chuva. Quando depositava uma palha de 3 t ha<sup>-1</sup> sobre o solo o s-metolachlor apresentou 0% de controle da trapoeraba (Figura 22).

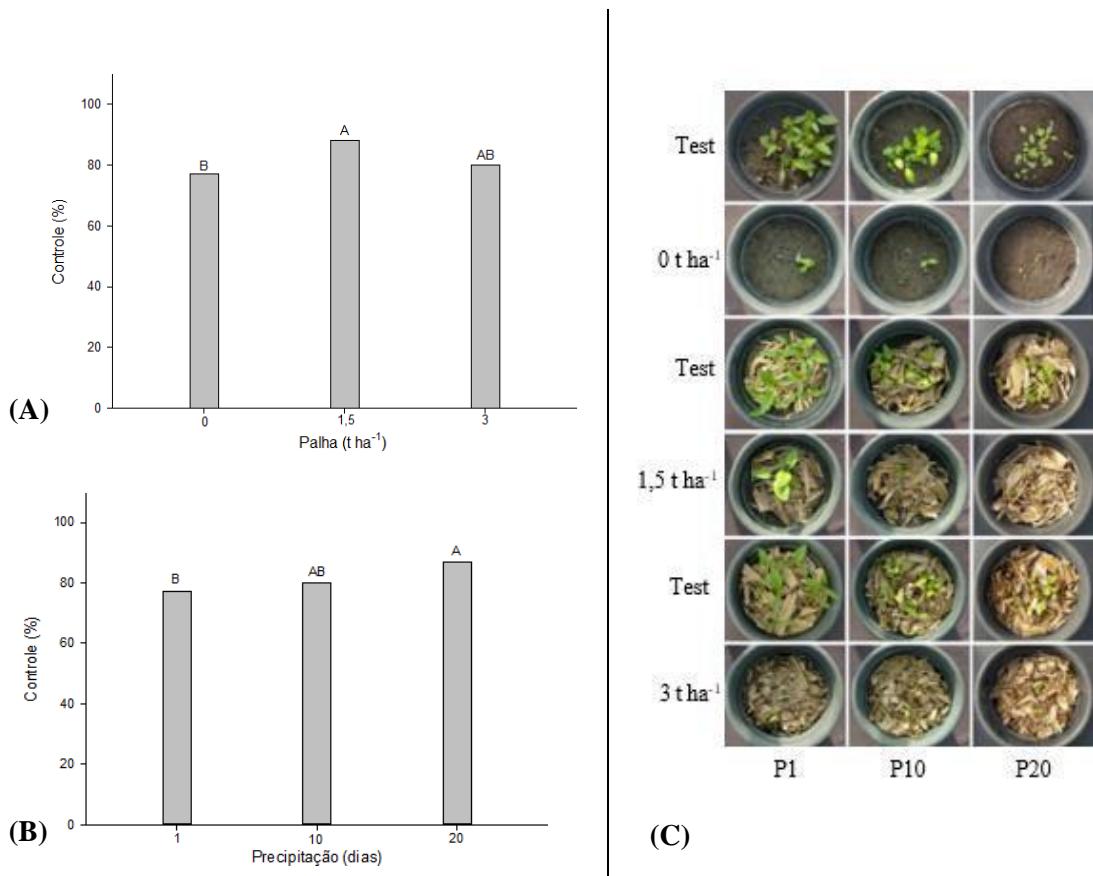


**Figura 22.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida s-metolachlor em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

A atividade residual do s-metolachlor foi fortemente influenciada pelo incremento do conteúdo de palha sobre o solo, reduzindo drasticamente com o aumento no teor de palha. O herbicida s-metolachlor possui alto Kow, alto Kd o que conferem a este herbicida maior capacidade de retenção ao carbono orgânico e aos restos vegetais. Inoue et. al. 2011 avaliaram a atividade residual do s-metolachlor em solos com texturas arenosa e argilosa e constataram que para as amostras arenosas o s-metolachlor controlou a bioindicadora em 80% até 52 dias após a sua aplicação e no solo argiloso apresentou controle de 96% até 80 dias após a sua aplicação.

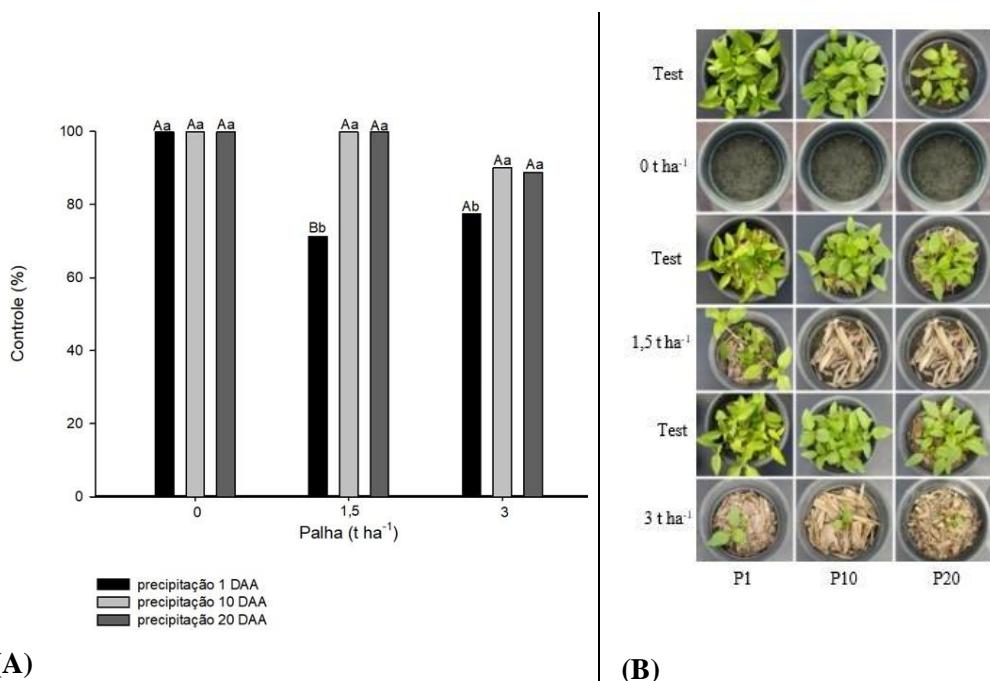
#### 4.1.4 Sulfentrazone

Para o herbicida sulfentrazone, aos 14 DASP, não houve interação entre os fatores, apenas diferença significativa para estes isolados (Figuras 23A e B). Entretanto, para todos os tratamentos palha e períodos de precipitação foi obtido controle superior a 80% (Figuras 23A e B).



**Figura 23.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 14 dias após a simulação da precipitação (A) e (B) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup>(C). PDPA/UFRRJ (2020).

Na avaliação de 21 DASP, para a variável controle da trapoeraba houve interação entre os fatores avaliados (Figura 24). Na ausência de palha foi obtido controle total da trapoeraba para todos períodos de precipitação. Já na presença de palha, independente da intensidade, foi observado que o controle satisfatório (acima de 80%) apenas quando a precipitação ocorreu 10 e 20 dias após a aplicação. Ainda, para a palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup>, o controle foi maior nos períodos de 10 e 20 dias de seca após aplicação, demonstrando o efeito da intensidade da palha na eficácia do herbicida. (Figuras 24A e B).



**Figura 24.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a simulação da precipitação (A) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem entre si a P ≤ 0,05 pelo teste de Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Os dados de redução de massa seca da parte aérea corroboram com os dados de controle observados aos 21 DASP. Menor redução de massa foi observada nos tratamentos com palha que receberam chuva 1 dia após a aplicação do herbicida, sendo esta redução menos acentuada na palha referente 1,5 t ha<sup>-1</sup> (Tabela 11).

**Tabela 11.** Redução de massa seca (%) da *Commelina benghalensis* L proporcionada pelo sulfentrazone aos 21 dias após sua aplicação em relação à testemunha sem aplicação do herbicida.

Período (dias)	Redução de Massa Seca (%)		
	0 t ha <sup>-1</sup>	1,5 t ha <sup>-1</sup>	3 t ha <sup>-1</sup>
1	100Aa	77Bc	97Ab
10	100Aa	100Aa	98Ab
20	100Aa	100Aa	98Ab

$$F_{\text{período}^*\text{palha}} = 1557,76$$

$$CV \% = 0,28$$

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a P ≤ 0,05 pelo teste de Tukey.

Para o sulfentrazone foi observado que a palha presente no solo pode afetar a mobilidade do herbicida. Entretanto, por ser um herbicida muito solúvel, a chuva auxilia o herbicida na movimentação pela palha, tornando o mesmo eficaz no controle do alvo. O sulfentrazone possui uma alta solubilidade em água dependente do pH (pH 7 = 780 mg L<sup>-1</sup>) e um baixo K<sub>ow</sub> (9,8 em pH 7). Segundo Cobucci et. al. (2004), a facilidade do sulfentrazone em transpor a palha é decorrente da sua alta solubilidade em água.

Para Carbonari et al. (2016) a lâmina de chuva que promoveu a liberação máxima do sulfentrazone foi de 20 mm em relação a porcentagem do produto aplicado, independentemente da quantidade de resíduo vegetal avaliado. Desta forma, na palha de 5 e 20 t ha<sup>-1</sup> com lâmina de 20 mm foi observado uma transposição de 77 e 64%, respectivamente. Para Simoni et al. (2006) a lâmina de 20 mm foi suficiente para que o herbicida sulfentrazone atingisse o solo após a barreira de palha de 20 t ha<sup>-1</sup> de cana, porém, na lâmina de 10 mm não foi suficiente para transpor o herbicida na mesma quantidade de palha.

Paralelamente, destaca-se a correlação do pH do solo (5,19) e o pKa do sulfentrazone (6,56) que indica uma maior proporção do herbicida estava no solo na sua forma não-dissociada

e menos disponível. Em solos com altos teores de matéria orgânica e argilas mineiras o sulfentrazone tende a ser altamente adsorvido (REDDY; LOCKE, 1998). O solo utilizado tem em sua composição 83,9% de areia, 6,9% de argila e 1,85% de C<sub>org</sub> isto indica que suas propriedades proporcionaram um cenário adequado para a sua disponibilidade/atividade no solo. Gehrke et. al., (2020) apontam que as características físico-químicas específicas do solo podem explicar diferentes comportamentos do sulfentrazone, incluindo sua disponibilidade na solução do solo atribuída a textura do solo, pH, matéria orgânica e teor de óxido de ferro.

Os dados de quantificação do herbicida sulfentrazone encontram-se na Tabela 12. Para os dois níveis de palha avaliados foi observado maior transposição do herbicida (menor retenção na palha) no período de 20 dias sem ocorrência de chuva e maior retenção no período de 1 dia sem chuva, corroborando com os dados de controle observados. O resíduo na palha que foi diminuído em muita sua proporção, não foi possível ser verificado no gráfico (Figura 25).

Para o solo, quando aplicado uma quantidade de sulfentrazone em 1138,5 µg na ausência de palha obteve-se uma maior quantidade de herbicida recuperado (981,64 µg) no período de 1 dia sem chuva e quando estava no período mais longo de seca aos 20 dias obteve-se menor quantidade recuperada (798,65 µg). Na presença de palha, o solo apresentou redução nos valores detectados do herbicida, sendo estes menores na palha de maior intensidade (Tabela 12). Quanto a concentração do herbicida sulfentrazone dissipado, foram observados na ausência de palha valores de 13, 20 e 29%, respectivamente nos períodos de 1, 10 e 20 dias, após a simulação de chuva (Figura 24). Na presença de palha 1,5 t ha<sup>-1</sup> o herbicida sulfentrazone foi dissipado em 48, 58 e 71%, e para palha 3,0 t ha<sup>-1</sup> foi dissipado em 58,77 e 87%, respectivamente para os períodos de 1, 10 e 20 dias, após a simulação de chuva (Figura 25).

**Tabela 12.** Resultado para a quantificação do herbicida sulfentrazone em solo e palha após a simulação de chuva aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 1138,5 µg.

Períodos (dias)	Palha (µg)			Solo (µg)	
	1,5	3	0	1,5	3
1	0,2933Ab	0,3533Aa	981,64Aa	585,51Ab	468,99Ac
10	0,1866Bb	0,2300Ba	908,99Ba	476,86Bb	251,22Bc
20	0,1433Cb	0,1733Ca	798,65Ca	324,13Cb	145,26Cc

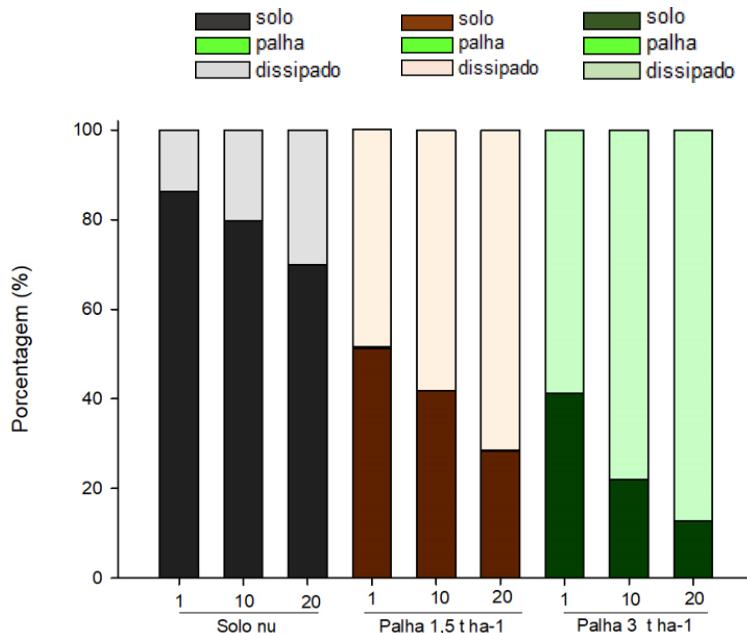
$$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 43,97$$

$$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 47,90$$

CV (%) = 8,42

CV (%) = 1,98

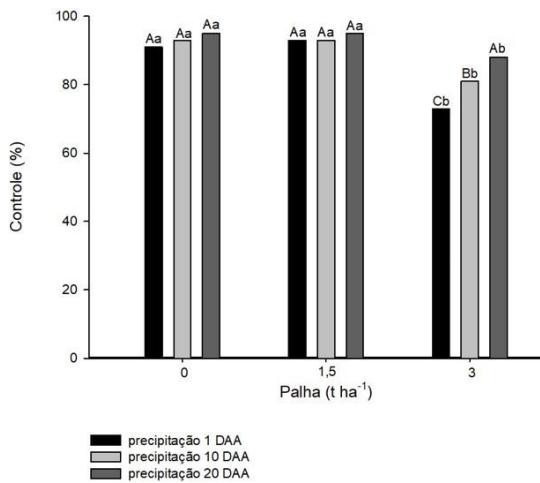
Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.



**Figura 25.** Quantificação do herbicida sulfentrazone em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.

Na avaliação de efeito residual do herbicida sulfentrazone houve interação entre os períodos de precipitação e os diferentes níveis de palhas nas avaliações 21 e 35 DAS (Figura 26). Os controles obtidos para todos os tratamentos foram superiores a 80%, demonstrando o efeito residual do herbicida nas condições avaliadas (Figura 26A e B). Ainda, observou-se o mesmo comportamento das avaliações do primeiro controle, onde melhor nível de controle foi obtido para os maiores períodos sem chuva.

Na avaliação de 35 DAS, na ausência de palha o controle foi de 81 e 83% nos períodos de 1 e 10 dias sem chuva e no período de 20 dias sem chuva foi de 100% (Figura 27A). De forma geral, as plântulas de *C. benghalensis* presentes apresentaram em sua maioria sintomas do sulfentrazone, o que resultou em um controle elevado (Figura 27B).

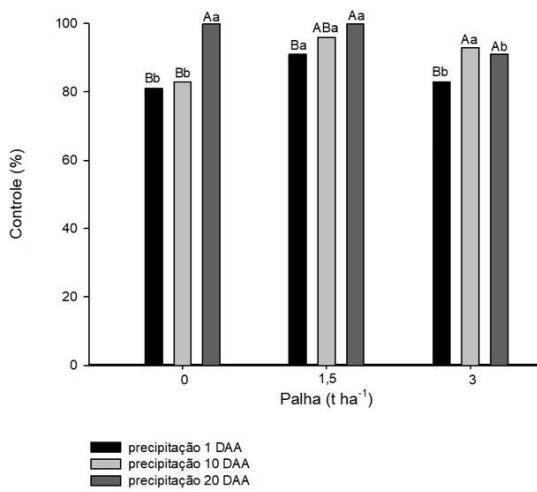


(A)

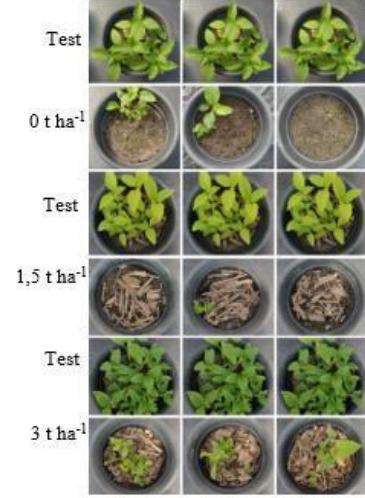


(B)

**Figura 26.** Controle visual (%) da *Commelina benghalensis* L aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a P ≤ 0,05 pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020)



(A)



(B)

**Figura 27.** Controle (%) da *Commelina benghalensis* L aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida sulfentrazone em relação aos períodos de

precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0 t ha<sup>-1</sup> (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a P ≤ 0,05 pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

Os elevados níveis de controle obtidos para o herbicida sulfentrazone independente da presença de palha demonstram que não houve interferência da palha no efeito residual deste herbicida no solo. O sulfentrazone apresenta moderada mobilidade e elevada persistência no solo, não sendo suscetível a fotodegradação (DAN et. al., 2010) o que pode ter contribuído para os níveis elevados de efeito residual observados. Segundo Brum et. al., 2013 que avaliaram a degradação do sulfentrazone em dois solos utilizados para a cultura da cana-de-açúcar no Mato do Grosso do Sul, nas diferentes condições de umidade, temperatura e profundidades avaliadas a meia-vida para o sulfentrazone variou de 34 a 116 dias. Para Lourenço e Carvalho (2015), que estimaram a persistência e dissipação do sulfentrazone em solo seco constataram que a atividade fitotóxica do sulfentrazone foi identificada até 182 dias após a aplicação e sua taxa média de dissipação de 2,5 g ha<sup>-1</sup> com meia vida superior a 182 dias.

#### **4.1.5 Trifluralin**

Para o herbicida trifluralin, nas avaliações de 14 e 21 dias após a simulação da precipitação, independentemente dos tratamentos avaliados, a eficácia de controle do capim-pé-de-galinha foi 100%. Esses resultados corroboram com o trabalho realizado por Takano et. al., (2018), que avaliaram o trifluralin aplicado em pré-emergência recomendado para o controle de capim pé-de-galinha resistente ao glifosato e observaram controle superior a 94%, aos 20, 30 e 60 dias após aplicação do herbicida.

O herbicida trifluralin apresenta baixíssima solubilidade em água e relativa hidrofobicidade decorrente do seu alto Kow (SENSEMANN, 2007). Esta molécula se liga fortemente aos componentes do solo, sendo mais adsorvido pela matéria orgânica do que à argila e apresenta coeficiente de sorção (Kd) médio na ordem de 8785 mL/g (WALLACE et. al., 2014; RODRIGUES; ALMEIDA, 2018). O solo utilizado pode ter proporcionado um cenário adequado para sua disponibilidade visto que apresenta 6,9% de argila e 1,85% de C<sub>org</sub>. O controle excelente observado neste experimento pode ter ocorrido devido à alta eficácia do herbicida sobre o alvo, onde mesmo que parte do herbicida tenha sido interceptado pela palha, a quantidade de produto que chegou ao solo foi suficiente para o controle do capim-pé-de-galinha. Khalil et. al., (2018) observaram que o trifluralin em uma situação com resíduos secos

de trigo sobre o solo após uma chuva de 20 mm foi possível alcançar o solo em comparação com resíduos de trigo úmidos.

Os dados de quantificação do herbicida trifluralin apresentam diferenças significativas e interação entre os fatores estudados (Tabela 13). Para palha de 1,5 e 3 t ha<sup>-1</sup> sobre o solo, foram encontrados respectivamente 1,69 µg e 3,80 µg de herbicida no período de 20 dias sem chuva (maior transposição). Já no período de 1 dia sem chuva foi obtida uma menor transposição do herbicida, correspondente a 3,46 e 9,11 µg, respectivamente para palha de 1,5 e 3 t ha<sup>-1</sup>. Pode-se observar que os valores de retenção do herbicida na palha foram significativamente maiores para a palha de 3 t ha<sup>-1</sup>, em comparação a palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup>.

Para o solo, quando aplicado uma quantidade de trifluralin de 9108 µg, na ausência de palha e no período de 1 dia sem chuva, obteve-se uma maior quantidade de produto recuperado (8399,87 µg). Esta quantidade foi reduzida em função dos períodos de seca, chegando a 5263,17 µg para o período de 20 dias sem precipitação. Isto indica que o intervalo entre aplicação do herbicida e a ocorrência de chuva resultou em menor concentração do herbicida encontrado no solo. Visto que o resíduo na palha foi muito diminuído, não foi possível ser verificado no gráfico (Figura 28). A presença de palha reduziu as concentrações do herbicida trifluralin encontrado no solo, demonstrando o efeito desta na disponibilidade do herbicida. Para palha de 1,5 e 3 t ha<sup>-1</sup> foram obtidos respectivamente 4999,77 e 3952,43 µg do herbicida no período de 1 dia sem chuva. Para o período mais longo, ou seja, 20 dias sem chuva, as concentrações de herbicida recuperado foram de 3085,59 e 2847,35 µg, para palha de 1,5 e 3 t ha<sup>-1</sup>, respectivamente (Tabela 13).

Quanto a estimativa de dissipação do trifluralin, esta foi estimada em 7, 30 e 42% respectivamente para 1, 10 e 20 dias sem chuva na ausência de palha. Na presença de palha 1,5 t ha<sup>-1</sup>, obteve-se 45, 60 e 66% de trifluralin dissipado na palha de respectivamente nos períodos de precipitação 1, 10 e 20 dias. Na palha de 3 t ha<sup>-1</sup> foram estimadas dissipações de 056, 66 e 69% de trifluralin para os mesmos períodos de precipitação (Figura 28). Adicionalmente, a trifluralin tem dissipaçao lenta e com meia-vida de 164 dias em áreas com longos períodos secos (SENSEMAN et. al. 2007).

**Tabela 13.** Resultado para a quantificação do herbicida trifluralin após a simulação de chuvas aos 42 dias após aplicação do herbicida. Quantidade calculada de herbicida para o vaso 9108,00 µg.

Períodos (dias)	Palha (μg)			Solo (μg)	
	1.5	3	0	1.5	3
1	3,46Ab	9,11Aa	8399,87Aa	4999,77Ab	3952,43Ac
10	2,22Bb	5,4Ba	6392,76Ba	3571,11Bb	3048,40Bc
20	1,69Cb	3,80Ca	5263,17Ca	3085,59Cb	2847,35Cc

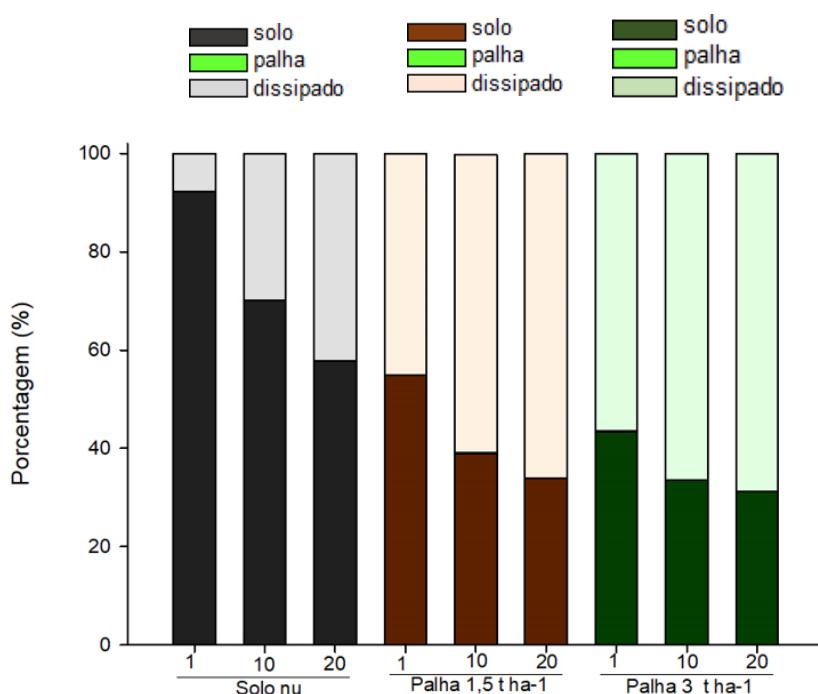
$$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 2495,8$$

$$F_{\text{período} \times \text{palha}} = 1718,0$$

$$CV (\%) = 1,04$$

$$CV (\%) = 0,46$$

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas na coluna e letras minúsculas na linha não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste de Tukey.

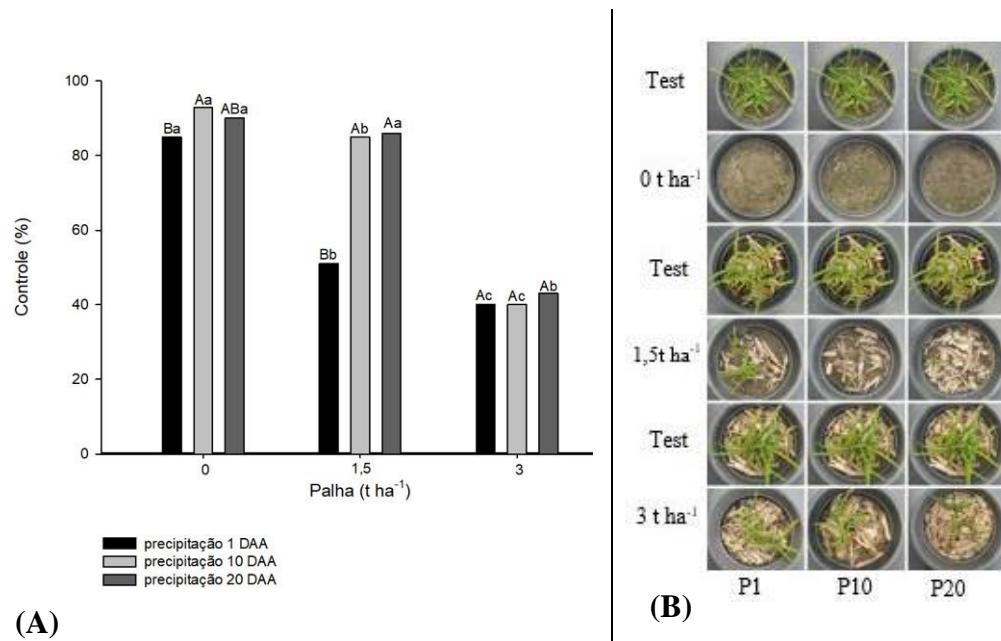


**Figura 28.** Quantificação do herbicida trifluralin em porcentagem no solo, palha e dissipado aos 42 dias após a sua aplicação em relação aos períodos de precipitação de 1, 10 e 20 dias após do herbicida. Os valores referentes a palha não estão representados no gráfico porque foram abaixo de 1%.

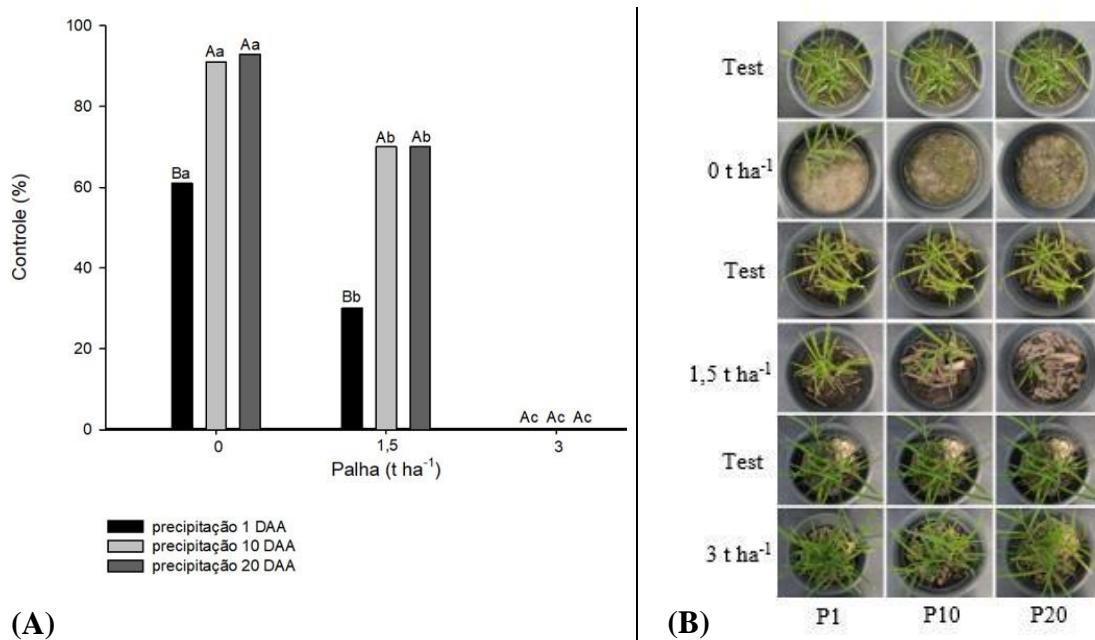
A atividade residual do herbicida trifluralin foi influenciada pela interação entre os períodos de precipitação e os níveis diferentes de palha, em todas as avaliações (Figura 29). Aos 21 DAS a aplicação do trifluralin na ausência de palha proporcionou controle superior a 80% para todos os períodos de precipitação avaliados. Na presença de palha, foi possível observar que o controle foi fortemente afetado, especialmente na maior proporção de palha (3 t ha<sup>-1</sup>) (Figura 29A).

Aos 35 DAS, na ausência de palha, o controle do capim-pé-de-galinha foi reduzido a 61% no período de 1 dia sem precipitação e nos períodos de 10 e 20 dias foi próximo a 90% (Figura 30 A). Na presença de palha de 1,5 t ha<sup>-1</sup>, obteve-se comportamento semelhante em

relação a chuva, com controles de 30, 70 e 70% respectivamente para os períodos de 1, 10 e 20 dias sem chuva. Já para a maior concentração de palha no solo, não foi observado controle para nenhum período de precipitação avaliado (Figuras 30 A e B).



**Figura 29.** Controle visual (%) da *Eleusine indica* aos 21 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida trifluralin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $t \text{ ha}^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).



**Figura 30.** Controle visual (%) da *Eleusine indica* aos 35 dias após a semeadura para residual (A) e sintomas observados do herbicida trifluralin em relação aos períodos de precipitação P1, P10 e P20 dias e diferentes níveis de palha de milho em 0; 1,5 e 3,0  $t \text{ ha}^{-1}$  (B). Médias seguidas pelas mesmas letras maiúscula entre os períodos de precipitação e letras minúsculas entre as palhas não diferem estatisticamente entre si a  $P \leq 0,05$  pelo teste Tukey. PDPA/UFRRJ (2020).

De maneira geral, a presença de uma quantidade maior de palha presente no solo resultou em redução no controle do capim-pé-de-galinha pelo herbicida trifluralin, ao que indica que a palha interfere negativamente sobre a quantidade de produto que chega ao solo.

## 5 CONCLUSÃO

A palha e os períodos de seca interferem na mobilidade e disponibilidade dos herbicidas no solo, sendo cada molécula afetada de uma forma diferente em função das suas características físico-químicas.

A presença de palha no solo e os períodos de seca avaliados não afetam a chegada dos herbicidas diclosulam e sulfentrazone ao solo, sendo a quantidade suficiente para o controle satisfatório da trapoeraba. Já o efeito residual do herbicida diclosulam é levemente afetado pela presença de palha, enquanto o herbicida sulfentrazone apresenta efeito residual suficiente para o controle da trapoeraba aos 42 dias após a aplicação.

Os herbicidas flumioxazin e s-metolachlor tem comportamento semelhante nas condições avaliadas. A presença de palha afeta a mobilidade destes herbicidas até o solo e reduz a eficácia, independentemente dos períodos de precipitação avaliados. Ainda, o efeito residual destes herbicidas é praticamente nulo na presença de palhada sobre o solo, sendo este efeito mais drástico para o herbicida flumioxazin.

O trifluralin foi eficaz no controle do capim-pé-de-galinha para as condições de precipitação e palha avaliados. No entanto, foi possível observar que a palha afetou drasticamente o residual deste herbicida no solo, o que indica que a presença de palha tornou o produto mais disponível para ser dissipado no ambiente.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGOSTINETTO, D; SILVA, D. R. O; VARGAS, L. Soybean yield loss and economic thresholds due to glyphosate resistant hairy fleabane interference. **Arquivos do Instituto Biológico**, v.8, n. 0022017, p.1-8, 2017.

ALLETTO, L.; COQUET, Y.; BENOIT, P.; HEDDADJ, D.; BARRIUSO, E. Tillage management effects on pesticides fate in soils: A review. **Agronomy for Sustainable Development**, v. 30, p.367-400, 2010.

ALMEIDA, M. O.; MATOS, C. C.; SILVA, D. V.; BRAGA, R. R.; FERREIRA, E. A.; SANTOS, J. B. Interação entre volume de vaso e competição com plantas daninhas sobre o crescimento da soja. **Revista Ceres**, v.62, n.6, p.507-509, 2015.

Agência Nacional de Vigilância Sanitária (2017). **Guia para tratamento estatístico da validação analítica.** Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/documents/10181/2721567/%281%29Guia+10+v1+Tratamento+e+estatistico+validacao+analitica.pdf/85b0e965-d72f-4b7c-bd2e-17de13af1976>>. Acesso em: 23 fev. 2022.

ARALDI, R.; VELINI, E.D.; COTRICK GOMES, G.L.G.; TROPALDI, L.; E SILVA, I.P.F.; CARBONARI, C.A. Perfomance of herbicides in sugarcane straw. **Ciência Rural**, v.45, n.12, p.2106-2112, 2015.

BARROS, D.M.; SILVA, P.V.; MEURER, H.L.; MEURER, L.S.S.; DOMINGOS, E.R.; DIAS, R.C.; INÁCIO, E.M.; MONQUERO, P.A. Regime de irrigação e palha influenciam na eficácia de herbicidas pré-emergentes no controle de capim-amargoso? **Pesquisas Agrárias e Ambientais**, v.9, n.2, p.194-201, 2021.

BIGOT, A.; FONTAINE, F.; CLÉMENT, C.; VAILLANT-GAVEAU, N. Effect of the herbicide flumioxazin on photosynthetic performance of grapevine (*Vitis vinifera* L). **Chemosphere**, v.67, p.1234-1251, 2007.

BILLINGTON, R.; GEHEN, S.C.; HANLEY JR, T. R. Toxicology of Triazolopyrimidine Herbicides. In: **Hayes' Handbook of Pesticide Toxicology**, Califórnia: Elsevier, 2010, cap.87, p.1865.

BUENO, M.R.; ALVES, G.S.; PAULA, A.D.M.; CUNHA, J.P.A.R. Volumes de calda e adjuvante no controle de plantas daninhas com glifosato, **Planta Daninha**, v.31, n.3, p.705-713, 2013.

BRUM, C.S.; FRANCO, A.A.; SCORZA JR, R.P. Degradação do herbicida sulfentrazone em dois solos de Mato Grosso do Sul. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.17, n.5, p.558-564, 2013.

CARBONARI, C.A.; GOME, G.L.G.C.; TRINDADE, M.L.B.; SILVA, J.R.M.; VELINI, E.D. Dynamics of sulfentrazone applied to sugarcane crop residues. **Weed Science**, v.64, p.201-206, 2016.

CARBONARI, C.A.; COTRICK GOMES, G.L.G.; VELINI, E.D. Efeitos da permanência do flumioxazin no solo e na palha de milho e aveia na eficácia de controle de plantas daninhas. **Revista Brasileira de Herbicidas**, v.8, n.3, p. 85-95, 2009.

CARBONARI, C.A.; MESCHÉDE, D.K.; CORREA, M.R.; VELINI, E.D.; TOFOLI, G.R. Eficácia do herbicida diclosulam em associação com a palha de sorgo no controle de *Ipomea grandifolia* e *Sida rhombifolia*. **Planta Daninha**, v.26, n.3, p. 657-664, 2008.

CAVENAGHI, A.L; ROSSI C.V.S; NEGRISOLI E; COSTA, E.A.D; VELINI, E.D; TOLEDO R.E.B. Dinâmica do herbicida amicarbazone (Dinamic) aplicado sobre palha de cana-de-açúcar (*Saccarum officinarum*). **Planta Daninha**, v. 25, p 831-837, 2007.

COBUCCI, T.; PORTELA, C.M.O.; SILVA, W.; NETO MONTEIRO, A. Comportamento de herbicidas com efeito residual em diferentes coberturas na cultura do feijoeiro. **Planta Daninha**, v. 22, n.4, p. 591-596, 2004.

CHHOKAR, R.S.; SHARMA, R.K; SHARMA, I. Weed management strategies in wheat – A review. **Journal of Wheat Research**, v. 4, n 2, p. 1-21, 2012.

CHRISTOFFOLETI, P.J.; LÓPEZ-OVEJERO, D.V.; DAMIM, V.; CARVALHO, S.J.P.; NICOLAI, M. **Comportamento dos herbicidas aplicados no solo na cultura da cana-de-açúcar**. Piracicaba, 1<sup>o</sup>edição, 2008, p. 90.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. **Boletim da Safra de Grãos**. Safra2021/2022 – Quarto Levantamento, v.9, Brasília, 2022. Disponível em: <

<https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/graos/boletim-da-safra-de-graos> >. Acessado em: 23/01/2022.

CORREIA, N.M.; GOMES, L.P.; PERUSSI, F.J. Controlo f *Brachiaria decumbens* and *Panicum maximum* by S-metolachlor as influenced by the occurrence of rain and amount of sugarcane straw on the soil. **Acta Scientiarum Agronomy**, v.34, n.4, p.379-387, 2012.

DALE, L.S.; GALEN, B.; DAVID, B.W.; SCOTT, N. Soil dissipation and biological activity of metolachlor in five soils. **Pest Management Science**, v.62, p.617-623, 2006

DALL' AGNOL, A. **A Embrapa Soja no contexto do desenvolvimento da soja no Brasil**. Brasília: Embrapa Soja, 2016, ed.1, p.20.

DAN, H. A.; DAN, L. G. M.; BARROSO, A. L.L.; PROCÓPIO, S. O.; OLIVEIRA JR, R.S.; SILVA, A.G.; LIMA, M. D. B.; FELDHICHER, C. C. Residual activity of herbicides used in soybean Agriculture on grain sorghum crop sucession. **Planta daninha**, v.28, p.1087-1095, 2010.

DAO, T.H. Field decay of wheat straw and its effects on metribuzin and s-ethyl metribuzin sorption and elution from crop residue. **Journal of Environmental Quality**, v 20, p 203-208, 1991.

DUARTE, A.P. Milho safrinha: características e sistemas de produção. In: GALVÃO, J.C.C.; MIRANDA, G.V. **Tecnologias de produção do milho**. Viçosa: UFV, 2004, p.109-138.

EMBRAPA HORTALIÇAS. Plantio direto pode reduzir em 85% a infestação por plantas daninhas no tomate em sucessão com grãos. **Notícias**. Disponível em:<<https://www.embrapa.br/hortalicas>>. Acessado em: 05/06/2020.

FAO - Food and Agriculture Organization of the United Nations. **FOASTAT**. 2020. Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize>>. Acessado em: 28/05/2020.

FARIA, A. T.; SOUZA, M.F.; JESUS PASSOS, A.B.R.; DA SILVA, A.A.; SILVA, D.V.; ROCHA, P.R.R. Tebuthiuron leaching in three Brazilian soils as affected by soil pH. **Environmental earth sciences**, v. 77, n. 5, p. 214, 2018.

FMC CORPORATION. **Sulfentrazone Technical Herbicide**. Philadelphia: FMC Corporation, (Material safety data sheet), n. 9, 2004, p.1-9.

FERRELL, J. A.; VENCILL, W. K.; XIA, K.; GREY, T. L. Sorption and desorption of Flumioxazin to soil, clay minerals and ion-exchange resin. **Pest Management Science**, v.61, p.40-46, 2005.

FRANS, R.; CROWLEY, H. Experimental design and techniques for measuring and analyzing plant responses to weed control practices. In: SOUTHERN WEED SCIENCE SOCIETY. **Research methods in weed science**. 3.ed. Clemson: p. 29-45, 1986.

GALON, L.; PINTO, J.J.O; ROCHA, A.A.A.; CONCEIÇÃO, G.; SILVA, A.F.; ASPIAZU, I.; FERREIRA, E.A.; FRANÇA, A.C.; FERREIRA, F.A.; AGOSTINETTO, D.; PINHO, C.F. Períodos de interferência de *Brachiaria plantaginea* na cultura do milho na região sul do Rio Grande do Sul, **Planta Daninha**, v.26, n.4, p.779-788, 2008.

GASTON, L.A; BOQUET, D.J; BOSCH, M.A. Fluometuron wash-off cover crop residues and fate in a Loessial soil. **Soil Science**, v 166, p 681-690, 2001.

GEHRKE, V.R.; CAMARGO, E.R.; AVILA, L.A. Sulfentrazone: environmental dynamics and selectivity. **Planta Daninha**, v.38, e020215663, 2020.

GIORI, F.G.; TORNISIELO, V.L.; REGITANO, J.B. The role of sugarcane residues in the sorption and leaching of herbicides in two tropical soils. **Water Air Soil Pollut**, v.225, n.4, p.1935-1943,2014.

GONDAR, D.; LÓPEZ, R.; ANTELO, J.; FIOL, S.; ARCE, F. Adsorption of paraquat on soil organic matter: Effect of exchangeable cations and dissolve organic carbon. **Journal of Hazardous Materials**, v.235, p.218-223, 2012.

GUELF, D. R. V.; GOZZI, F.; MACHULEK JR, A.; SIRÉS, I.; BRILLAS, E.; OLIVEIRA, S. Degradation of herbicide S-metolachlor by electrochemical AOPs using a boron-doped Diamond anode. **Catalysis Today**, v.313, 182-188, 2018.

GUISSÉ, B.; SRISVASTAVA, A.; STRASSER, R.J. The polyphasic rise of the clorophyll a fluorescence (O-K-J-I-P) in heat -stressed leaves. **Archives Science Geneve**, v.48, p.147-160, 1995.

HARTMAN, G. L.; WEST, E. D.; HERMAN, T. K. Crops that feed the World 2. Soybean-worldwide production, use, and constraints caused by pathogens and pests. **Food Security**, v.3, p.5-17, 2011.

HEAP – International Survey of herbicide resistant weeds. Disponível em:<<http://www.weedscience.org/Home.aspx>>. Acessado em: 16/06/2020.

INOUE, M.H.; OLIVEIRA JR, R.S; REGITANO, J.B.; TORMENA, C.A.; TORNOSIELO, V.L.; CONSTANTIN, J. Critérios para avaliação do potencial de lixiviação dos herbicidas comercializados no estado do Paraná. **Planta Daninha**, v.21, n. 2, p. 313-323, 2003.

INOUE, M.H.; MENDES, K.F.; DE SANTANA, C.T.C.; POSSAMAI, A.C.S. Atividade residual de herbicidas pré-emergentes aplicados em solos contrastantes. **Revista Brasileira de Herbicidas**, v.10, n.3, p.232-242, 2011.

KWON, J.W.; ARMBRUST, K.L.; GREY, T.L. Hydrolysis and photolysis of flumioxazin in aqueous buffer solutions. **Pest Management Science**, v.60, p.939-943, 2004.

KHALIL, Y.; FLOWER, K.; SIDDIQUE, K.H.M.; WARD, P. Effect of crop residues on interception and activity of prosulfocarb, pyroxasulfone, and trifluralin. **Plos One**, v.13, n.12, e0208274, 2018.

KACZYŃSKI, P. Clean-up and matrix effect in LC-MS/MS analysis of food of plant origin for high polar herbicides. **Food Chemistry**, v. 230, p. 524-531, 2017.

LAVORENTI, A.; ROCHA, A.A.; PRATA, F.; REGITANO, J.B.; TORNOSIELO, V. L.; PINTO, O. B. Comportamento do Diclosulam em amostras de latossolo vermelho distroférrico sob plantio direto e convencional. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 27, p. 183-190, 2003.

LOURENÇO, R.C.; CARVALHO, S.J.P. Bioindicator demonstrates high persistence of sulfentrazone in dry soil. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v.45, n.3, p.326-332, 2015.

MANTZOS, N.; ANTONOPOULOU, M.; KATSOULAKOU, S.; HELA, D.; KONSTANTINOU, L. Soil Degradation of metazachlor and quizalofop-p-ethyl herbicides on TLC plates under natural solar light and dark conditions. **International Journal of Environmental Analytical Chemistry**, v.97, p.606-622, 2017.

MARCHI, G.; MARCHI, E.C.S.; GUIMARÃES, T.G. Herbicidas; mecanismos de ação e uso.

**Documentos.** Planaltina: Embrapa Cerrados, 2008, p.9-12.

MATOS, A.K.A.; CARBONARI, C.A.; GOMES, G.L.G.C.; VELINI, E.D. Dynamics of preemergent herbicides in produção system with straw. **Revista Brasileira de Herbicidas**, v.15, n.1, p.97-106, 2016.

MARCO-BROWN, J.L.; ARECO, M.M.; TORRES SANCHEZ, R.M.; AFONSO, M.S. Adsorption of picloram herbicide on montmorillonite: Kinetic and equilibrium studies. **Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects**. v.449, p.121-128, 2014.

MENDES, K.F.; DOS REIS, M.R.; INOUE, M.H.; PIMPINATO, R.F.; TORNISIELO, V.L. Sorption and desorption of mesotrione alone and mixed with s-metolachlor + terbuthlazine in Brazilian soils. **Geoderma**, v.280, p.22-28, 2016.

MONQUERO, P.A.; MUNHOZ, W.S.; HIDRATA, A.C.S. Persistência de imazaquin e diclosulam em função da umidade do solo. **Revista Agroambiente**, v.7, n.3, p.331-337, 2013.

NIKOLIC, Z.; VASILJEVIC, I.; ZDLEJAR, G.; DORDEVIC, V.; IGNJATOV, M.; MILOSEVIC, D. Detection of genetically modified soybean in crude soybean oil. **Food Chemistry**, v.145, p.1072-1075, 2014.

PASSOS, A.B.R.J.; FREITAS, M.A.M.; TORRES, L.G.; SILVA, A.A.; QUEIROZ, M.E.L.R.; LIMA, C.F. Sorption and Sorption of sulfentrazone in Brazilian soils. **Journal of Environmental Science and Health**, v.48, p.646-650, 2013.

PETTER, F.A.; FERREIRA, T.S.; SINHORIM, A.P.; DE LIMA, L.B.; MORAIS, L.A. PACHECO, L. A. Sorption and desorption of diuron in Oxisol under biochar application. **Bragantia**, v. 75, n. 4, p. 487-496, 2016.

PITELLI, R.A. Interferência de plantas daninhas em culturas agrícolas. Informe Agropecuário, v.11, n.129, p.19-27, 1985.

REZENDE, E. H; SOUSA, N, J; SOUZA, M. D; TETTO, A. F; MALINOVSKI, R. A; NETO, E. F. A. Aplicação de herbicidas pré-emergentes na implantação e reforma de áreas de Eucalyptus urophylla. **Revista Spacius**, vol. 38, nº 24, 2017

REDDY, K.N.; LOCKE, M.A. Sulfentrazone sorption, desorption, and mineralization in soils from two tillages systems. **Weed Science**, v.46, n.4, p.498-500, 1998.

RODRIGUES, B.N.; ALMEIDA, F.S. **Guia de Herbicidas**. 7 edição. Londrina; Edição dos Autores, 2018, p. 1764.

ROSSI, C.V.S; VELINI, E.D; LUCHINI, L.C; NEGRISOLI, E.; CORREA, M.R.; PIVETTA, J.P; COSTA, A.G.F.; SILVA, F.M.L. Dinâmica do herbicida metribuzin aplicada sobre palha de cana-de-açúcar (*Saccarum officinarum*). **Planta Daninha**, v 31, p 223-230, 2013.

PIVETTA, J.P; COSTA, A.G.F.; SILVA, F.M.L. Manejo de plantas daninhas eudicotiledôneas na cultura da soja Roundup Ready®. **Planta Daninha**, v.32, n.4, p.683-697, 2014.

SELIM, H.M.; NAQUIN, B.J. Retention of Metribuzin by sugarcane residue: Adsorption-desorption and miscible displacement experiments. **Soil Science**, v.176, n.10, 2011.

SCHERER, M.B.; SPATT, L.L.; PEDROLLO, N.T.; ALMEIDA, T.C.; SANCHONETE, D.M.; DORNELLES, S.H.B. Herbicidas pré-emergentes para manejo de milho voluntário RR® na cultura da soja. **Revista Brasileira de Herbicidas**, v.16, n.1, p.1-10, 2017.

SENSEMAN, S.A. **Herbicides Handbook**, Lawrence, 9º edição, Weed Science Society of America, 2007.

SILVA, M.S.; COCENZA, D.S.; ROSA, A.H.; FRACETO, L.F. Efeito da associação do herbicida Clomazone a nanoesferas de alginato/quitosana na sorção dos solos. **Quim. Nova**, v.35, n.1, p.102-107, 2012.

SILVA, P. V.; MONQUERO, P. A. Influência da palha no controle químico de plantas daninhas no sistema cana crua. **Revista Brasileira de Herbicidas**, v.12, n.1, p.94–103, 2013.

SIMONI, F.; VICTORIA FILHO, R.; SAN MARTIN, H.A.M; SALVADOR, F.L.; AALVES, A.S.R.; BREMER NETO, H. Eficácia de imazapic e sulfentrazone sobre *Cyperus rotundus* em diferentes condições de chuva e palha de cana-de-açúcar. **Planta Daninha**, v.24. n.4, p.769-778, 2006.

SOMERVILLE, G. J.; POWLES, S. B.; WALSH, M. J.; RENTON, M. Why was resistance to shorter-acting pre-emergence herbicides slower to evolve? **Pest Management Science**, v.73, n.5, p.844-851, 2017.

SWANTON, C.J.; NKOA, R; BLACKSHAW, R.E. Experimental methods for crop-weed competition studies, **Weed Science**, v.63, p.2-11, 2015. Número especial.

TAKANO, H.K.; OLIVEIRA JR, R.S.; SILVA, V.F.V.; MENDES, R.R. Chemical control of glyphosate-resistant goosegrass. **Planta Daninha**, v.36, e018176124, 2018.

VRYKAS, Z. Pesticide fate in soil-sedimentar-water environment in relation to contamination preventing actions. **Current Opinion in Environmental Science e Health**, v.4, p.5-9, 2018.

WEBER, J.B.; MCKINNON, E.J.; SWAIN, L.R. Sorption and mobility of <sup>14</sup>C-labeled imazaquin and metolachlor in four soils as influenced by soil properties. **Journal Agricultural Food Chemistrys**, v.51, n.19, p.5752-5759, 2003.

WEED SCIENCE – International Herbicide-Resistant Weed Database. **Herbicides**, 2020. Disponível: <<http://www.weedscience.org/Home.aspx>>. Acessado: 16/06/2020.

YODER, N.R.; HUSKIN, M.A.; KENNARD, L.N.; ZABIK, J.M. Aerobic Metabolism of Diclosulam on U.S and South American Soils. **Journal Agricultural Food Chemistrys**, v.48, p. 4335-4340, 2000.

ZANDONÁ, R.R.; AGOSTINETTO, D.; SILVA, B.M.; RUCHEL, Q.; FRAGA, D.S. Interference periods in soybean crop as affected by emergence times of weeds. **Planta Daninha**, v.36, e018169361, 2018.

ZEMOLIN, C.R.; AVILA, L.A.; CASSOL, G.V.; MASSEY, J. H.; CAMARGO, E.R. Environmental fate of s-metolachlor-a review. **Planta Daninha**, v.32, n.3, p.655-664, 2014.

ZIMDAHL, R.L. Herbicide formulation. Fundamentals of Weed Science. **Academic Press**, p.501-509, 2018.