



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

EMYLLY LOBO VIEIRA CRUZ

**DESENVOLVIMENTO E ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE INSETICIDA COM
FORMULAÇÃO DO TIPO SUSPENSÃO CONCENTRADA**

Fortaleza

2025

EMYLLY LOBO VIEIRA CRUZ

DESENVOLVIMENTO E ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE INSETICIDA COM
FORMULAÇÃO DO TIPO SUSPENSÃO CONCENTRADA

Trabalho de Conclusão do Curso
apresentado ao curso de Bacharelado em
Química do Departamento de Química
Analítica e Físico-química da
Universidade Federal do Ceará como
requisito básico para obtenção do Título
de Bacharel em Química com habilitação
industrial.

Orientador pedagógico: Maria das
Graças Gomes

Orientador profissional: Augusto
Gonçalves dos Anjos

Fortaleza
2025

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Sistema de Bibliotecas

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

C961d Cruz, Emylly Lobo Vieira.

Desenvolvimento e estabilidade físico-química de inseticida com formulação do tipo suspensão concentrada / Emylly Lobo Vieira Cruz. – 2025.
33 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências, Curso de Química, Fortaleza, 2025.

Orientação: Prof. Dr. Maria das Graças Gomes.

Coorientação: Prof. Dr. Augusto Cesar Gonçalves.

1. Defensivos agrícolas. 2. Desenvolvimento de pesticida. 3. Suspensão concentrada. I. Título.

CDD 530

EMYLLY LOBO VIEIRA CRUZ

DESENVOLVIMENTO E ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE INSETICIDA COM
FORMULAÇÃO DO TIPO SUSPENSÃO CONCENTRADA

Trabalho de Conclusão do Curso
apresentado ao curso de Bacharelado em
Química do Departamento de Química
Analítica e Físico-química da
Universidade Federal do Ceará como
requisito básico para obtenção do Título
de Bacharel em Química com habilitação
industrial.

Aprovado em 06 de março de 2025.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dra. Maria das Graças Gomes (Orientadora Pedagógica)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Paulo Naftali da Silva Casciano
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. Augusto Cesar Gonçalves
Coordenador de desenvolvimento de produto (Sumitomo Chemical Latin America)

AGRADECIMENTOS

À minha família inteira, especialmente a minha mãe, que sempre acreditou em mim e esteve ao meu lado em cada passo desta caminhada. Seu amor incondicional, sua força e seu incentivo foram essenciais para que eu chegasse até aqui. Nada disso teria o mesmo significado sem você.

Aos meus tios, Dário, Lia, Natália e Constantino, que, de tantas formas, estiveram presentes ao longo da minha graduação. Suas palavras de incentivo, seu carinho e apoio fizeram toda a diferença nos momentos em que mais precisei.

À minha avó, Arlete, cuja energia contagiante ilumina qualquer ambiente. Seu amor e suas palavras sempre tiveram o poder de me arrancar sorrisos, mesmo nos dias mais difíceis.

Aos meus irmãos, Rhyann, Arthur e Heitor, que, mesmo distantes, nunca deixaram de demonstrar carinho e apoio. Cada ligação e mensagem, sempre cheias de afeto e alegria, foram um impulso a mais para seguir firme nessa caminhada.

Aos meus primos, Léo, Letícia e Constantino, que são mais que família, são irmãos de vida. Compartilhar essa jornada com vocês tornou tudo mais leve e especial. Obrigada por todas as conversas, risadas e momentos inesquecíveis.

Ao meu namorado, Ricardo, que esteve ao meu lado em cada desafio e conquista. Seu carinho, paciência e apoio incondicional foram fundamentais para que eu chegasse até aqui. Obrigada por acreditar em mim e por ser meu porto seguro.

Aos meus sogros, Elilde e Ricardo, pelo acolhimento e carinho desde o primeiro momento. Sentir-me parte da família de vocês é um presente pelo qual sou imensamente grata.

Aos meus amigos e colegas de graduação, que dividiram essa trajetória comigo, tornando os desafios mais leves com boas risadas e trocas enriquecedoras. A convivência com vocês foi essencial para que essa caminhada fosse ainda mais especial.

À minha orientadora, Maria das Graças, por todo o conhecimento compartilhado e pela dedicação ao meu crescimento acadêmico e profissional. Suas lições, especialmente no Programa de Educação Tutorial (PET) da Química, continuarão sendo referência para mim.

À equipe do LAIC e da empresa Sumitomo Chemical, especialmente ao meu coordenador, Augusto César, e ao meu gerente, Rodrigo, por toda a confiança e pelos ensinamentos que tanto contribuíram para minha formação.

Por fim, a todos que, de alguma forma, fizeram parte dessa jornada, seja com palavras de incentivo, apoio ou simplesmente acreditando em mim: essa conquista também é de vocês.

Meu sincero e profundo muito obrigada!

“As bibliotecas estavam cheias de ideias, talvez a mais perigosa e poderosa de todas as armas.” MAAS. Sarah J.(2013)

RESUMO

A população mundial tem crescido cada vez mais. Assim, a indústria de defensivos agrícolas tem desempenhado um papel crucial no que tange à segurança alimentar. Cada vez mais são necessários o desenvolvimento de novas formulações devido a resistência das pragas. Diante deste contexto, o trabalho apresenta o desenvolvimento de uma formulação do tipo suspensão concentrada (SC) contendo duas moléculas com função inseticida. Os métodos utilizados para a definição do seu prazo de validade consistiram em análises físico-químicas, antes e após a avaliação de estabilidade térmica. Os parâmetros físico-químicos avaliados foram: pH, viscosidade, tamanho médio de partículas, peneiramento, densidade e espuma persistente. Os critérios de aceitação foram baseados em normas globais e brasileiras.

Palavras-chave: defensivos agrícolas; desenvolvimento de pesticida; suspensão concentrada; análises físico-químicas.

ABSTRACT

The global population has been increasing steadily. As a result, the agricultural pesticide industry plays a crucial role in ensuring food security. The development of new formulations is increasingly necessary due to pest resistance. In this context, this study presents the development of a concentrated suspension (CS) formulation containing two insecticidal molecules. The methods used to determine its shelf life consisted of physicochemical analyses before and after thermal stability evaluation. The physicochemical parameters assessed included pH, viscosity, mean particle size, sieving, density, and persistent foam. The acceptance criteria were based on global and Brazilian standards.

Keywords: agrochemicals; pesticide development; suspension concentrate; physicochemical analyses.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Tipos de pesticidas com suas respectivas vendas no mercado	12
Figura 2 -	Estrutura de lignosulfonato de sódio	14
Figura 3 -	Implemento agrícola realizando a pulverização de calda fitossanitária através de bicos de pulverização	16
Figura 4 -	Agitador Mecânico de Hélice IKA Microstar Control e haste agitadora modelo R1300	20
Figura 5 -	Misturador de alto cisalhamento, Modelo Silverson L4R	19
Figura 6 -	Medidor de tamanho de partícula via difração a laser, modelo Mastersizer 3000E – Malvern	21
Figura 7 -	Viscosímetro DV3T, marca Brookfield	22
Figura 8 -	Spindles 62 e 63	22
Figura 9 -	Anton Paar DMA 1001	24

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Composição química da formulação otimizada	25
Tabela 2 -	Resultados de tamanho de partícula para amostra RT	28
Tabela 3 -	Resultados de tamanho de partícula para amostra de 54°C	29

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLA

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOAC	Association of Official Analytical Chemists
CIPAC	Collaborative International Pesticides Analytical Council
FAO	Food and Agriculture Organization of the United Nations
GCPF	Global Crop Protection Federation
GIFAP	Groupement International des Associations Nationales de Fabricants de Produits Agrochimiques
IBAMA	Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MEG	Monoetilenoglicol
MPG	Monopropilenoglicol
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
OECD	Organização para a Cooperação e Desenvolvimento Econômico
OMS	Organização Mundial da Saúde
RT	Ready-to-use (Pronto para uso)
SC	Suspensão Concentrada
TCC	Trabalho de Conclusão de Curso
UFC	Universidade Federal do Ceará
UV	Ultravioleta

SUMÁRIO

1.	REFERENCIAL TEÓRICO	12
1.1	Formulação: Suspensão Concentrada (sc)	13
1.2	Método de aplicação no campo	15
1.3	Normas para o mercado de agroquímicos	16
2.	OBJETIVOS	18
3.	METODOLOGIA	19
3.1	Ensaio preliminares e processo de formulação	19
3.2	Análises físico-químicas e condições ideais	21
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	25
4.1	Processo de formulação	25
4.1.1	<i>Ajuste da Formulação e Diluição</i>	26
4.2	Avaliação físico-química da formulação	27
4.2.1	<i>Teste de Estabilidade Térmica</i>	27
4.2.2	<i>Análise de pH</i>	27
4.2.3	<i>Análise de Viscosidade</i>	27
4.2.4	<i>Análise Granulométrica (Tamanho de Partícula)</i>	28
4.2.5	<i>Peneiramento (Simulação de Obstrução de Bicos)</i>	29
4.2.6	<i>Densidade</i>	30
4.2.7	<i>Teste de Formação de Espuma</i>	30
5.	CONCLUSÃO	31
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	32

1. REFERENCIAL TEÓRICO

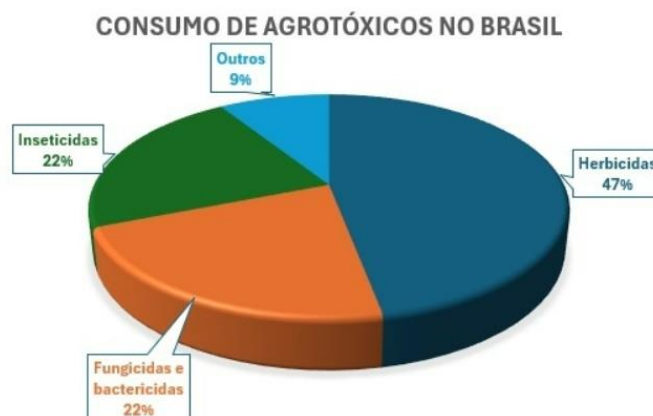
O setor de agroquímicos tem tido um papel muito importante para a população mundial, que aumenta cada vez mais, para a garantia de segurança alimentar. Desde 2011, foram estimados 7 bilhões de habitantes na terra com um aumento previsto de 9 bilhões até 2050(OECD – FAO AGRICULTURAL, 2010). Assim, o setor agrícola enfrenta desafios cada vez maiores para aumentar a produção de alimentos com soluções sustentáveis.

Segundo a lei dos agrotóxicos (Lei Federal no 7.802, de 11 de julho de 1989, atualmente regulamentada pelo Decreto 4.074, de 4 de janeiro de 2002), tem-se por definição que essas substâncias são:

Os produtos e os agentes de processos físicos, químicos ou biológicos, destinados ao uso nos setores de produção, no armazenamento e beneficiamento de produtos agrícolas, nas pastagens, na proteção de florestas, nativas ou implantadas, e de outros ecossistemas e também de ambientes urbanos, hídricos e industriais, cuja finalidade seja alterar a composição da flora ou da fauna, a fim de preservá-las da ação danosa de seres vivos considerados nocivos bem como substâncias e produtos empregados como desfolhantes, dessecantes, estimuladores e inibidores do crescimento. (BRASIL, 1989)

Atualmente os agrotóxicos são principalmente utilizados como herbicidas, inseticidas e fungicidas. Na Figura 1 mostra-se a respeito do volume de distribuição comercial de cada tipo de pesticida, sendo a herbicida a mais comprada no mercado brasileiro:

Figura 1: Tipos de pesticidas com suas respectivas vendas no mercado



Fonte: SINDIVEG, 2023

Com o uso contínuo e massivo de agrotóxicos, ocorre a resistência das pragas, doenças e ervas aos ativos pesticidas. Isto pode ser explicado pela pressão da seleção natural, onde determinada linhagem de um organismo consegue resistir a maiores doses comparado a outros seres da sua espécie (POLLETI e OMOTO, 2003). Um exemplo deste fato é a abamectina, ingrediente ativo que vem perdendo cada vez mais sua eficácia (SATO MARIO, SILVA MARCOS, RAGA ADALTON, SOUZA MIGUEL, 2005).

1.1 Formulação: Suspensão Concentrada (sc)

Diante das diferentes tecnologias desenvolvidas para estabilizar fórmulas contendo os ativos, tem-se a SC (suspensão concentrada), onde um ingrediente ativo sólido permanece insolúvel em uma fase aquosa contínua (água). Este tipo de formulação é bastante popular, pois apresentam água em sua composição, não sendo necessário solventes (muitas vezes tóxicos). Além disso, sua aplicação no campo é simples. Segundo Knowles em seu livro “Química e tecnologia das formulações agroquímicas” uma SC deve conter os seguintes componentes:

- **Ingrediente ativo:**

Este componente deve ser sólido e apresentar solubilidade mínima em água. Durante a formulação e armazenagem em todas as condições de temperatura deve permanecer no estado sólido. Assim, um desafio para este tipo de formulação é evitar problemas de crescimento de cristais, por isso é preciso adicionar na formulação dispersantes (KNOWLES, 1998).

Este trabalho diz respeito ao desenvolvimento de uma formulação contendo os ingredientes ativos A e B que atuam com ação inseticidas, e outros componentes presentes para estabilizar os ingredientes ativos.

- **Dispersantes:**

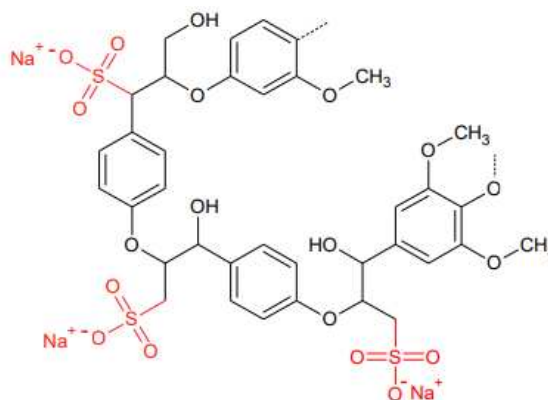
São capazes de prevenir a floculação dos ativos na suspensão concentrada. São classificados em não iônicos ou poliméricos, catiônicos e aniônicos. Os catiônicos apresentam carga positiva e, portanto, são eficientes em

sistemas onde materiais com cargas negativas estão presentes (MENDONÇA ARLINDO). Um exemplo desta classe são sais de amônio quaternário como: Cloreto de cetiltrimetilamônio e cloreto de beheniltrimetilamônio (ZAGO GABRIELA).

Os poliméricos são caracterizados por apresentarem uma cadeia longa composta por vários monômeros, possuindo uma parte hidrofílica e lipofílica (DECIO DALTIM). Por exemplo, tem-se os do tipo copolímero acrílico.

Os aniônicos têm carga negativa. Um exemplo comum desta classe são os lignosulfonatos, derivados da lignina, sendo extraídos de biomassas e classificados como dispersantes aniônicos. Estas substâncias têm grupos sulfônicos em sua estrutura, o que os torna capazes de interagirem com a água devido à sua capacidade interagir com compostos polares, e assim diminuir a tensão superficial. Os tipos mais comuns de lignosulfonatos são os sais de sulfito que contêm sódio, cálcio, magnésio e amônio (LIMA,2018). Na figura 2 temos um exemplo de estrutura química de lignosulfonato de sódio:

Figura 2: Estrutura de lignosulfonato de sódio



Fonte: BARBOSA, 2018

- Agente umectante/Codispersante:

Para uma formulação SC o tamanho de partícula dos ingredientes ativos não podem ser grandes, sendo assim necessário um processo de moagem para diminuí-los. Durante a moagem com a geração de novas superfícies, estas partículas tendem a se aglomerar novamente, causando um possível bloqueio no moinho, pois este aparelho funciona por meio do cisalhamento de esferas com o produto. Dessa forma, pode-se adicionar umectantes, moléculas anfífilas capazes de reduzir tensões superficiais entre suas superfícies, evitando aglomerações

(FARIAS, 2006). Ou seja, são moléculas dinâmicas atuando adicionalmente com os dispersantes, por isso as vezes não chega a ser necessário. Ademais, umectantes promovem molhabilidade ao sistema permitindo que uma gota de líquido se espalhe mais facilmente sobre a superfície das folhas de uma planta, aumentando o potencial de cobertura da formulação quando aplicada via pulverização. (DECIO DALTIM). Existem três classes de umectantes: os inorgânicos, como o cloreto de cálcio; os metal-inorgânicos, como o lactato de sódio; e os orgânicos, como propilenoglicol e glicerina (CORRÊA, 2012).

- Agentes anticongelantes:

São moléculas que apresentam o grupo funcional álcool, como monoetilenoglicol (MEG) e monopropilenoglicol (MPG). É preciso que o ingrediente ativo não seja solúvel com o agente anticongelante, pois isto pode ocasionar problemas com formações de cristais (KNOWLES, 1998).

- Espessantes:

O objetivo dos espessantes é prevenir a sedimentação por meio da estabilização gravitacional e mantê-lo, assim, em suspensão. Goma xantana é bastante utilizada nas formulações, e sua eficácia pode ser mensurada com medidas de viscosidade no decorrer do tempo, de forma que se a viscosidade cair muito, pode-se aferir que o ingrediente ativo está rapidamente sedimentando com o tempo. Soluções contendo goma xantana pode ser degradada por bactérias, por isso é importante também que seja adicionado ao produto um biocida (KNOWLES, 1998).

- Agentes antiespumantes:

É característico de formulações SC a ocorrência de espumas, sendo necessário um antiespumante para evitar que isto ocorra (KNOWLES, 1998). É característico de formulações SC a ocorrência de espumas, sendo necessário um antiespumante para evitar que isto ocorra (KNOWLES, 1998), pois uma grande quantidade de espuma pode ocasionar no transbordamento do produto durante a sua aplicação. Por exemplo, tem-se o polidimetilailoxano.

1.2 Método de aplicação no campo

Normalmente, o produto é diluído em água de acordo com as doses recomendadas pelo fabricante e é colocado em máquinas pulverizadoras. Estas máquinas permitem que o líquido seja transformado em pequenas gotas por meio de bicos de pulverização (AZEVEDO E CHAGAS, 2006). Na Figura 3, é possível observar os bicos de pulverização em funcionamento:

Figura 3: Implemento agrícola realizando a pulverização de calda fitossanitária através de bicos de pulverização



Fonte: Agroreceita, 2024

Dessa forma, é importante que a formulação apresente tamanhos de partículas pequenos e que não haja formação de cristais para que os bicos de pulverização utilizados não sejam entupidos.

1.3 Normas para o mercado de agroquímicos

- Normas internacionais:

A entidade Conselho Colaborativo Internacional de Análise de Pesticidas (CIPAC) rege normas globais para garantir a qualidade dos produtos agroquímicos comercializados.

Sua história começou em 1952 no IIIº Congresso Internacional de Proteção de Cultivos em Paris, onde uma resolução foi aprovada e um comitê de químicos analíticos oficiais foi formado para padronizar métodos de análises para o estudo da eficácia de pesticidas. Após isto, outro congresso foi realizado em 1957,

onde um comitê europeu foi criado composto por especialistas de vários países da Europa. Após um período de pesquisas, os resultados deste comitê foram publicados em 1960. (site CIPAC, 2022)

O progresso foi constante e em 1970 a CIPAC lançou seu primeiro livro apresentando métodos analíticos, testes físicos, reagentes e preparação de pesticidas puros. No decorrer do tempo seu livro começou a ser reconhecido por outros órgãos internacionais como: FAO, OMS, AOAC, UNIDO e GIFAP, agora GCPF. (site CIPAC, 2022)

Atualmente o CIPAC é uma empresa limitada no Reino Unido sem fins lucrativos, fundada em 1971. Desde então, segue sendo líder na área de padronização de métodos de análises para formulações de pesticidas. Seus métodos são publicados com regularidades e exigidos por autoridades de registro, pela União Europeia e pelas especificações da FAO e da OMS. (site CIPAC, 2022).

- Normas brasileiras:

Para uma empresa obter permissão para a comercialização de pesticidas, é preciso fazer um registro, processo intitulado em 1989. Segundo a Lei n.º 7.802, de 11 de julho de 1989, é preciso que o produto passe pela análise de três órgãos brasileiros: o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) e o Ministério do Meio Ambiente, por intermédio do Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA). Neste contexto o Mapa avalia a segurança no contexto agrônômico, a Anvisa os aspectos relacionados à saúde pública e o Ibama examina os impactos para o meio ambiente. (MORAES, 2019)

Dessa forma, as solicitações de registro devem atender as normas estabelecidas pela associação brasileira de normas técnicas (ABNT). O órgão estabelece padrões físico-químicos aceitáveis para cada tipo de formulação, garantindo, assim, a qualidade dos pesticidas utilizados no Brasil.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo principal o desenvolvimento de uma formulação inseticida estável do tipo suspensão concentrada (SC), contendo os ativos que serão apresentados como “A” e “B”, por motivos de sigilo. A avaliação de sua estabilidade foi avaliada por meio de análises físico-químicas. Para isso, foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

Desenvolvimento de uma formulação inseticida estável:

- Criar uma composição eficiente baseada na tecnologia de suspensão concentrada (SC), garantindo a dispersão homogênea dos ingredientes ativos A e B.
- Selecionar e testar diferentes agentes dispersantes, umectantes, espessantes e estabilizantes para assegurar a estabilidade físico-química da formulação.
- Avaliar o comportamento da suspensão em diferentes condições de temperatura e armazenamento, prevenindo sedimentação, separação de fases ou degradação dos ativos.

Avaliação da estabilidade e do prazo de validade do produto:

- Realizar ensaios físico-químicos como pH, viscosidade, tamanho de partícula, peneiramento, densidade e espuma persistente, conforme normas técnicas internacionais e nacionais.
- Submeter a formulação a testes de estabilidade acelerada para prever seu comportamento ao longo do tempo e estimar seu prazo de validade.
- Comparar os parâmetros físico-químicos das amostras armazenadas sob diferentes condições de temperatura para verificar a manutenção da qualidade e eficácia do produto ao longo do tempo.

Com a execução dessas etapas, a pesquisa visa contribuir para o desenvolvimento de um defensivo agrícola eficiente, seguro e de alta qualidade, alinhado às exigências regulatórias e às necessidades do setor agroquímico.

3. METODOLOGIA

O presente estudo foi conduzido no laboratório de pesquisa e desenvolvimento da empresa Sumitomo Chemical, que atua na América Latina no desenvolvimento e comercialização de pesticidas, fungicidas e herbicidas. A metodologia empregada neste trabalho foi dividida em três etapas principais: formulação do produto, testes de estabilidade e análises físico-químicas.

3.1 Ensaios preliminares e processo de formulação

A metodologia aplicada está voltada para o desenvolvimento de um novo agroquímico estável. O planejamento experimental seguiu as etapas descritas abaixo:

1. Pesquisa interna sobre formulações já desenvolvidas por pesquisadores da Sumitomo Chemical.
2. Formulação com os componentes químicos propostos.
3. Submissão das amostras a testes de estabilidade térmica.
4. Realização de ensaios físico-químicos para avaliação da estabilidade, visando definir o prazo de validade e a resistência a variações de temperatura.

Inicialmente, foram analisadas formulações internas que continham apenas o ativo A, encontrando-se uma composição estável. Com o objetivo de incluir o ativo B e obter uma formulação igualmente estável contendo ambos os ativos, foram realizados seis testes.

Os ensaios foram conduzidos a partir da formulação original que continha apenas o ativo A, variando as concentrações dos ativos e outros componentes da formulação. As bases testadas continham água e outros componentes como umectantes, dispersantes, antiespumantes, anticongelantes e biocidas.

Para a mistura dos componentes, utilizou-se um agitador mecânico modelo Ika Microstar, acoplado a uma haste agitadora modelo R1300 (Figura 4). A agitação foi realizada em temperatura ambiente (cerca de 25 °C) e foi encerrada com a homogeneização da base.

Figura 4: Agitador Mecânico de Hélice IKA Microstar Control e haste agitadora modelo R1300



Fonte: Biovera, 2025

Em seguida, para promover uma melhor dispersão dos ativos sólidos, a formulação passou por um processo de agitação em um misturador de alto cisalhamento modelo Silverson L4R, operando a 6800 rpm por 5 minutos (Figura 5) em temperatura ambiente (cerca de 25 °C).

Figura 5: Misturador de alto cisalhamento, Modelo Silverson L4R



Fonte: Gemini, 2025.

Após a dispersão, a moagem foi realizada em um moinho modelo Minizeta da marca Netzsch, com rotação de 2500 rpm, por um período de 50 minutos. A cada 10 minutos, amostras foram coletadas para medição do tamanho de partícula até atingir o padrão ideal. A medição foi feita utilizando um analisador de partículas por difração a laser, modelo Mastersizer 3000E (Figura 6).

Figura 6: Medidor de tamanho de partícula via difração a laser, modelo Master Sizer 3000E – Malvern



Fonte: Malvern Panalytical, 2025.

Na etapa final, foi preparada uma goma estabilizante altamente viscosa, que foi incorporada à formulação para aumentar a estabilidade da suspensão concentrada. Como a goma contém açúcares, foi necessário adicionar biocidas para evitar contaminação microbiológica.

A formulação final foi submetida a testes de estabilidade acelerada, simulando condições de armazenamento ao longo do tempo. Para isso, as amostras foram armazenadas em:

- **Estufa a 54°C por 14 dias**
- **Freezer a 0°C por 7 dias**

Os resultados foram comparados com a amostra inicial (RT – Room Temperature) que permaneceu em temperatura ambiente laboratorial próximo a 25°C. Seguindo as diretrizes da CIPAC (MT 46.4), caso a amostra armazenada a 54°C permanecesse estável em relação à RT, a validade projetada do produto seria estipulada em dois anos (CIPAC, 2017).

3.2 Análises físico-químicas e condições ideais

pH

A medição do pH foi realizada utilizando um pHmetro da marca Metrohm. Cada amostra foi homogeneizada antes da medição, e a variação aceitável foi limitada a 1 unidade de pH entre as amostras, conforme padrão interno da empresa. Esse parâmetro foi avaliado para detectar possíveis reações químicas indesejadas e degradação dos ativos.

Viscosidade

A viscosidade foi medida utilizando um viscosímetro Brookfield DV3T (Figura 7). O objetivo dessa análise foi verificar a eficácia da goma estabilizante ao longo do tempo, garantindo a homogeneidade da formulação. Essa análise também permite verificar se a goma é consumida no decorrer do tempo por bactérias, pois com uma diminuição acentuada da viscosidade, há sedimentação do produto e ineficácia da goma xantana. A variação máxima aceitável entre as amostras foi de 25% (CIPAC, MT 192, 2017).

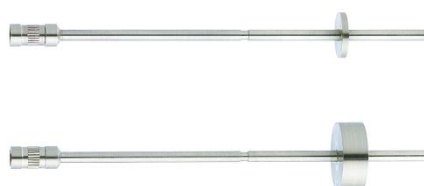
Figura 7: Viscosímetro DV3T, marca Brookfield



Fonte: Braseq.

Antes da medição, as amostras foram peneiradas com uma malha de 75 micrômetros para remoção de bolhas de ar. Foram testados os *spindles* 62 e 63 (Figura 8) para a leitura.

Figura 8: *Spindles* 62 e 63



Fonte: Gemini, 2025

Tamanho de Partícula

O tamanho de partícula foi aferido utilizando um analisador Mastersizer 3000E, que emprega a técnica de difração a laser. Durante a análise, a amostra foi gotejada em 500 mL de água ultrapura, e foram obtidos os seguintes valores:

- **Dx10** – Diâmetro correspondente a 10% da distribuição granulométrica.
- **Dx50** – Diâmetro correspondente a 50% da distribuição granulométrica.
- **Dx90** – Diâmetro correspondente a 90% da distribuição granulométrica.
- **Dx98** – Diâmetro correspondente a 98% da distribuição granulométrica.

Peneiramento

O peneiramento foi realizado para simular os bicos de pulverização, utilizando peneiras de 100 e 200 mesh. Cerca de 50 g de cada amostra foram pesadas e peneiradas, e os resíduos retidos foram analisados. Os limites aceitáveis de resíduo foram:

- **0,01% na peneira de 100 mesh**
- **0,20% na peneira de 200 mesh**

Após a separação, as peneiras foram secas em estufa a 70°C por 15 minutos e posteriormente armazenadas em dessecador por 1 hora antes da pesagem final (CIPAC, MT 185).

Densidade

A densidade foi determinada com o densímetro Anton Paar, modelo DMA 1001 (Figura 9). Como o equipamento é sensível a bolhas de ar, as amostras foram previamente peneiradas com uma malha de 75 micrômetros (200 mesh). A variação máxima permitida foi de 0,01 unidades entre as amostras.

Figura 9: Anton Paar DMA 1001



Fonte: Anton Paar, 2025

Espuma Persistente

A formação de espuma foi avaliada conforme a norma ABNT NBR 13451 (2016). Para isso, preparou-se uma solução a 1% do produto em água de dureza 20 ppm de CaCO_3 , totalizando 250mL de solução utilizando uma proveta graduada de 250mL. A solução foi submetida a 30 inversões e mantida em banho termostático a 30°C por 5 minutos. A altura da espuma foi medida com régua, sendo o limite máximo aceitável de 3 cm.

A metodologia aplicada permitiu a obtenção de dados precisos sobre a estabilidade da nova formulação agroquímica. Os testes físico-químicos forneceram informações fundamentais para prever a validade do produto e garantir sua eficiência em condições de armazenamento e uso. Os resultados obtidos serão utilizados para aprimorar a formulação e definir parâmetros de controle de qualidade industrial.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, apresentamos os resultados obtidos durante o desenvolvimento da formulação inseticida em suspensão concentrada (SC), destacando as principais análises realizadas e suas implicações na estabilidade e eficácia do produto. Serão discutidos aspectos como o processo de formulação, os ajustes necessários para a otimização da composição e a avaliação físico-química da formulação final. Os dados obtidos foram analisados de forma comparativa, buscando validar a robustez da formulação diante das exigências técnicas e regulatórias.

4.1 Processo de formulação

Com base nos ensaios realizados, foi determinada a composição mais estável para a formulação inseticida em suspensão concentrada (SC), conforme apresentado na Tabela 1. A formulação foi desenvolvida considerando a estabilidade dos ingredientes ativos A e B, a compatibilidade dos excipientes e o comportamento reológico da suspensão.

Tabela 1 – Composição química da formulação otimizada

Ordem de adição	Componente	Função	Concentração (g/L)	% Massa/Massa
1	Solvente	Meio dispersante	374,94	34,52
2	Umectante	Redução de tensão interfacial	25	2,3
3	Dispersante 1	Estabilização de partículas	20	1,84
4	Anticongelante	Proteção contra variações térmicas	100	9,19
5	Biocida	Prevenção de contaminação microbiológica	4	0,36
6	Dispersante 2	Melhoria da estabilidade coloidal	15	1,38
7	Antiespumante	Controle de formação de espuma	5	0,46
8	Ativo A	Ingrediente ativo inseticida	510,2	46,91
9	Ativo B	Ingrediente ativo inseticida	31,96	2,94
10	Suspensor (goma)	Controle reológico e estabilidade	1,5	0,1
Total	-	-	1087,6	100%

Fonte: Elaborado pela autora (2025)

4.1.1 Ajuste da Formulação e Diluição

Após a incorporação dos componentes, a mistura inicial foi submetida ao processo de moagem para garantir uma distribuição homogênea dos ingredientes ativos e evitar a sedimentação. Durante esse processo, verificou-se uma redução na massa total da formulação, exigindo ajustes na diluição para atingir a concentração alvo dos ativos A e B.

Os cálculos foram realizados conforme descrito abaixo:

1. Determinação do volume da base antes da moagem:

$$V = \frac{\text{Massa}}{\text{Densidade}} = \frac{980\text{g}}{1,0876 \text{ g/mL}} = 901,07\text{mL}$$

2. Cálculo da concentração inicial do ativo A na base de moagem:

$$\frac{\text{Massa adicionada do ativo A}}{\text{Volume}} = \frac{500\text{g}}{0,90107\text{L}} = 554,90 \text{ g/L (Concentração 1)}$$

3. Cálculo do volume da base moída:

$$V = \frac{927,6\text{g}}{1,0876\text{g/mL}} = 852,89 \text{ mL (Volume 1)}$$

4. Ajuste da diluição para a concentração alvo de 500 g/L:

$$\begin{aligned} C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ 554,90 \text{ g/L} \times 852,89\text{mL} &= 500 \text{ g/L} \times V_2 \\ V_2 &= 946,54 \text{ mL} \end{aligned}$$

Assim, foi necessária a adição de **94,25 mL de água** para ajustar a concentração do ativo A.

5. Determinação da massa de goma xantana necessária para estabilização da suspensão:

$$\text{Massa: } \frac{\text{Concentração alvo}}{\text{Volume}} = \frac{1,5\text{g/L}}{0,94654\text{L}} = 1,42\text{g de goma xantana (Kelzan AP)}$$

A goma foi dissolvida em **92,83 g de água** antes da incorporação à formulação, garantindo a estabilidade reológica e prevenindo sedimentação ao longo do tempo.

4.2 Avaliação físico-química da formulação

4.2.1 *Teste de Estabilidade Térmica*

As amostras submetidas a 0°C permaneceram homogêneas, sem cristalização ou separação de fases. Já as amostras expostas a 54°C por 14 dias não apresentaram degradação visível, sedimentação significativa ou alteração de coloração, indicando boa estabilidade térmica.

4.2.2 *Análise de pH*

O pH da formulação foi avaliado como um indicativo da estabilidade química dos ativos:

Amostra	pH
RT (inicial)	7,40
54°C (14 dias)	7,27

A variação observada foi mínima e dentro do limite estabelecido pela empresa, sugerindo que não houve degradação química dos ingredientes ativos, pois em reações químicas é comum a liberação de íons H_3O^+ que são lidos pelo eletrodo.

4.2.3 *Análise de Viscosidade*

A viscosidade da suspensão foi avaliada para verificar a estabilidade coloidal. O critério adotado foi uma variação máxima de 25% em relação à amostra inicial (RT). Por exemplo, para o resultado da amostra RT a 6rpm, foram então feitos os seguintes cálculos:

Resultado da amostra RT a 6 rpm = 3640 cp

25% do valor: $3640 \times 0,25 = 910$ cp

Faixa de variação permitida para amostra 54°C a 6 rpm:

$3640\text{cp} - 910\text{cp} = 2730\text{cp}$

$3640\text{cp} + 910\text{cp} = 4550$ cp

Ou seja, o valor da amostra 54°C poderia variar entre 2730 a 4550 cp a 6 rpm.

O *spindle* escolhidos para as análises foi o 63, pois o *spindle* 62 apresentou resultados muito próximos do seu limite de detecção.

Os resultados obtidos para a amostra RT e 54°C com suas faixas de variações permitidas foram:

Rotação (rpm) RT (cp) 54°C (cp) Faixa aceitável (cp)

6	3640	4400	2730 - 4550
20	1584	1938	1188 - 1980

Os valores medidos permaneceram dentro da faixa aceitável, garantindo a adequada dispersão dos ativos e a homogeneidade do produto ao longo do tempo.

4.2.4 Análise Granulométrica (Tamanho de Partícula)

A distribuição do tamanho de partícula foi determinada por difração a laser, garantindo que a formulação mantivesse um perfil adequado para aplicação sem entupimento de bicos pulverizadores.

Amostra RT:

Tabela 2 – Resultados de tamanho de partícula para amostra RT

	Dx 10 (µm)	Dx 50 (µm)	Dx 90 (µm)	Dx 95 (µm)	Dx 98 (µm)
Medida 1	0,830	2,25	6,07	7,80	10,0
Medida 2	0,830	2,25	6,12	7,90	10,2
Medida 3	0,831	2,26	6,19	8,01	10,4
Medida 4	0,831	2,26	6,27	8,15	10,6
Medida 5	0,831	2,27	6,33	8,26	10,8
Média	0,831	2,26	6,19	8,02	10,4
Desvio	0,000720	0,00742	0,108	0,185	0,307

Fonte: Elaborado pela autora (2025)

Amostra 54°C:

Tabela 3: Resultados de tamanho de partícula para amostra de 54°C

	Dx 10 (μm)	Dx 50 (μm)	Dx 90 (μm)	Dx 95 (μm)	Dx 98 (μm)
Medida 1	0,925	2,76	7,17	9,01	11,3
Medida 2	0,924	2,76	7,11	8,90	11,1
Medida 3	0,925	2,76	7,21	9,08	11,4
Medida 4	0,923	2,77	7,26	9,17	11,6
Medida 5	0,924	2,77	7,30	9,24	11,7
Média	0,924	2,76	7,21	9,08	11,4
Desvio	0,000829	0,00411	0,0768	0,135	0,238

Fonte: Elaborado pela autora (2025)

A leve variação observada para as amostras mantidas a 54°C permaneceu dentro dos padrões aceitáveis, indicando estabilidade da dispersão coloidal. Além disso, os resultados obtidos foram precisos, com um baixo desvio padrão.

4.2.5 Peneiramento (*Simulação de Obstrução de Bicos*)

O processo de peneiramento foi realizado utilizando malhas de 100 e 200 mesh para avaliar a quantidade de resíduo retido.

Amostra	Resíduo 100 mesh (%)	Resíduo 200 mesh (%)
RT(inicial)	0,0044	0,0084
54°C (14 dias)	0,0048	0,015

Ambos os valores ficaram dentro dos limites estabelecidos, confirmando a viabilidade da formulação para aplicação em pulverizadores agrícolas sem risco de entupimento.

4.2.6 Densidade

A densidade da formulação foi monitorada para verificar a consistência da mistura.

Amostra	Densidade (g/mL)
RT (inicial)	1,08159
54°C (14 dias)	1,08237

A pequena variação confirma a manutenção da composição e a ausência de alterações estruturais significativas.

4.2.7 Teste de Formação de Espuma

A espuma persistente foi avaliada para verificar a estabilidade da formulação durante a diluição e aplicação.

Amostra	Espuma (cm)
RT	1,6
54°C	1,4

Ambos os valores ficaram abaixo do limite máximo de **3 cm**, demonstrando que o sistema antiespumante funcionou conforme esperado. Os resultados obtidos confirmam que a formulação desenvolvida atende aos critérios de estabilidade físico-química e viabilidade para aplicação agrícola.

Foram realizados também análises de teor em outro laboratório interno da empresa. Os resultados demonstraram a ausência de degradação dos ativos e a manutenção das propriedades coloidais, avaliadas no teste de estabilidade térmica, sugerem um prazo de validade estimado de **2 anos**, conforme os critérios adotados.

Recomenda-se a realização de testes adicionais sob diferentes condições ambientais para complementar a validação da formulação antes da introdução no mercado.

5. CONCLUSÃO

O presente estudo demonstrou que a formulação inseticida desenvolvida, contendo os ativos A e B em uma suspensão concentrada (SC), atende aos critérios de estabilidade físico-química exigidos para sua viabilidade comercial. A inclusão do ativo B em uma formulação já existente foi realizada com sucesso, sem comprometer a homogeneidade, a dispersão dos ativos ou a estabilidade coloidal do sistema.

Os testes de estabilidade acelerada indicaram que a formulação manteve suas propriedades essenciais após exposição a condições extremas de temperatura (0°C e 54°C), sem degradação significativa dos ativos, alteração de pH, sedimentação excessiva ou separação de fases. Os parâmetros analisados, incluindo viscosidade, tamanho de partícula, densidade e formação de espuma, permaneceram dentro das especificações estabelecidas, permitindo a estimativa de um prazo de validade de dois anos para o produto, conforme normas da CIPAC.

Embora os resultados obtidos sejam promissores, recomenda-se a realização de estudos complementares de estabilidade sob diferentes condições ambientais, para validar completamente o desempenho do produto em longo prazo. Além disso, é fundamental o acompanhamento periódico da formulação ao longo dos 6, 12, 18 e 24 meses de armazenamento, garantindo que a estabilidade observada nos testes acelerados se reflita nas condições reais de uso.

A formulação desenvolvida representa um avanço na área de defensivos agrícolas, oferecendo uma solução tecnicamente robusta e alinhada às exigências regulatórias e de mercado.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGROLINK. **Cenário atual do uso dos agrotóxicos**. Disponível em: https://www.agrolink.com.br/agrolinkfito/tecnologia-de-aplicacao/aspectos-gerais/cenario-atual-do-uso-dos-agrotoxicos_479334.html. Acesso em: 25 fev. 2025.
- ANTON PAAR. **Densímetro digital DMA**. Disponível em: <https://www.anton-paar.com/br-pt/produtos/detalhes/densimetro-digital-dma/>. Acesso em: 13 fev. 2025.
- BARBOSA, Lima. **Influência do lignosulfonato de sódio no processo de inibição de corrosão em meio ácido sobre aço 304L**. 2018. Disponível em: https://repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/39239/3/2018_tcc_jvlbarbosa.pdf. Acesso em: 18 fev. 2025.
- BIOVERA. Disponível em: <https://www.biovera.com.br/>. Acesso em: 13 dez. 2024.
- BRASEQ. **Viscosímetro digital**. Disponível em: <https://www.braseq.com.br/viscosimetro-digital>. Acesso em: 15 fev. 2025.
- CIPAC - COLLABORATIVE INTERNATIONAL PESTICIDES ANALYTICAL COUNCIL. **Manual K. Harpenden**: CIPAC, 2017. Disponível em: <https://cipac.org>. Acesso em: 15 jan. 2025.
- CORRÊA, M. A. **Cosmetologia**: Ciência e Técnica. 1. ed. São Paulo: Livraria e Editora Medfarma, 2012.
- CRODA CROP CARE. **Universidade de formulações agro**. Disponível em: <https://universidadedeformulacoesagro.my.canva.site/>. Acesso em: 19 fev. 2025.
- DALTIN, Decio. **Tensoativos**: química, propriedades e aplicações. São Paulo: Editora Blucher, 2011.
- EMBRAPA. **Controle biológico**: ciência a serviço da sustentabilidade. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/16154268/controle-biologico-ciencia-a-servico-da-sustentabilidade#:~:text=de%2030%20unidades-.A%20Embrapa%20investe%20em%20pesquisas%20de%20controle%20biol%C3%B3gico%20de%20pragas,de%20300%20projetos%20de%20pesquisa>. Acesso em: 18 fev. 2025.

FARIAS. **Estudo da reologia e espessura do reboco de fluidos de perfuração:** influência de dispersantes e umectante aniônicos. 2006. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/fQFWB3cmtrQcgxMDWwKv58P/?format=html>. Acesso em: 13 fev. 2025.

FRACALOSSO DE MORAES, R. **Agrotóxicos no Brasil:** padrões de uso, política da regulação e prevenção da captura regulatória. [S.l.: s.n.]. Disponível em: https://repositorio.ipea.gov.br/bitstream/11058/9371/1/td_2506.pdf. Acesso em: 13 fev. 2025.

GEMINI. **Brookfield LV Spindle Set.** Disponível em: <https://www.geminibv.com/labware/brookfield-lv-spindle-set/>. Acesso em: 15 fev. 2025.

GEMINI. **Silverson L4R High Shear Mixer.** Disponível em: <https://www.geminibv.com/labware/silverson-l4r-high-shear-mixer/>. Acesso em: 13 fev. 2025.

MALVERN PANALYTICAL. **Mastersizer 3000E.** Disponível em: <https://www.malvernpanalytical.com/br/support/product-support/mastersizer-range/mastersizer-3000e>. Acesso em: 13 dez. 2024.

MENDONÇA, Arlindo. **Dispersante aumente a eficiência de seus produtos.** Petrowan, Eusébio, 10 out. 2024. Químicos. Disponível em: https://www.petrowan.com.br/blog/categorias/artigos/dispersante-aumente-a-eficiencia-de-seus-produtos?utm_source=chatgpt.com. Acesso em: 19 mar. 2025.

OECD. **Agricultural Outlook.** Disponível em: https://www.oecd.org/en/publications/oecd-fao-agricultural-outlook-2010_agr_outlook-2010-en.html. Acesso em: 18 fev. 2025.

OMOTO, Celso; POLLETI, Marcelo. **Resistência de inimigos naturais a pesticidas.** Revista Biotecnologia, 2003. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Celso-Omoto/publication/237497569_Resistencia_de_Inimigos_Naturais_a_Pesticidas/links/02e7e53025d49a5af1000000/Resistencia-de-Inimigos-Naturais-a-Pesticidas.pdf. Acesso em: 18 fev. 2025.

PLANO GOVERNO FEDERAL. **Decreto nº 4.074, de 4 de janeiro de 2002.**

Disponível em: https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/decreto/2002/D4074.htm.

Acesso em: 18 fev. 2025.

RECEITA AGRÍCOLA. **Pontas e bicos de pulverização agrícola.** Disponível em:

<https://agroreceita.com.br/pontas-e-bicos-de-pulverizacao-agricola/>. Acesso em: 13

fev. 2025.

SATO, Mário E. et al. **Abamectin resistance in *Tetranychus urticae* Koch**

(Acari: Tetranychidae): selection, cross-resistance and stability of resistance.

Neotropical Entomology, v. 34, p. 991-998, 2005.