

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

Faculdade de Agronomia “Eliseu Maciel”

Programa de Pós-Graduação em Fitossanidade



Dissertação

**Controle de *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera:Chrysomelidae)
em feijão com óleos essenciais e pós-inertes**

Adélio Zeca Mussalama

Pelotas, 2016

Adélio Zeca Mussalama

**Controle de *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera:Chrysomelidae)
em feijão com óleos essenciais e pós-inertes**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Fitossanidade da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Fitossanidade (área do conhecimento: Entomologia).

Orientador: Dr. Flávio Roberto Mello Garcia

Coorientadora: Dr^a. Adrise Medeiros Nunes

Pelotas, 2016

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas
Catalogação na Publicação

M989c Mussalama, Adélio Zeca

Controle de *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831)
(Coleoptera:Chrysomelidae) em feijão com óleos essenciais
e pós-inertes / Adélio Zeca Mussalama ; Flávio Roberto
Mello Garcia, orientador ; Adrise Medeiros Nunes,
coorientadora. — Pelotas, 2016.

80 f.

Dissertação (Mestrado) — Programa de Pós-Graduação
em Fitossanidade, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel,
Universidade Federal de Pelotas, 2016.

1. Atividade inseticida. 2. Eficiência de controle. 3.
Métodos alternativos. 4. Pragas de grãos armazenados. I.
Garcia, Flávio Roberto Mello, orient. II. Nunes, Adrise
Medeiros, coorient. III. Título.

CDD : 635.652

Banca examinadora:

Prof. Dr. Flávio Roberto Mello Garcia
(Universidade Federal de Pelotas) - Orientador

Prof. Dr. Jader Ribeiro Pinto
(Instituto Federal Sulriograndense)

Prof. Dr. Uemerson Silva da Cunha
(Universidade Federal de Pelotas)

Prof. Dr. Alci Enimar Loeck
(Universidade Federal de Pelotas)

Ofereço e Dedico

Ao meu querido e amado filho Elvas Mussalama pela alegria e amor, que me deram força nos momentos difíceis.

Aos meus pais Zeca José Mussalama e Elisa Avelino pelo carinho, a paciência, o amor dedicado, a compreensão pelos dias em que estive ausente e também, a privação dos seus sonhos em favor dos meus.

À minha esposa Ruth Mussalama, por ter compartilhado comigo os ideais, incentivando-me a prosseguir mesmo nas horas em que estes pareciam distantes e inatingíveis, nada seria possível sem teu apoio, carinho, dedicação e, principalmente, teu amor.

Agradecimentos

A Deus, por me dar energia, saúde, perseverança e força para a realização deste projeto, que há muito tempo era um sonho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Fitossanidade da Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel (FAEM), Universidade Federal de Pelotas (UFPel), pela oportunidade de realização do curso de Mestrado.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de estudos.

Ao meu extraordinário Orientador, Prof. Dr. Flavio Roberto Mello Garcia, pela boa vontade de aplicar sua indiscutível inteligência, experiência e bom senso no trabalho, e por todos os esforços para me profissionalizar. Por ter permitido crescer entre nós uma maravilhosa amizade.

À minha co-orientadora Dra. Adrise Medeiros Nunes pela orientação. Sua compreensão, dedicação e amizade foram fundamentais. Obrigada por tudo.

Aos meus pais Zeca Mussalama e Elisa Avelino, minhas cunhadas, Sônia, Laura, Lúcia, Cesária e Arlete, pelo amor, dedicação e cumplicidade, e também por não terem poupado esforços para concretização deste sonho.

Aos meus irmãos Adérito, Antonio, Albertino (*in memoriam*) e João (*in memoriam*) pelo incentivo e confiança que sempre depositaram em mim.

Ao Dr. Gilberto A. Peripolli Bevilaqua, da Embrapa Clima temperado pelo fornecimento dos pós de granodiorito e pela partilha de material e experiências. Obrigado pelo aprendizado.

Ao técnico em químico Marco Aurélio Ziemann dos Santos por fornecer os dados da Cromatografia gasosa dos óleos essenciais

Ao Prof. Dr. Alci Enimar Loeck, pela ajuda na identificação de *Acanthoscelides obtectus* e pelos sábios ensinamentos ministrados nas disciplinas de Taxonomia dos insetos de importância Agrícola, Tecnologia de aplicação de agrotóxicos e Controle de pragas de produtos armazenados. Obrigado pelo aprendizado professor.

À Fernanda Lise pela recepção e acomodação a quando da minha chegada no Brasil. O meu muito obrigado.

A todos os colegas do Laboratório de Ecologia de Insetos (Labei) or vivenciar ótimos momentos durante esta caminhada.

Aos doutorandos, Cristiano Teixeira, Daniele Schlesener, Jutiane Wollmann e Emily Araújo, pela ajuda desde meu ingresso no mestrado, pelos conhecimentos e dedicações e insistência em sempre me ajudar. Muito obrigado por tudo.

À pós-doutoranda Andressa De Brida pela amizade, confiança e ensinamentos.

À minha amiga Franciele Maciel, já mestre em Entomologia pela amizade, partilha, parceria, força e incentivo nessa jornada acadêmica.

A todos os professores e colaboradores do Programa de Pós-graduação em Fitossanidade (PPGFs) da UFPel, pela atenção e ensinamentos transmitidos.

Aos meus colegas e amigos do Programa de Pós-graduação em Fitossanidade (PPGFs) da UFPel de forma particular ao Simon Farah e Ciro Pedro pelo companheirismo, confiança e muita partilha de conhecimentos.

Aos meus colegas de casa, Pablo, Marcos e Marcelo, pelo bom relacionamento e pela boa convivência em um lar que nos acolheu e onde tivemos experiências significativas em vários aspectos das nossas vidas.

À Família África, grupo de estudantes africanos organizado em Pelotas, pelos frequentes encontros em que compartilhamos características tipicamente africanas e que nos ajudam a manter próximo o nosso querido continente, a África. Em particular, endereço um carinho especial à Célia, Samira, Mussa, Juncris, Pedro, Admilson, Nilton, Ricardo, Esdras e a Bia pela reciprocidade e pelo convívio amigável.

A todos que de uma forma ou outra contribuíram para a concretização deste trabalho, vai o meu muito obrigado.

“Agradeço todas as dificuldades que enfrentei; não fosse por elas, eu não teria saído do lugar. As facilidades nos impedem de caminhar”.

Chico Xavier

Resumo

MUSSALAMA, Adélio Zeca. **Controle de *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera:Chrysomelidae) em feijão com óleos essenciais e pós-inertes.** 2016. 80f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Fitossanidade. Universidade Federal de Pelotas.

A utilização de óleos essenciais de plantas e pós-inertes têm-se constituído em uma alternativa para o controle de insetos-praga de grãos armazenados. O objetivo deste trabalho foi avaliar a eficiência de óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho e pós-inertes no controle de *Acanthoscelides obtectus* em condições de laboratório. Os bioensaios foram realizados no Laboratório de Ecologia de Insetos pertencente à Universidade Federal de Pelotas (UFPel-RS). A extração dos óleos foi realizada pelo método de hidrodestilação em aparelho de Clevenger, por quatro horas e foi utilizado o delineamento inteiramente casualizado, com cinco repetições dispostos em esquema fatorial 10X8 (dosagens e tempo de exposição) com dez concentrações (20; 10; 5; 2,5; 1,75; 0,75; 0,5; 0,25 e 0,0% e Tween® 5,0%). Cada repetição foi constituída de 10 adultos não sexados de *A. obtectus* por repetição. Foram avaliadas as variáveis como a eficiência de controle (EC%) e a CL₅₀ através da análise Proc Probit. As avaliações foram realizadas em 1, 2, 3, 12, 24, 48, 72 e 96 horas após o tratamento. Os resultados demonstraram que os óleos essenciais de cravo-da-índia e de tomilho causaram 100% de mortalidade após 48 e 72 horas, respectivamente, na concentração de 20,0%. A CL₅₀ foi estimada em 30,46 ppm para o óleo de cravo-da-índia e 24,93 ppm para o óleo de tomilho. No ensaio com os pós-inertes, o delineamento experimental utilizado foi inteiramente casualizado em um esquema fatorial 13X7 (pós-inertes e tempo de exposição), com cinco repetições. Os tratamentos consistiram de três pós de basalto (0,1; 0,3 e 0,5 mm), dois tipos de pó de granodiorito (0,1 e 0,3 mm) e a terra de diatomácea nas dosagens de 2 e 4 kg ton⁻¹ e uma testemunha, misturados em 20 g de feijão e adicionados 10 insetos adultos não sexados. Aos 3, 6, 9, 12, 18 e 21 dias foram observados o número de insetos vivos e através da equação de Abbott (1925) foi calculada a eficiência dos pós-inertes. Os resultados permitiram concluir que a terra de diatomácea nas dosagens (2 e 4 kg ton⁻¹) proporcionaram 100% de mortalidade e os pó de basalto e granodiorito proporcionaram 70% de eficiência de controle de *A. obtectus* e que a mortalidade dos insetos foi influenciada pelas dosagens e pelo tempo de exposição dos pós-inertes. Desta forma, a utilização de óleos essenciais de *Syzygium aromaticum* e *Thymus vulgaris* e pós-inertes representam uma alternativa viável a

ser usada em condições de armazenamento para o manejo integrado de *A. obtectus*.

Palavras-Chave: Atividade inseticida; Eficiência de controle; Métodos alternativos; Pragas de grãos armazenados.

Abstract

MUSSALAMA, Adélio Zeca. **Control *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) in beans with essential oils and inert powders.** 2016. 81f. Dissertation (Master's degree) – Post Graduation Program in Plant Health. Federal University of Pelotas.

The use of essential oils of plants and inactive powders has been an alternative for the control of plague-insects of stored grains. The objective of this study was to assess the efficiency of essential oils of cloves and thyme and inactive powders on the control of *Acanthoscelides obtectus* in laboratory conditions. The biotrials were conducted in the laboratory of Insects Ecology which belongs to the Federal University of Pelotas (UFPel-RS). The extraction of the oils was executed by the hidro-distillation method in a Clevenger device, for 4 hours and the design used was the completely randomized, with five replications, in a 10x8 factorial arrangement (dozes and exposition time) with ten concentrations (20; 10; 5; 2,5; 1,75; 0,75; 0,5; 0,25 and 0,0% and Tween® 5,0%). Each replication was comprised by 10 unsexed insects of *A. obtectus*. The variables evaluated are as follows: control efficiency and CL_{50} through the Proc Probit analysis. The evaluations were carried out in 1, 2, 3, 12, 24, 48, 72 and 96 hours after the treatment. The results demonstrate that the essential oils of cloves and thyme caused 100% of mortality after 48 and 72 hours, respectively, in the 20% concentration. The CL_{50} was estimated in $30,46 \mu\text{L mL}^{-1}$ for the oil of cloves and $24,93 \mu\text{L mL}^{-1}$ for oil of thyme. In the inactive powders trial, the used design was a completely randomized in a factorial arrangement of 13x7 (inactive powders and exposition time), with five replications. The treatments consisted on three types of basalt powders (0,1; 0,3 and 0,5 mm), two types of powder of granodiorite (0,1 and 0,3 mm) and diatomaceous earth in the doses of 2 and 4 kg ton^{-1} and a control, mixed in 20 g of beans and added 10 adult insects not unsexed insects. After 3, 6, 9, 12, 18 and 21 days, the number of alive insects was observed and by the Abbott (1925) equation the efficiency of the inactive powders was calculated. The results allow to conclude that the soil of diatomaceous earth in the doses (2 and 4 kg ton^{-1}) had 100% of mortality and the powders of basalt and granodiorite had 70% efficiency on the control of *A. Obtectus* and that the mortality of the insects was influenced by the doses and exposition time of the inactive powders. The use of essential oils of *Syzygium aromaticum* and *Thymus vulgaris* and inactive powders represent a viable alternative for use in storehouses for the integrated management of *A. obtectus*.

Key-words: Insecticide activity; Control efficiency; Alternative methods; Plagues of stored grain

Lista de Figuras

Figura 1 - Caracterização do eugenol e outros componentes do óleo essencial de cravo-da-índia (<i>Syzygium aromaticum</i>) (botões florais secos) obtido no comércio no município de Pelotas/RS realizada por GC/FID utilizando cromatografia a gás GC-2010.	33
Figura 2 - Caracterização dos componentes do óleo essencial de tomilho (<i>Thymus vulgaris</i>) (botões florais secos) obtido no comércio no município de Pelotas/RS realizada por GC/FID utilizando cromatografia a gás GC-2010.	35
Figura 3 - Sobrevivência às 1 (A), 2 (B) e 3 (C) horas e eficiência de controle (%) de <i>Acanthoscelides obtectus</i> às 1 (D), 2 (E) e 3 (F) horas após a aplicação de diferentes doses dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho sobre grãos de feijão	39
Figura 4 - Sobrevivência de <i>Acanthoscelides obtectus</i> às 12 (A), 24 (B), 48 (C), 72 (D) e 96 (E) horas após a aplicação de diferentes doses dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho sobre grãos de feijão.....	42
Figura 5 - Eficiência de controle (%) de <i>Acanthoscelides obtectus</i> às 12 (A), 24 (B), 48 (C), 72 (D) e 96 (E) horas após a aplicação de diferentes doses dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho sobre grãos de feijão.	43

Lista de tabelas

Tabela 1 - Porcentagens dos componentes químicos presentes no óleo de cravo-da-índia em função do tempo de retenção realizado através de cromatografia gasosa.	33
Tabela 2 - Porcentagens dos componentes químicos presentes no óleo de tomilho em função do tempo de retenção realizado através de cromatografia.....	35
Tabela 3 - Valores médios de insetos adultos vivos de <i>Acanthoscelides obtectus</i> em função da hora de exposição (12, 24, 48, 72 e 96 horas após o tratamento), das dosagens dos óleos de cravo-da-índia e tomilho (0,0; 0,25; 2,50; 5,00; 10,00; e 20% e testemunha)	40
Tabela 4 - Eficiência de controle de <i>Acanthoscelides obtectus</i> em função das doses dos óleos essenciais de <i>Syzygium aromaticum</i> e <i>Thymus vulgaris</i> aplicados sobre os grãos de feijão durante (12, 24, 48, 72 e 96 horas)após o tratamento	41
Tabela 5 - Concentração letal do óleo essencial de cravo-da-índia necessária para matar 50% de adultos de <i>Acanthoscelides obtectus</i> aplicados em feijão.....	50
Tabela 6 - Concentração letal do óleo essencial de tomilho necessária para matar 50% de adultos de <i>Acanthoscelides obtectus</i> aplicados em feijão.....	51
Tabela 7 - Tratamentos de pós de basaltos, granodiorito e terra de diatomáceas submetidas a dosagens de 2 a 4 kg.ton ⁻¹	57
Tabela 8 - Análise química total do pó de basalto-Ekosolos utilizados nos experimentos provenientes do município de União da Vitória, Paraná e disponibilizados pela empresa Ekosolos Indústria Remineradora de Solos Limitada	58
Tabela 9 - Análise química total do pó de granodiorito disponibilizados pela empresa Pedreira Silveira, Pelotas, Rio Grande do Sul.....	59

Tabela 10 - Valores médios ($\bar{X} \pm$ Erro padrão da média) de insetos vivos de *Acanthoscelides obtectus*, avaliados em função do tempo de exposição (3, 6, 9, 12, 15, 18 e 21 dias após tratamento), das dosagens de terra diatomácea e pó de basalto (2 e 4 kg.t⁻¹) e controle (0). (25±3C; 70±10% e fotofase de 12 horas) (n = 10 insetos).....63

Tabela 11 - Eficiência Controle (EC%)± Erro padrão da média dos três tipos de pós de basaltos, dois tipos de pó de granodiorito e terra diatomácea nas dosagens (2 e 4 kg/t.-1) no controle de adultos do carucho-do-feijão (*Acanthoscelides obtectus*), avaliados em função do tempo de exposição (3, 6, 9, 12, 15, 18 e 21 dias após tratamento).....65

Sumário

1	Introdução geral.....	17
2	Revisão Bibliográfica	20
2.1	Pragas de Grãos Armazenados	20
2.1.1	<i>Acanthoscelides obtectus</i>	20
2.1.2	Danos causados por <i>A. obtectus</i>	21
2.3	Métodos de Controle	22
2.3.1	Pós-inertes	23
2.3.2	Terra de diatomácea	23
2.3.3	Pós-de-rocha.....	24
2.3.4	Utilização de óleos naturais.....	25
3	Capítulo I. Ação dos óleos essenciais cravo-da-índia (<i>Syzygium aromaticum</i>) e tomilho (<i>Thymus vulgaris</i>) no controle de <i>Acanthoscelides obtectus</i> (Say, 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) em laboratório	27
3.1	Introdução	27
3.2	Materiais e métodos	29
3.2.1	Manutenção da criação de <i>A. obtectus</i>	29
3.2.2	Extração dos óleos essenciais de cravo-da-índia (<i>Syzygium aromaticum</i>) e tomilho (<i>Thymus vulgaris</i>)	29
3.2.3	Avaliação da composição química dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho.....	30
3.2.4	Método de aplicação dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho no controle de <i>A. obtectus</i>	30
3.2.5	Análise de dados.....	31
3.3	Resultados e discussão.....	32

3.3.1 Avaliação da composição química do óleo essencial de <i>S. aromaticum</i>	32
3.3.2 Avaliação da composição química do óleo essencial de <i>T. vulgaris</i>	33
3.3.3 Atividade inseticida do óleo essencial de cravo-da-índia e tomilho no controle de <i>Acanthoscelides obtectus</i> em feijão	36
3.3.4 Determinação da Concentração Letal média (CL ₅₀) do óleo de cravo-da-índia para controle de <i>A. obtectus</i>	49
A CL ₅₀ do óleo de cravo-da-índia foi estimada em 30,46 (24,93 – 36,0) ppm (Tabela 5).	49
3.3.5 Determinação da Concentração Letal média (CL ₅₀) do óleo de tomilho para controle de <i>A. obtectus</i>	50
3.4 Conclusões.....	53
4 Capítulo II. Ação de pós inertes minerais no controle de <i>Acanthoscelides obtectus</i> (Say, 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) em laboratório	54
4.1 Introdução	54
4.2 Materiais e Métodos	56
4.2.1 Obtenção e análise dos pós de basaltos e granodiorito	57
4.2.2 Condução do experimento	60
4.2.3 Cálculo da eficiência de controle de <i>A. obtectus</i>	60
4.3 Resultados e discussão	61
4.4 Conclusões.....	67
5 Considerações finais.....	68
6 Referências	69

1 Introdução geral

O feijoeiro (*Phaseolus vulgaris* L.) representa uma importante fonte protéica na dieta humana dos países em desenvolvimento das regiões tropicais e subtropicais, particularmente nas Américas com (47% da produção mundial) e no Leste e Sul da África (10% da produção mundial) onde Moçambique detém uma área cultivada correspondente a 98.695 ha equivalente a 3,05% produzida por pequenos, médios e grandes produtores, sendo parte desta produção destinada a subsistência familiar, especialmente nas regiões onde predominam poucas culturas (LEVENE; NHAWZIMO; CRAVO, 2011).

O Brasil é o maior produtor mundial de feijão com produção média anual de 3,5 milhões de toneladas, a 1ª e a 2ª safra de 2014 obtiveram 1 708 949 e 1 348 986 toneladas, respectivamente, os estados que possuem as maiores produções são: Paraná, com cerca de 450 000 toneladas, seguido de Mato Grosso com cerca de 200.000 toneladas, Minas Gerais com cerca de 150 000 toneladas e o estado de Bahia com 100.000 toneladas (SILVA et al. 2013; IBGE, 2014).

O uso de tecnologias para a prevenção de perdas, na produção de grãos, os quais são alimentos base da população mundial como trigo, arroz, milho, soja, feijão e girassol, devem ser levados em conta além de fatores de campo fatores relacionados ao armazenamento. O armazenamento tem objetivo guardar o produto no período onde a sua produção não é recomendada, mantendo assim as suas qualidades organolépticas tornando lucrativo o seu preço no mercado (LIMA JUNIOR et al. 2012).

As sementes podem ser armazenados desde sua colheita até a época de semeadura na safra seguinte. Considerando que, ao serem colhidas, as sementes e os grãos são desligadas da planta mãe, que até esse momento era seu ambiente

natural, passa a ser de responsabilidade do homem a sua conservação (PESKE; ROSENTHAL; ROTA, 2003).

Os insetos-praga frequentemente encontradas em grãos armazenados pertencem às ordens Lepidoptera e Coleoptera, sendo esta última com um número correspondente a mais de 600 espécies encontradas em várias partes mundo incluindo o Brasil (PACHECO; PAULA, 1995).

A estratégia de ação adotada pela pesquisa e transferência de tecnologia precisa levar em consideração as diferenças e peculiaridades regionais da produção de feijão no Brasil e no mundo, onde os grãos de feijão armazenados são atacados por várias espécies dentre elas: *Zabrotes subfasciatus* (Bohemann, 1833), *Callosobruchus maculatus* (Fabricius, 1775), *Araecerus fasciculatus* (De Geer, 1775) e *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) sendo esta última espécie uma das mais importantes, que afeta tanto no campo como no armazenamento (SILVA; WANDER, 2013).

Uma alternativa aos produtos químicos sintéticos são as práticas agroecológicas, as quais se têm buscado por diferentes métodos para o controle de pragas em grãos armazenados. A utilização de extratos vegetais e de pós-inertes vem mostrando-se como uma alternativa viável para o controle de carunchos e gorgulhos (SILVA et al., 2013).

Alguns pós e cinzas apresentam potencial para serem usados no controle de pragas além de não serem tóxicos ao homem, outros animais e ao ambiente, são de fácil acesso aos agricultores, exigindo menores investimentos. Diante desta perspectiva, tem-se buscado por métodos alternativos com base na adoção de pós-inertes como a terra de diatomácea. A aplicação deste pó, para o controle de insetos em grãos armazenados, confere proteção à massa de grãos e o não desenvolvimento de resistência dos insetos (MARIANO; SANTOS; SANTOS, 2006).

A importância do uso de inseticidas botânicos no controle de pragas de produtos armazenados foi reportada por Melo et al. (2011) como sendo uma forma promissora, viável e ecologicamente correta, e cada vez mais tem ganhado espaço e atenção dos diversos segmentos da ciência.

O cinamomo, *Melia azedarach* L., apresenta uma ampla utilização popular, já teve muitos princípios ativos isolados e várias ações farmacológicas testadas e comprovadas, dentre estas se destacam a atividade antiviral, antimicrobiana,

antimalarial, antiparasitária, inseticida, contraceptiva, antifoliculogênica e citotóxicas devidamente comprovadas (ARAÚJO et al., 2009).

O emprego de inseticidas botânicos em grãos armazenados tem sido pertinente tendo-se em vista a possibilidade de controle dentro do armazém (TAVARES; VENDRAMIM, 2005).

Deste modo, e atendendo a necessidade de se encontrar métodos alternativos para o controle deste inseto-praga, associados a um reduzido custo, disponibilidade, facilidade de aplicação, menor risco para a saúde humana e ambiental, o objetivo deste trabalho foi avaliar a eficiência de pós-inertes e do óleo essencial de cravo-da-índia e do tomilho no controle de *A. obtectus* em grãos de feijão em condições de laboratório.

2 Revisão Bibliográfica

2.1 Pragas de Grãos Armazenados

Havendo à necessidade de se ter uma ampla atenção, devido a importância destas pragas, uma vez que o problema é notado muitas vezes por técnicos nos armazéns e a maioria possuem pouco conhecimento sobre o seu manejo. Para a utilização do manejo integrado de pragas é importante o conhecimento do hábito alimentar de cada espécie, as quais são classificadas em primárias e secundárias (LORINI et al., 2010).

Dentre os principais insetos-praga de grãos armazenados, destacam-se *Sitophilus zeamais* Motschulsky 1855, *Sitophilus oryzae* (Linné, 1763), *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792), *A. obtectus*, *Lasioderma serricorne* (Fabricius, 1792), *Sitotroga cerealella* (Oliver, 1789), *Ephestia kuehniella* (Zeller, 1879) e *Ephestia elutella* (Hübner, 1796), as quais são responsáveis pela deterioração física da semente armazenada (LORINI et al., 2009).

As dificuldades de armazenamento dos produtos agrícolas constituem objeto de estudo permanente, para que se possa prolongar ao máximo a qualidade dos produtos armazenados, sejam eles em forma de semente ou em forma de grão para consumo (BRAGANTINI, 2005).

2.1.1 *Acanthoscelides obtectus*

O caruncho de feijão *A. obtectus* (Coleoptera: Chrysomelidae) deposita seus ovos nas vagens e nos grãos em desenvolvimento no campo, e quando esses grãos são colhidos e transportados para o local de armazenamento resultam em uma infestação cruzada (PACHECO; PAULA, 1995).

Essa é uma praga primária de produtos armazenados, atacando principalmente leguminosas como o feijoeiro e está adaptada tanto para viver e reproduzir-se em regiões tropicais como nas temperadas em condições de baixa umidade (LORINI et al. 2009). Os adultos medem de dois a quatro milímetros de comprimento e apresentam coloração pardo-escuros, com pontuações avermelhadas no abdome (FARONI et al., 1995).

A condição ideal para o desenvolvimento de *A. obtectus* é em torno de 30° C e 70% (U.R.), sendo que a média de desenvolvimento de ovo ao adulto é de 27,5 dias, longevidade do adulto de 11,8 dias e a fecundidade total por fêmea é de 63 ovos (MAZZONETTO; VENDRAMIM, 2003).

Os ovos possuem cerca de 1,0 mm, de comprimento, são elípticos, lisos e brancos, e se encontram espalhados entre os grãos armazenados, ou depositados nas suas proximidades, ou inseridos em fendas nas vagens em desenvolvimento, podendo ser colocados isoladamente ou em grupos (GALLO et al. 2002).

O desenvolvimento biológico desta espécie é de 26° C, o período embrionário é de cinco a sete dias, o estágio larval é de 14-16 e o período pupal fica entre seis e sete dias. As larvas recém-eclodidas penetram nas sementes, onde passam por quatro ínstar, quando se transformam em pupas. A larva de último instar e a câmara pupal ficam visíveis externamente, na forma de um orifício circular coberto por uma fina camada do tegumento da semente. Os adultos vivem aproximadamente 14 dias onde acasalam e ovipositam logo após a emergência depositando em média, 36 e 45 ovos (DENIS, 1984; QUINTELA, 2002).

2.1.2 Danos causados por *A. obtectus*

Esse caruncho causa prejuízos consideráveis, como perda de peso, redução da qualidade nutricional, do poder germinativo das sementes e a introdução de contaminantes secundários, como fungos e micotoxinas. As infestações iniciam no campo e as larvas alimentam-se das sementes em maturação, podendo em cada semente ocorrer diversas larvas, e em função do seu rápido desenvolvimento, com alto potencial para o crescimento populacional (BAIER; WEBSTER, 2002; LORINI et al. 2010).

Os carunchos causam danos aos grãos devido às galerias feitas pelas larvas, destruindo os cotilédones, reduzindo o peso da semente e favorecendo a entrada de

microorganismos e ácaros. Além de provocarem o aquecimento na massa dos grãos, afetam a germinação da semente pela destruição do embrião depreciando a qualidade comercial do produto devido à presença de insetos, de ovos e excrementos (PACHECO; PAULA, 1995; QUINTELA, 2002; LORINI et al. 2010).

2.3 Métodos de Controle

Os locais de armazenamento de grãos constituem ambientes uniformes e estáveis para as pragas e podem ser considerados um ecossistema. Assim, estes insetos estão sujeitos a fatores ecológicos limitantes, como à temperatura e à umidade, que podem ser utilizadas contra esses organismos, desde que convenientemente manejadas. A temperatura para o desenvolvimento ótimo das pragas dos produtos armazenados está situada na faixa de 23°C a 25°C, valores acima de 35°C prejudicam a maioria das espécies e podem tornar-se letais enquanto que abaixo de 23°C, influenciam no potencial biótico reduzindo o número de gerações anuais e de descendentes (PEREIRA, 1993).

A influência da temperatura manifesta-se muito mais como fator de distribuição das pragas do que como agente de controle. O desenvolvimento da maioria das pragas de grãos armazenados está entre 12% a 15%, quando a umidade é de 10% poucas espécies possuem a capacidade de causar danos. A preparação do local antes do armazenamento, evita focos de infestação e a realização de inspeções periódicas nas instalações dos depósitos a cada 15 dias, são algumas medidas a serem adotadas para um eficiente armazenamento de grãos e sementes (GALLO et al. 2002).

No armazenamento, medidas de controle são recomendadas e devem ser combinadas, a higiene, secagem adequada e medidas de segurança são importantes para a conservação de grãos em um sistema de armazenagem. O controle de pragas de grãos armazenados pode ser preventivo e curativo, sendo que o tratamento preventivo pode ser à base de inseticidas químicos, líquido ou naturais e o curativo poder ser através do expurgo (LORINI et al. 2010).

2.3.1 Pós-inertes

Vários métodos alternativos de controle de grãos armazenados estão sendo estudados, a fim de reduzir o uso de produtos químicos, diminuindo o potencial de exposição humana e redução no desenvolvimento de resistência de pragas a inseticidas. Todavia tem-se buscado novas alternativas e rotas viáveis com base na sustentabilidade em longo prazo, para controle destes insetos em grãos armazenados, citando-se a adoção de pós-inertes (LORINI et al. 2010).

Os pós-inertes a base de terra diatomácea são comercializados para uso no controle de algumas pragas de grãos armazenados. Estes possuem ação inseticida altamente eficiente, é um produto de fácil manuseio, e não necessita de equipamento específico, quando aplicado em pequena escala (LORINI et al. 2001).

2.3.2 Terra de diatomácea

O pó inerte à base de terra de diatomácea é proveniente de fósseis de algas diatomáceas, que possuem naturalmente uma fina camada de sílica, e podem ser de origem marinha ou de água doce. O preparo da terra de diatomácea para uso comercial é feito por extração, secagem e moagem do material fóssil, o qual resulta em pó seco de fina granulometria. No Brasil, existem apenas dois produtos a base de terra de diatomácea comercial, Insecto® e Keepdry® e estão registrados como inseticidas e recomendados para controle de pragas de grãos armazenados (LORINI et al., 2010).

Estudos realizados com o uso da terra de diatomácea no controle de *S. zeamais* em milho armazenado verificaram que a terra de diatomácea é eficiente no controle do gorgulho do milho **em todas as dosagens testadas** e que quanto maior a dosagem, menor é o tempo necessário para alcançar uma alta mortalidade (ALBERTO JÚNIOR et al. 2007).

A terra de diatomácea apresentou eficácia no controle de insetos-praga em concentração superior a 750 g ton⁻¹ nos primeiros dias após a exposição dos insetos aos grãos tratados, nesse período de realização do experimento os grãos de feijão que receberam tratamento com dióxido de sílica não apresentaram reinfestação,

quando comparados com a testemunha que apresentou expressivas perdas qualitativas e quantitativas (PINTO JÚNIOR et al. 2005).

Ao usar terra de diatomácea para o controle de *S. zeamais* verificaram que usando uma menor dosagem correspondente a 500 g/t, o tratamento resultou em 100% de mortalidade nos primeiros dez dias após a exposição aos grãos de milho pipoca (MARTINS; OLIVEIRA, 2008).

Antunes et al. (2012), relatam que a terra de diatomácea é eficiente no controle de adultos de *S. zeamais*, mesmo quando aplicada em grãos com elevados teores de umidade, desde que estes grãos entrem em equilíbrio higroscópico com umidade inferior a 13%.

Estudos realizados para avaliar a eficácia da terra diatomácea no controle do *A. obtectus* no feijão quando submetidas às temperaturas de 15, 20, 25, 30 e 35°C, e com dois níveis de umidade relativa (UR) (55 e 75%) e quatro concentrações (100, 300, 500 e 900 ppm) onde a eficácia dos pós era medida com o aumento da temperatura, a maior eficiência foi constada nas menores temperaturas e nas concentrações mais baixas. Outros estudos também comprovam que a terra de diatomácea é eficiente no manejo de outras pragas de produtos armazenados (BOHINC et al. 2013; SHAH; KHAN, 2014).

O *A. obtectus* pode causar grandes prejuízos aos grãos e sementes de feijão armazenado, comprometendo a qualidade alimentícia, fisiológica e a sua utilização para formação de novas lavouras, causando danos que podem chegar até 100%, entretanto a terra diatomácea pode ser utilizada para o controle deste inseto (BAVARESCO, 2007).

2.3.3 Pós-de-rocha

Os subprodutos de rochagem vêm sendo destacados com grande interesse para o uso na agricultura de base ecológica, no controle de doenças e pragas de grãos armazenados. Contudo, poucas informações são encontradas na literatura (LORINI et al. 2001).

As partículas de terra de diatomácea e de outros pós-inertes aderem à epicutícula dos insetos por carga eletrostática, levando à desidratação corporal, em resultado da ação de adsorção de ceras da camada lipídica pelos cristais de sílica

ou de abrasão da cutícula ou de ambas, tornando-a permeável à água e promovendo a mortalidade dos insetos por dessecação (KORUNIC, 1998).

Paixão et al. (2009), obtiveram resultados satisfatórios com a utilização da cinza de xisto para o controle alternativo do gorgulho do milho, *Sitophilus zeamais* em milho armazenado, que é o produto da queima dos resíduos gerados no processo de extração do óleo de rochas pirobetuminosas, tendo como principal componente a sílica.

Os subprodutos de xisto (xisto retornado, finos de xistos, calxisto e a cinza de xisto) vêm sendo observados com grande interesse para o uso na agricultura orgânica. Silva et al. (2012), ao avaliarem a eficiência de diferentes pós de rochas e subprodutos de xistos em milho no controle de *S. zeamais* constataram que a cinza de xisto apresentava um grande potencial no controle desse inseto-praga podendo ser uma alternativa ao uso da terra de diatomácea.

Outros pós-de-rocha, como as basálticas e granodiorito possuem elevados teores de sílicas, sendo necessárias mais pesquisas para comprovar a eficiência e concentrações para o controle de pragas de grãos armazenados.

2.3.4 Utilização de óleos naturais

A importância do uso de inseticidas botânicos no controle de pragas de produtos armazenados foi reportada por Melo et al. (2011) como sendo uma forma promissora, viável e ecologicamente correta, e tem cada vez mais ganhado espaço e atenção dos diversos segmentos da ciência, por seus vários efeitos sobre os insetos, existindo plantas que podem apresentar o potencial de servirem como inseticidas.

Segundo Gallo et al. (2002), alguns estudos realizados com a aplicação de óleos essenciais (com propriedades bioinseticidas) extraídos de plantas e aplicados em insetos-praga, tem se mostrado eficazes no controle destes. Geralmente algumas plantas apresentam compostos químicos que são metabólitos primários encontrados nas células vegetais e possuem grande importância para seu desenvolvimento. No entanto, há metabólitos secundários com ações diferentes sobre diversos organismos, algumas espécies de plantas são utilizadas para

controle de insetos-praga dos grãos armazenados, como agentes para repelir, atrair predadores naturais ou obter metabólitos para pulverização.

Vários estudos comprovaram a eficiência dos óleos de *Melia azedarach* em grãos armazenados. Sousa et al. (2008), ao estudarem a eficácia de extratos oleosos de frutos verdes e maduros de cinamomo sobre *Rhipicephalus (boophilus) microplus* (Acari: Ixodidae) constataram que os frutos verdes de *M. azedarach* são a melhor alternativa para a utilização da planta no controle larvas de *R. (Boophilus) microplus*. E constataram que o armazenamento interfere negativamente na atividade dos extratos.

Por outro lado, o cinamomo mostrou ser eficiente quando foi usada no controle de *Diabrotica speciosa* (Germar, 1824), uma praga polífaga disseminada em todos os estados brasileiros e outros países da América do Sul (MIGLIORINI et al. 2010).

Mello et al. (2014) ao estudarem a atividade inseticida do óleo essencial de *Hyptis marrubioides* no controle de *Z. subfasciatus*, concluíram que o tempo máximo de mortalidade dos insetos foi de vinte e oito minutos, na concentração de 6,25% de óleo essencial, os autores verificaram o potencial inseticida deste óleo essencial, podendo ser de grande utilidade no manejo integrado desta espécie em feijão armazenado.

Em pesquisas realizadas com extrato de nim e de cravo-da-índia no controle de *Z. subfasciatus* em sementes de feijão armazenado a solução aquosa de nim a 0,5 mL kg⁻¹ de feijão, não apresentou efeito no controle de adultos desta espécie, enquanto o cravo-da-índia apresentou um efetivo controle, podendo ser utilizado, na dose de 25 g kg⁻¹ de grão de feijão armazenado (TAPONDJOUA et al. 2002; PARANHOS et al. 2006).

O cravo-da-índia é uma gema floral seca sendo utilizado principalmente como condimento na culinária, devido ao seu marcante aroma e sabor, conferido por um composto fenólico volátil, o eugenol (MAZZAFERA, 2003).

Nas folhas este composto representa aproximadamente 95% do óleo extraído e no cravo também é o principal componente do óleo, variando de 70% a 85% (RAINA et al. 2001).

3 Capítulo I. Ação dos óleos essenciais cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*) e tomilho (*Thymus vulgaris*) no controle de *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) em laboratório

3.1 Introdução

O feijoeiro (*Phaseolus vulgaris* L.) representa uma importante fonte de proteínas, carboidratos e ferro na dieta humana, porém os insetos-praga causam sérios prejuízos durante o processo de armazenamento (SMANIOTTO et al. 2010). *A. obtectus* é considerada a principal dessas pragas. Os adultos medem de 2 a 4 mm de comprimento e são de coloração pardo-escuros, com pontuações avermelhadas no abdômen, pernas e antenas; os olhos são distintamente emarginados e os fêmures posteriores possuem um largo espinho ventral (QUINTELA, 2002).

O fator que contribui para o agravamento do problema é a disponibilidade de poucos inseticidas registrados para controle de pragas de grãos e sementes armazenadas, o que de certa maneira limita a alternância de ingredientes ativos, recomendável para evitar a seleção de insetos resistentes (LORINI et al. 2015).

Para o controle dessas pragas de produtos armazenados, são empregados produtos químicos sintéticos, pertencentes a diferentes classes toxicológicas, que nem sempre são capazes de matar as pragas ou evitar reinfestações, os quais vêm ocasionando diversos problemas ambientais, além de trazer danos à saúde do aplicador e do consumidor (CAMPOS et al. 2014). Para resolver esse problema, os vários métodos alternativos vêm sendo realizadas através de pesquisas sobre as

defesas químicas naturais das plantas, que podem ser preparadas e aplicada na forma de pó, extratos e óleos essenciais (ALMEIDA et al. 2004; LORINI et al. 2010).

Os óleos essenciais são originados do metabolismo secundário das plantas e, são constituídos basicamente de fenilpropanoides e terpenóides (DE LA ROSA et al. 2010). No controle de insetos-praga se destacam aqueles que possuem monoterpenos, diterpenos e sesquiterpenos, que demonstram efeito ovicida, larvicida, repelente, antialimentar e efeitos tóxicos como a mortalidade e são seguros aos seus aplicadores, e conterem baixo valor agregado e tornando-se uma perspectiva promissora para o desenvolvimento de pesquisas e de novas tecnologias para o setor agrônômico (ISMAN, 2006; DIETRICH et al. 2011).

Os óleos essenciais apresentam propriedades com atividade inseticida e repelente contra várias espécies de insetos por serem substâncias voláteis e de baixa persistência e se degradarem no ambiente (ISMAN, 2000).

A importância do uso de inseticidas botânicos no controle de pragas de produtos armazenados tem sido reportada de forma promissora, viável e ecologicamente correta, e tem cada vez mais ganhado espaço e atenção dos diversos segmentos da ciência, por seus vários efeitos sobre os insetos, desta maneira novas pesquisas devem ser realizadas devido a diferentes plantas apresentarem o potencial bioinseticida (MELO et al. 2011).

A árvore produtora do cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum* L) é endêmica nas Molucas do Norte (Arquipélago de Molucas - Indonésia), tendo sido disseminada pelos alemães durante a colonização pelas outras ilhas do arquipélago, assim como para outros países (MAZZAFERA, 2003).

Embora as espécies mencionadas produzam óleos essenciais e a sua composição apresente compostos com propriedades inseticidas, pouco se conhece a respeito da eficácia destes óleos no controle de insetos-pragas de produtos armazenados.

Desta maneira, objetivou-se avaliar a eficiência de óleos essenciais de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum* L) e tomilho (*Thymus vulgaris*) no controle de *A. obtectus* em laboratório.

3.2 Materiais e métodos

O experimento foi conduzido no Laboratório de Ecologia de Insetos, da Universidade Federal de Pelotas (UFPel)-Rio Grande Sul. Os insetos de *A. obtectus* utilizado no experimento foram obtidos da criação mantida nesse laboratório.

Os biensaíes foram organizados em delineamento inteiramente casualizado com cinco repetições, dispostos em esquema fatorial 10 X 8 (dosagens e tempo de exposição). Os experimento foram conduzido em placas de Petri circulares (90 X 15 mm), misturados e agitados manualmente por dois minutos contendo óleos essenciais com 20 g de grãos de feijão, nas concentrações de 20,0; 10,0; 5,0; 2,5; 1,75; 0,75; 0,5; 0,25 %, Tween e água.

3.2.1 Manutenção da criação de *A. obtectus*

O espécime *A. obtectus* no laboratório foi mantidos em grãos de feijão (*Phaseolus vulgaris*) em potes de vidro com a capacidade de 1 kg, envoltos na parte superior com tecido tipo vual e fixado com elástico. Para a manutenção dos insetos, foram colocados 20 insetos adultos não sexados, em recipientes com grãos, mantendo-os durante 15 dias, depois deste período foram retirados, permanecendo apenas os ovos para eclosão. Com este procedimento foi possível obter insetos com idade similar para a realização dos testes.

3.2.2 Extração dos óleos essenciais de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*) e tomilho (*Thymus vulgaris*)

Os botões florais de cravo-da-índia e as folhas secas de tomilho foram adquiridos da empresa de Alimentos LUAR SUL localizado no município de Santa Cruz do Sul/RS no ano de 2015. O cravo-da-índia é oriundo de cultivo localizado no sul da Bahia colhido da safra de setembro a fevereiro de 2015, já as folhas secas de tomilho foram importadas de Marrocos e Egito na safra de abril a maio.

Os óleo essenciais de cravo-da-índia e de tomilho foram extraídos no Laboratório de Pesquisa em Produtos Naturais (LPPN) do Departamento de Química Orgânica da UFPel. A extração foi realizada por destilação com arraste de vapor

d'água pelo aparelho Clevenger, acoplado a um balão volumétrico de 2000 mL e, como fonte de calor, uma manta de aquecimento. Na extração dos óleos essenciais, foram pesadas 100 gramas da amostra triturada (dos botões florais secos do cravo-da-índia e folhas secas de tomilho) em um moinho de facas, sendo adicionados 1500 mL de água destilada para cada uma das extrações.

Em seguida, ajustou-se a temperatura da manta elétrica em 100° C. Após 4 horas de destilação, recolheu-se o óleo essencial de cada amostra vegetal. Os óleos foram centrifugados por três minutos. Logo, foram secos com sulfato de sódio anidro. As amostras foram armazenadas em vidros âmbar sob-refrigeração para evitar possíveis perdas de constituintes voláteis como descrito por (ASCENÇÃO; MOUCHREK FILHO, 2013).

3.2.3 Avaliação da composição química dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho

A caracterização dos componentes majoritários dos óleos foi realizada por GC/FID utilizando cromatografia a gás GC-2010 (Shimadzu, Kyoto, Japão) com uma coluna HP1(30 m x 0,32 mm i.d x 0,25 µm metilsilano, Hewlett Packard, USA).

O hidrogênio foi usado como o gás carreador, com o fluxo de 1 mL min⁻¹. A temperatura inicial foi de 40°C, sendo aumentada gradativamente em 10°C até atingir 300°C, mantendo-se nesta temperatura por 10 min. A temperatura do injetor e detector foi de 280°C.

3.2.4 Método de aplicação dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho no controle de *A. obtectus*

Os testes de atividade inseticida foram conduzidos em placas de Petri (90 mm x 15 mm) contendo cada uma 10 insetos não sexados, e 20 gramas de feijão, onde foram borrifadas com soluções contendo Tween® 20 a 0,5% como diluente/emulsificante misturado aos óleos essenciais de cravo-da-índia e de tomilho separadamente para cada experimento nas concentrações de: 0,0; 0,25; 0,5, 0,75, 1,25; 2,5; 5,0; 10 e 20% e testemunha tratada com água destilada. As placas contendo feijão foram infestadas com insetos tendo idades entre 15 a 17 dias. Logo

após, foram vedadas com Parafilm® e acondicionadas em câmara climatizada B.O.D. com temperatura entre 25 °C ± 3 °C, UR de 70±10% e fotofase de 12 horas..

Para a verificação da atividade inseticida observou-se a sobrevivência dos insetos nos tratamentos em uma, duas, três, 12 e a cada 24, 48, 72, 96 horas após o início do experimento.

O gênero *Acanthoscelides* sp. apresenta como comportamento característico a tanatose – comportamento do inseto que se finge de morto. A partir deste comportamento foram considerados mortos os insetos que não apresentaram movimentos durante dois minutos segundo metodologia descrita por (Antunes et al. 2013).

No experimento foram avaliados os seguintes parâmetros: Eficiência de controle (EC%) pela equação de Abbott (1925), onde:

$$E\% = \frac{T - Tr}{T} \times 100$$

T- número de insetos vivos na testemunha

Tr- número de insetos vivos no tratamento

3.2.5 Análise de dados

Os dados foram submetidos à análise de variância ($p \leq 0,05$). Constatando-se significância estatística, os efeitos os óleos essenciais foram comparados pelo teste t ($p \leq 0,05$); e as dosagens por análise de regressão, ajustando-se os dados à equação linear de decaimento ($p \leq 0,05$) e a equação quadrática de decaimento ($p \leq 0,05$) conforme segue: $y = y_0 + ax + bx^2$, onde: y = teor de óleos; x = tempo de exposição (horas); e, a, y_0 e b são parâmetros estimados da equação, sendo a, diferença entre os pontos máximo e mínimo da variável; y_0 teor dos óleos correspondente ao ponto mínimo da curva; e b, a declividade da curva. A seleção do modelo foi baseada em: (a) baixo resíduo; (b) baixo p-valor; e (c) alto R^2 e R^2 adj. A eficiência de controle pela equação de Abbott (1925). A concentração letal média de 50% da população (CL_{50}) foi calculada através da análise de PROC PROBIT (FINNEY, 1971).

3.3 Resultados e discussão

3.3.1 Avaliação da composição química do óleo essencial de *S. aromaticum*

Utilizando-se de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas foi possível separar e identificar quatro componentes do óleo essencial de *S. aromaticum* (Figura 1).

A análise cromatográfica dos óleos essenciais da espécie *S. aromaticum* permitiu a caracterização de 11 componentes sendo seis não identificados e cinco foram identificados como sendo, metil salicílico com uma concentração de 0,34%, eugenol (83,59%), β -cariofileno (9,77), α -cariofileno (1,22%) e acetato de eugenol (2,99%), sendo que o eugenol foi identificado como componente majoritário na concentração de 83,59% (pico 8) (Tabela 1).

Consoante cromatografia gasosa do cravo da índia usada no presente estudo mostrou que o eugenol é o componente majoritário embora, os componentes não tenha sido identificado. Estudos realizados por Graça Cardoso et al. (2007); Scherer et al. (2009), indicam que o óleo de cravo-da-índia apresenta uma atividade antioxidante muito forte e tem como o eugenol, o seu componente majoritário, não só, como também, possui proporções relativamente menores do acetato de eugenol, cariofileno e outros compostos.

A cromatografia gasosa que demonstra que eugenol é um composto fenólico volátil sendo o principal composto do óleo extraído do cravo-da-índia usando os botões florais secos, foi confirmada por Oliveira et al., (2009) em sua pesquisa sobre constituintes químicos voláteis de especiarias ricas em eugenol, encontrar 88,38% de eugenol, sendo que 0,64%, 0,51% e 10,98%, referentes a cariofileno, óxido de cariofileno e acetato de eugenol, respectivamente. Segundo o mesmo autor, a composição do óleo essencial de cravo da índia varia de consoante com a parte da planta da qual é extraído, como por exemplo, nas folhas frescas, nas folhas secas ao sol e secas em estufa, nos frutos secos, nos pedúnculos e nos botões florais secos.

A porcentagem do eugenol encontrada nesse estudo foi de 83,59% , fato que difere com o encontrado com Oliveira et al., (2009) que foi de 88, 38%. Os resultados dessa cromatografia entram em concordância com os que encontrados por Costa et al. (2011) em a porcentagem de eugenol foi de 83,6%.

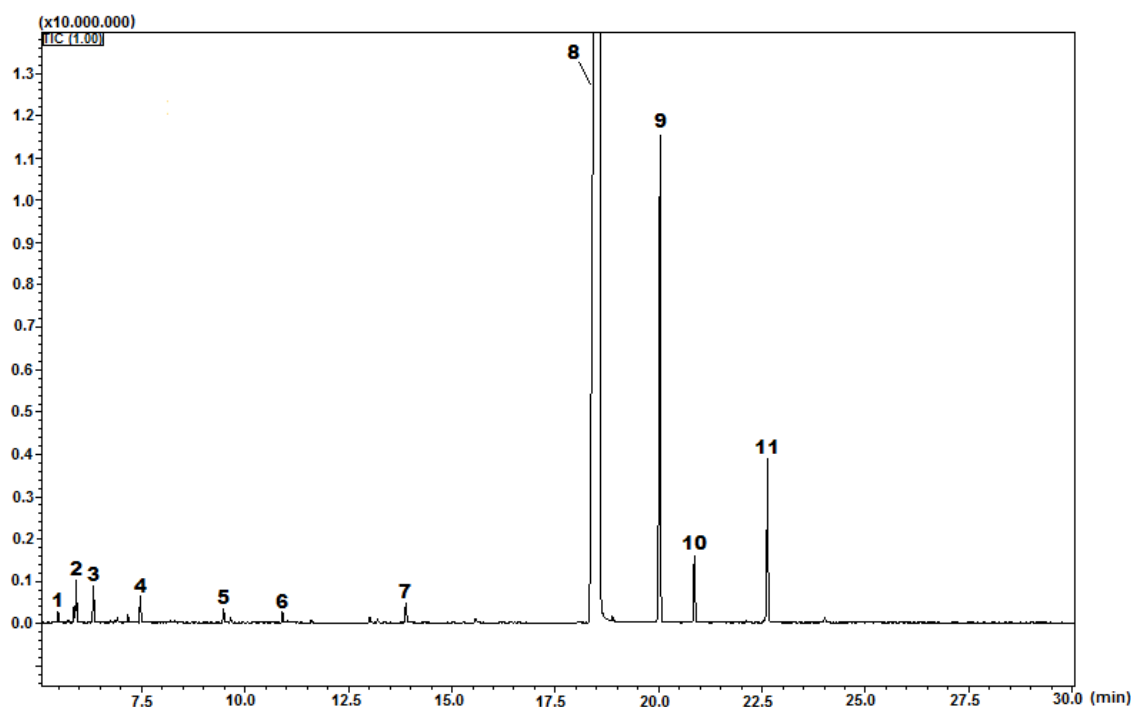


Figura 1 - Caracterização do eugenol e outros componentes do óleo essencial de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*) (botões florais secos) obtido no comércio no município de Pelotas/RS realizada por GC/FID utilizando cromatografia a gás GC-2010.

Tabela 1 - Porcentagens dos componentes químicos presentes no óleo de cravo-da-índia em função do tempo de retenção realizado através de cromatografia gasosa.

Pico	Composto	Tempo de retenção	Área	Altura	Concentração (%)
1	Não Identificado	5,486	428 313	254 129	0,13
2	Não Identificado	5,923	1670 284	974 641	0,52
3	Não Identificado	6,341	1 918 509	1 084 778	0,60
4	Não Identificado	7,476	1 392 526	729 078	0,43
5	Não Identificado	9,485	702 021	314 076	0,22
6	Não Identificado	10,909	567 709	263 157	0,18
7	Metil salicílico	13,888	1 096 382	461 361	0,34
8	Eugenol	18,571	267 928 994	29 851 479	83,59
9	β -cariofileno	20,031	31 300 733	11 473 451	9,77
10	α -cariofileno	20,863	3 913 502	1 575 264	1,22
11	Acetato de eugenol	22,633	9 597 595	3 854 999	2,99
Total		141,606	355 716 568	50 836 413	99,99

Fonte: Laboratório de Lipidômica e Bio-orgânico do Departamento de Química Orgânica da UFPel

3.3.2 Avaliação da composição química do óleo essencial de *T. vulgaris*

Utilizando-se de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas foi possível separar e identificar quatro componentes do óleo essencial de *Thymus vulgaris* L. (Tabela 2)

A análise cromatográfica dos óleos essenciais da espécie *T. vulgaris* permitiu a caracterização de 23 componentes sendo que quatro não foram identificados e 19 foram identificados, os componentes que tiveram uma concentração acima de 2% são α -pineno (3,96%), canfeno (6,9%), orto cimeno (2,22%), β -linalo (2,43%), borneol (31,34%), α -terpineol (20,98%), timol (5,84%), Carvacrol (9,85%) e cariofileno (4,29%). O composto borneol foi identificado como componente majoritário na concentração de 31,34% (pico 12) (Tabela 2).

O óleo essencial de tomilho apresenta uma atividade antioxidante e antimicrobiana muito forte, essa atividade é atribuída aos seus constituintes majoritários, o γ -terpineno e carvacrol (SACCHETTI et al. 2005), uma atividade tripanomicida, atribuída ao componente timol (SARTORATTO et al. 2004), utilizados para a atividade biológica bactericida (ROCHA et al., 2012) e fungicida (ROMERO et al. 2009).

Nesta cromatografia gasosa do óleo essencial do tomilho foram utilizadas plantas secas (Tabela 2), a mesma demonstrou que borneol é um composto majoritário mais sensível à volatilização (31,34%), seguido de α -terpineol (20,98%), carvacrol (9,85%) e o timol (5,84%). Valores semelhantes de borneol foram encontrados por Jakiemiu (2008) ao avaliar as plantas de tomilho onde verificou-se valores de 32 a 35% do composto borneol.

Vardar-ünlü et al. (2003), afirmam que os óleos essenciais são constituídos de vários compostos, as vezes determinando-se alguns majoritários, e/sua atividade muitas vezes está relacionada a este conjunto de substâncias, fato verificado no presente trabalho em que foram identificados 19 compostos os quais podem ter agido de forma conjunta como atividade inseticida para o controle de *A. obtectus* em grãos armazenados.

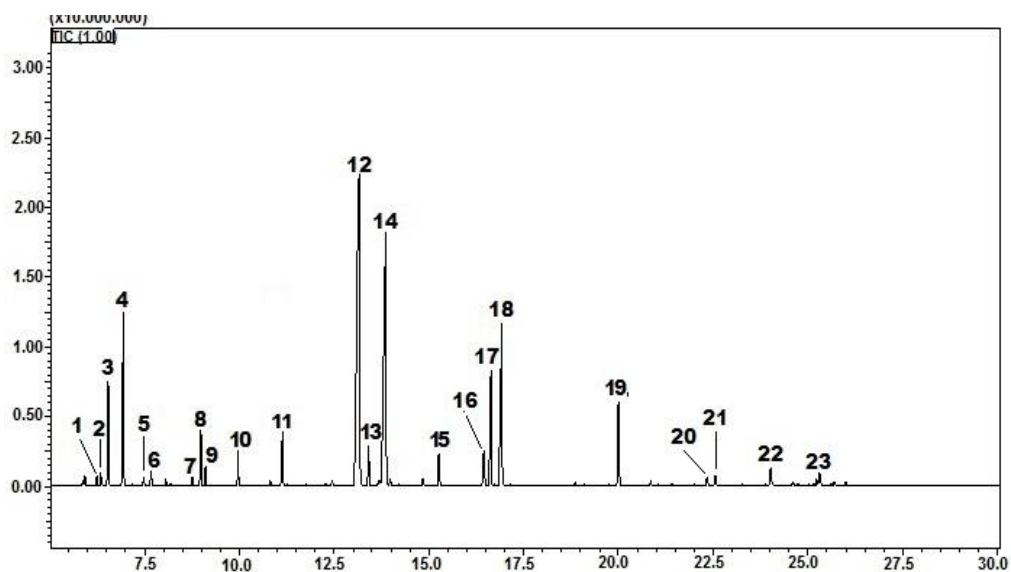


Figura 2 - Caracterização dos componentes do óleo essencial de tomilho (*Thymus vulgaris*) (botões florais secos) obtido no comércio no município de Pelotas/RS realizada por GC/FID utilizando cromatografia a gás GC-2010.

Tabela 2 - Porcentagens dos componentes químicos presentes no óleo de tomilho em função do tempo de retenção realizado através de cromatografia

Pico	Composto	Tempo de retenção	Área	Altura	(%)
1	Não Identificado	6.239	1153688	652045	0.32
2	Não Identificado	6.343	2214315	969531	0.62
3	Alfa pineno	6.545	14130091	7419861	3.96
4	Canfeno	6.932	24628193	12450619	6.90
5	Não Identificado	7.477	1183340	600902	0.33
6	β -pineno	7.673	2064230	1053921	0.58
7	Alfa terpineno	8.761	1199142	612994	0.34
8	Orto cimeno	8.984	7911573	4067790	2.22
9	Limoneno	9.100	2843043	1376390	0.80
10	γ -terpineno	9.965	5243361	2550909	1.47
11	β -linalol	11.138	8687131	3912705	2.43
12	Borneol	13.163	111813906	22643858	31.34
13	4- terpineol	13.407	6529027	2874568	1.83
14	α - terpineol	13.855	74853905	18107033	20.98
15	Timol metil ester	15.265	5306390	2298798	1.49
16	Acetato de borneol	16.443	6757087	2438115	1.89
17	Timol	16.633	20842183	8264544	5.84
18	Carvacrol	16.914	35160977	11785531	9.85
19	Cariofileno	20.006	15307253	6007001	4.29
20	γ -cadineno	22.337	1434155	561097	0.40
21	Δ -cadineno	22.553	1782665	685254	0.50
22	Não Identificado	24.016	3250341	1216850	0.91
23	γ -muuroleno	25.308	2537429	889282	0.71

Fonte: Laboratório de Lipidômica e Bio-orgânico do Departamento de Química Orgânica da UFPel

3.3.3 Atividade inseticida do óleo essencial de cravo-da-índia e tomilho no controle de *Acanthoscelides obtectus* em feijão

Os efeitos dos fatores estudados no presente trabalho quanto à eficiência de controle para o caruncho do feijão, *A. obtectus*, de acordo com a análise de variância indicaram que as dosagens e o tempo de exposição dos óleos de cravo-da-índia e tomilho foram altamente significativos a partir de 12 horas de exposição. A interação de óleos e dosagens foi significativa a partir das 12 horas de exposição o que indica tanto a dose dos óleos, quanto o tempo de exposição influenciaram na eficiência de controle de *A. obtectus* (Tabela 3).

Para as variáveis sobrevivência e eficiência avaliadas às 1, 2 e 3 horas após a aplicação dos tratamentos ocorreu apenas significância à $p \leq 0,05$ do fator de tratamento dose (Figura 3). Os dados de eficiência de controle de *A. obtectus* à uma hora ajustaram-se adequadamente ao modelo de regressão polinomial quadrático ($F = 279,9503$; $p < 0,0001$). Nesse horário somente a dose de 20% apresentou eficiência, com acréscimo superior a 1000% quando comparada a dose de 10% (Figura 3 D).

Na sobrevivência às 48 horas após a aplicação dos tratamentos, também ocorreu diferença significativa entre cravo e tomilho na dose de 20%. Quando foi realizada a comparação com a testemunha, tanto no cravo quanto no tomilho, as diferenças foram observadas a partir da dose de 0,75%. Para as doses, os dados ajustaram-se adequadamente ao modelo de regressão quadrática tanto no cravo ($F = 421,0544$; $p < 0,0001$) quanto no tomilho ($F = 296,7694$; $p < 0,0001$). No cravo, ao comparar a dose de 2,5 com 5, 10 e 20% ocorreram decréscimos no percentual de sobrevivência de 33, 83 e 115%, respectivamente. Já para o tomilho, esses percentuais foram menores, de 35, 84 e 90%, para as mesmas comparações (Tabela 3 e Figura 4 C).

Na sobrevivência às 72 horas após a aplicação dos tratamentos, ocorreu diferença significativa entre cravo e tomilho nas doses de 2,5 e 5,0%. Quando foi realizada a comparação com a testemunha, para cravo-da-índia as diferenças foram observadas a partir da dose de 0,25% e para o tomilho a partir da dose de 0,75%. Para as doses, os dados ajustaram-se adequadamente ao modelo de regressão quadrática tanto no cravo ($F = 445,7281$; $p < 0,0001$) quanto no tomilho ($F = 192,0526$; $p < 0,0001$). No cravo, ao comparar a dose de 2,5 com 5, 10 e 20%

ocorreram decréscimos no percentual de sobrevivência de 38, 91 e 97%, respectivamente. Já para o tomilho, esses percentuais foram menores, de 50, 109 e 68%, para as mesmas comparações (Tabela 3 e Figura 4 D).

Para a variável eficiência de controle avaliada às 12, 24, 48, 72 e 96 horas após a aplicação dos tratamentos ocorreu significância para a interação entre os fatores de tratamento (Tabelas 4 e 2; Figuras 4 e 5). Na eficiência às 12 horas após a aplicação dos tratamentos, somente ocorreu diferença significativa entre cravo e tomilho na dose de 20%. Para as doses, os dados ajustaram-se adequadamente ao modelo de regressão linear tanto no cravo ($F = 867,4916$; $p < 0,0001$) quanto no tomilho ($F = 295,3199$; $p < 0,0001$). No cravo, ao comparar a dose de 2,5 com 5, 10 e 20% ocorreram decréscimos no percentual de sobrevivência de 105, 315 e 736%, respectivamente. Já para o tomilho, esses percentuais foram menores, de 62, 247 e 576%, para as mesmas comparações (Tabela 4 e Figura 5 A).

Na eficiência às 48 horas após a aplicação dos tratamentos, ocorreu diferença significativa entre cravo e tomilho na dose de 20%. Para as doses, os dados ajustaram-se adequadamente ao modelo de regressão quadrática tanto no cravo ($F = 421,0544$; $p < 0,0001$) quanto no tomilho ($F = 296,7694$; $p < 0,0001$). No cravo, ao comparar a dose de 2,5 com 5, 10 e 20% ocorreram decréscimos no percentual de sobrevivência de 84, 211 e 304%, respectivamente. Já para o tomilho, esses percentuais foram de 99, 239 e 286%, para as mesmas comparações (Tabela 3 e Figura 4 C).

Na sobrevivência às 72 horas após a aplicação dos tratamentos, ocorreu diferença significativa entre cravo e tomilho nas doses de 2,5 e 5,0%. Para as doses, os dados ajustaram-se adequadamente ao modelo de regressão quadrática tanto no cravo ($F = 445,7281$; $p < 0,0001$) quanto no tomilho ($F = 192,0526$; $p < 0,0001$). No cravo, ao comparar a dose de 2,5 com 5, 10 e 20% ocorreram decréscimos no percentual de sobrevivência de 61, 144 e 154%, respectivamente. Já para o tomilho, esses percentuais foram de 66, 149 e 124%, para as mesmas comparações (Tabela 3 e Figura 4 D).

A eficiência de controle de 100% foi atingida na dose de 20% decorridos 48 horas e 72 horas de exposição para os óleos de cravo-da-índia e tomilho, respectivamente (Tabela 4).

Os resultados da (Tabela 3 e Fig. 4; Tabela 4 e Fig. 5), demonstram que a mortalidade dos insetos aumenta de acordo com o período pelo qual o inseto é

expostos ao extrato, dados semelhantes a uma pesquisa realizada por Carvalho et al. (2014) que ao utilizarem óleo essencial de *Thuja occidentalis* sobre a mortalidade de insetos adultos de *Callosbruchus macula* (Coleoptera: Bruchidae), constatou que a eficiência foi quando a exposição dos insetos foram de 9 e 12 horas nas concentrações de 20 e 25 µl.

A atividade inseticida dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho para o controle de *A. obtectus*, começou a ser observada logo nas primeiras horas após aplicação na concentração, sendo que a eficiência de controle acima de 50% foi observada aos 12 horas na dose de 20% para ambos os óleos (Tabela 4).

Lima e Racca, (1987), associam a ocorrência da mortalidade num período de maior a exposição ao óleo essencial, devido a reprodução traqueal do inseto-praga localizada lateralmente através de pequenos orifícios favorecendo a maior absorção do óleo e consequentemente a morte do inseto por asfixia.

A morte de um determinado inseto pela falência respiratória, resulta do efeito fumigante que é o modo de ação mais comum entre os óleos essenciais, devido à presença de compostos como o terpenóides, estes manifestam em diferentes formas através da interação com o tegumento do inseto e/ou enzimas digestivas (CHAMBERS; CARR, (1995), ISMAN, 2006).

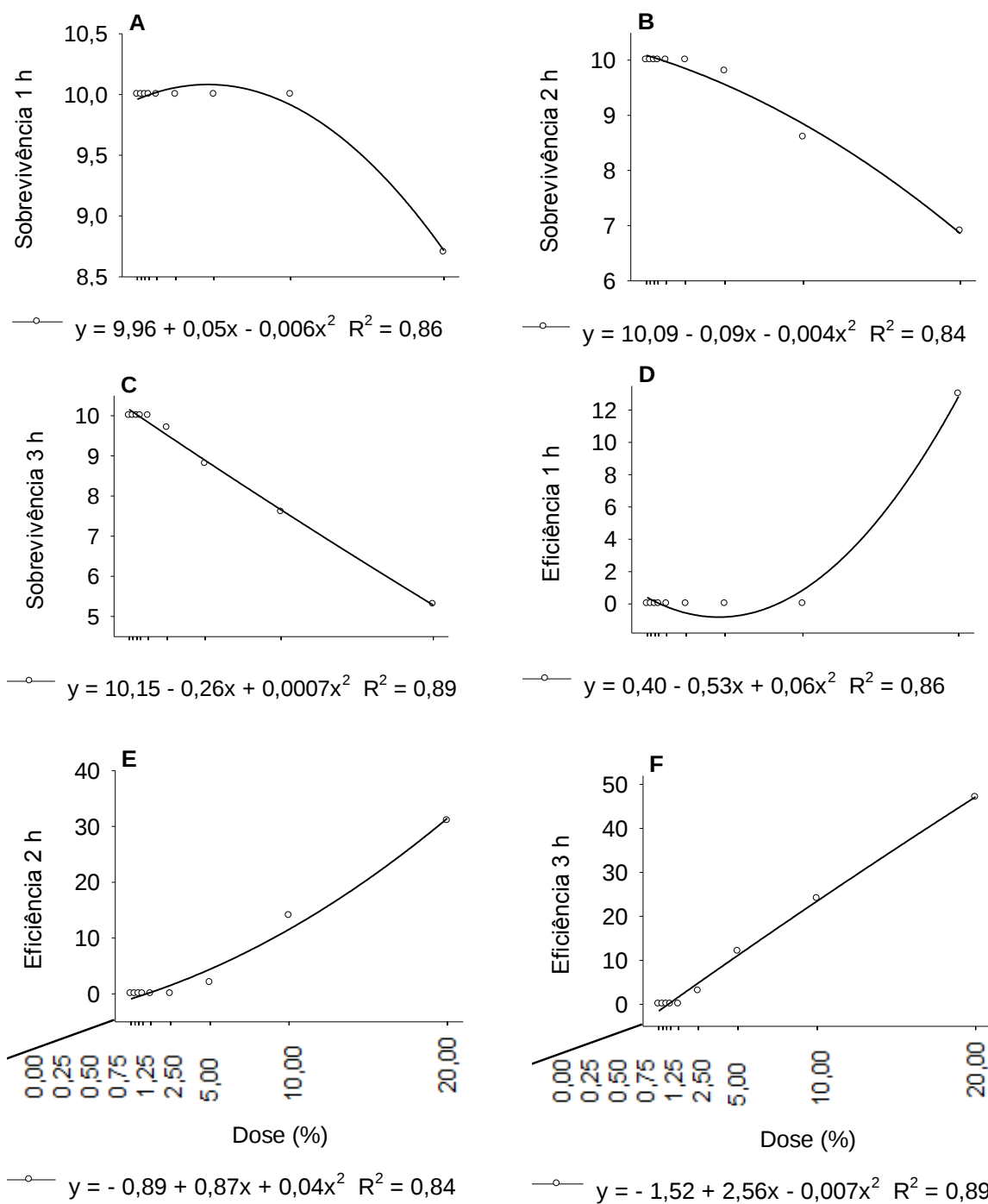


Figura 3 - Sobrevivência às 1 (A), 2 (B) e 3 (C) horas e eficiência de controle (%) de *Acanthoscelides obtectus* às 1 (D), 2 (E) e 3 (F) horas após a aplicação de diferentes doses dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho sobre grãos de feijão .

Tabela 3 - Valores médios de insetos adultos vivos de *Acanthoscelides obtectus* em função da hora de exposição (12, 24, 48, 72 e 96 horas após o tratamento), das dosagens dos óleos de cravo-da-índia e tomilho (0,0; 0,25; 2,50; 5,00; 10,00; e 20% e testemunha)

Doses (%)	Horas após aplicação									
	12h		24h		48h		72h		96h	
	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho
Testemunha	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
0,00	10,0a ^{ns}	10,0a	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}
0,25	10,0a ^{ns}	10,0a	10,0a ^{ns}	10,0a ^{ns}	9,2a ^{ns}	9,6a ^{ns}	8,8a*	9,4a ^{ns}	8,6a*	9,2a ^{ns}
0,50	10,0a ^{ns}	10,0a	9,6a ^{ns}	9,4a ^{ns}	8,6a ^{ns}	9,0a ^{ns}	8,2a*	8,8a ^{ns}	7,8a*	8,2a*
0,75	9,8a ^{ns}	9,8a	9,4a ^{ns}	9,4a ^{ns}	8,4a*	8,4a*	7,8a*	7,8a*	7,6a*	7,6a*
1,25	9,4a ^{ns}	9,4a	9,4a*	8,6a ^{ns}	8,2a*	7,6a*	7,2a*	7,4a*	6,4a*	6,8a*
2,50	9,0a ^{ns}	9,0a	7,6b*	9,0a ^{ns}	6,2a*	6,0a*	5,6a*	4,2b*	4,2a*	2,6b*
5,00	8,0a*	8,0a ^a	6,2b*	8,0a*	4,2a*	4,0a*	3,4a*	1,0b*	1,4a*	0,4a*
10,00	6,0a*	5,2a ^a	3,8a*	2,8a*	2,0a*	2,0a*	1,2a*	1,0a*	0,6a*	0,4a*
20,00	2,0b*	4,2a ^a	1,6b*	3,6a*	0,0b*	1,8a*	0,0a*	0,0a*	0,0a*	0,0a*
CV (%)	7,16		7,69		11,35		10,87		11,19	

CV – Coeficiente de Variação. Médias seguidas por mesma letra minúscula na linha, não diferem estatisticamente entre si pelo teste t ($p \leq 0,05$) comparando os óleos ao longo do tempo de exposição, comparando os óleos *^{ns} Significativo e não significativo, respectivamente, em relação à testemunha pelo teste de Dunnett ($p \leq 0,05$).

Tabela 4 - Eficiência de controle de *Acanthoscelides obtectus* em função das doses dos óleos essenciais de *Syzygium aromaticum* e *Thymus vulgaris* aplicados sobre os grãos de feijão durante (12, 24, 48, 72 e 96 horas) após o tratamento

Eficiência de controle de <i>A. obtectus</i> (%)										
Doses (%)	Horas após aplicação									
	12h		24h		48h		72h		96h	
	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho	Cravo	Tomilho
0,00	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a
0,25	0,0a	0,0a	0,0a	0,0a	8,0a	4,0a	12,0a	6,0a	14,0a	8,0a
0,50	0,0a	0,0a	4,0a	6,0a	14,0a	10,0a	18,0a	12,0a	22,0a	18,0a
0,75	2,0a	2,0a	6,0	6,0a	16,0a	16,0a	22,0	22,0a	24,0a	24,0a
1,25	6,0a	6,0a	14,0a	6,0a	18,0a	24,0a	28,0a	26,0a	36,0a	32,0
2,50	10,0a	10,0a	24,0a	10,0b	38,0a	40,0a	44,0a	28,0a	58,0a	74,0b
5,00	20,0a	20,0a	38,0a	20,0b	58,0a	60,0a	66,0a	90,0a	86,0a	96,0a
10,00	40,0a	48,0a	62,0a	64,0a	80,0a	80,0a	88,0a	90,0b	94,0a	96,0a
20,00	80,0a	58,0a	84,0a	72,0a	100a	82,0b	100a	100,0a	100a	100,0a
CV (%)	35,54		25,60		20,18		14,14		12,45	

CV – Coeficiente de Variação. Médias seguidas por mesma letra minúscula na linha, não diferem estatisticamente entre si pelo teste t ($p \leq 0,05$), comparando os óleos ao longo do tempo de exposição, comparando os óleos

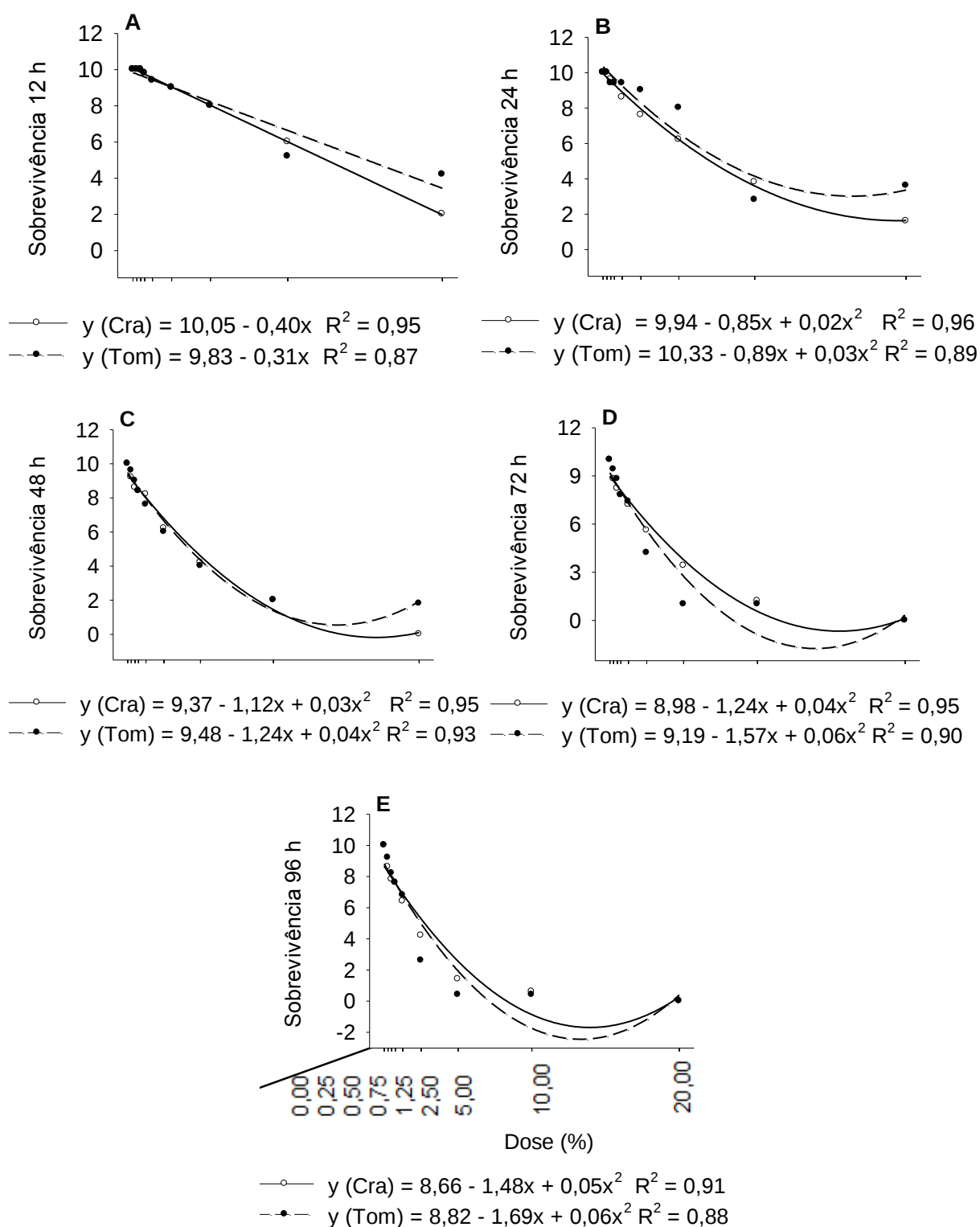


Figura 4 - Sobrevivência de *Acanthoscelides obtectus* às 12 (A), 24 (B), 48 (C), 72 (D) e 96 (E) horas após a aplicação de diferentes doses dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho sobre grãos de feijão.

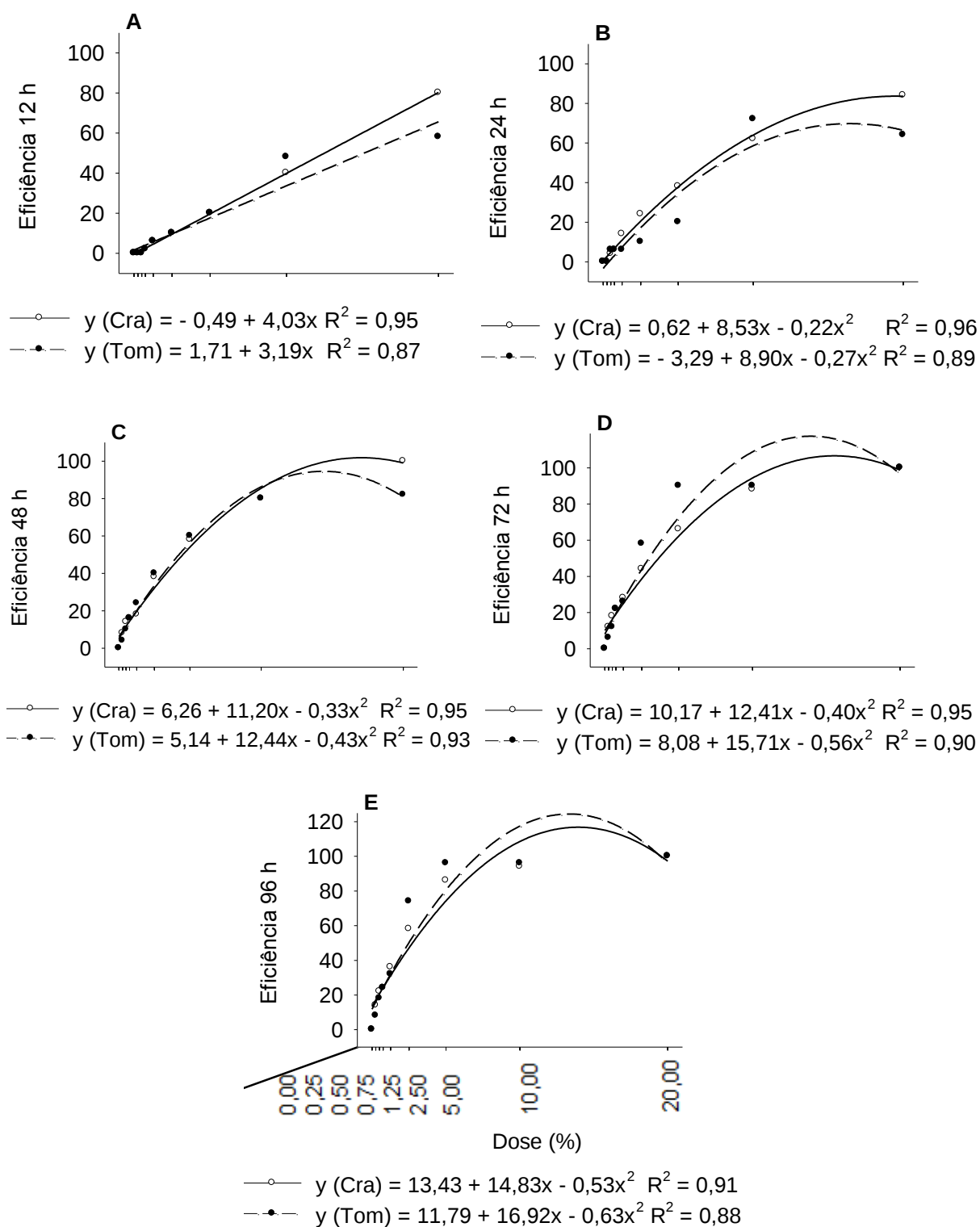


Figura 5 - Eficiência de controle (%) de *Acanthoscelides obtectus* às 12 (A), 24 (B), 48 (C), 72 (D) e 96 (E) horas após a aplicação de diferentes doses dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho sobre grãos de feijão.

Resultados similares ao presente estudo foram observados por Jairoce et al., (2016b) em sua pesquisa sobre atividade inseticida do óleo essencial de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*) no controle de *Sitophilus zeamais* Mot. (Col.: Curculionidae) e *A. obtectus* em laboratório, onde constatou para a espécie *A. obtectus* após 48 horas de tratamento obteve 100% de mortalidade acumulada na concentração de 35 $\mu\text{l.g}^{-1}$.

As taxas de mortalidade *A. obtectus* a partir de 95 à 100%. foram verificadas por Santos et al. (2007) 48 h após a aplicação do óleo essencial de *Schinus terebinthifolius* Raddi sobre *A. obtectus* e *Z. subfasciatus* observaram 100% de eficiência de mortalidade em doses mais elevadas e por Savaris et al. (2012), após 24 h de *Cunila angustifolia* aplicação de óleo essencial com doses superiores a 0.001 ml. Scariot et al. (2016) observaram, após 6 h de infestação de insetos, uma taxa de mortalidade superior a 95%, quando aplicaram o óleo essencial de *Salvia officinalis* no controle de caruncho do feijão nas doses maiores do que 0,5 L t⁻¹

Smaniotto et al., (2010), apresentam resultados semelhantes a esse estudo quando utilizado o extrato bruto, fração hexânica, clorofórmica, acetato de etila e óleo essencial de folhas de *C. canjerana* nas concentração de 10%, 5% e 1% para controlar o inseto-praga *A. obtectus*, registraram eficiência de 100% para o extrato bruto.

A biotividade do óleo essencial de cravo-da-índia foi também confirmada por Paranhos et al. (2006), que ao trabalhar com o *Zabrotes subfasciatus* espécie da mesma família do *A. obtectus* encontrou resultados semelhantes ao presente estudo os quais observando uma acentuada mortalidade de insetos e diminuição das posturas realizadas pelas fêmeas. O efeito repelente é característicos aos compostos químicos presentes na composição do óleo essencial principalmente o eugenol, um dos principais compostos no óleo essência do cravo-da-índia.

O efeito fumigante e de contato, têm como a sua propriedade principal capacidade de difusão na massa de grãos uma vez que a difusão de um gás depende principalmente do seu peso molecular e seu ponto de ebulição. Deste modo, quanto menores esses valores, maior é a velocidade de difusão tornando o controle mais eficiente. A mortalidade dos insetos é apenas um dos efeitos a serem alcançados no controle de pragas com inseticidas botânicos (TINKEU et al. 2004).

Alguns minutos após a aplicação do produto para controlar o *A. obtectus* nas placas de petri, observou-se uma agitação desordenada e intensa no interior do

recipiente onde locomoviam em direção a superfície da placa. Após 3 horas, quase todos os insetos estavam imóveis aparentemente mortos e às 48 horas após a exposição do inseto ao composto foram observadas a mortalidade de 100% na maior concentração (20%) (Tabela 4). Provavelmente esse comportamento foi causado pelo efeito fumigante e de contacto do óleo essencial de cravo-da-índia. O período de exposição do óleo é mais importante que a dose aplicada (EI-NAHAL RT al. 1989).

Carvalho et al. (2014), em um estudo sobre a mortalidade e o comportamento do desenvolvimento de *Z. sulfasciatus* induzido pelo extrato de sagra de água (*Croton urucurana*), constataram que a mortalidade desse inseto está diretamente relacionado com o aumento do período de exposição do óleo.

Campos et al., (2014) ao testar a atividade do óleo essencial de carqueja doce sobre *A. obtectus*, verificaram que com o período de exposição de 32 horas a mortalidade alcançada era de 90%, fato que entra em concordância com os resultados apresentados na presente pesquisa, entretanto, Karabörklü; Ayvaz.; Yilmaz (2010) ao estudarem a bioatividade do óleo essencial de 10 plantas sobre *A. obtectus*, verificaram que houve uma relação inversa entre a dose aplicada e a longevidade. Quando os grãos foram tratados com óleos essenciais de *Myrtus communis*, *Laurus nobilis* e *Tanacetum armenum* a mortalidade desse inseto foi de 100% em todas as concentrações, exceto para *M. communis* que causou 100% de mortalidade com doses a partir de 100 µl.

Os extratos vegetais são muito utilizados em praticas agrícolas alternativas devido aos diferentes compostos que podem ser encontrados nas plantas que podem ser facilmente dispersos em meio líquido (LUIZ, 2007).

No que se refere a atividade inseticida de óleo de tomilho e os seus constituintes, há relatos de pesquisas com efeito na redução no desenvolvimento e oviposição de lagartas da espécie *Spodoptera littoralis* no controle de larvas do 3º instar de *Lucilia sericata* (FARAG et al. 1994; TSOUKATOU et al. 2001).

A atividade inseticida do óleo de tomilho também foi confirmada por Castro et al., (2006) em sua pesquisa sobre a não-preferência de *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera:Noctuidae) por óleos essenciais de *Achillea millefolium* L. e *Thymus vulgaris* tendo atribuído a essa atividade biológica ao composto timol.

Pesquisas semelhantes a esse presente estudo com plantas secas de tomilho também foram feitas Borges et al. (2012), onde verificaram 37,90% de borneol como

constituente majoritário, seguido de timol (20,61%) e linalol (10,34%). Pensel et al. (2014) ao estudarem a eficácia de óleos essenciais do *T. vulgaris* e *Origanum vulgare* em *Echinococcus granulosus*, obteve apenas 0,7% do borneol. Esta diferença pode ser atribuída à fatores ambientais, período de colheita, técnica de extração e de fatores genéticos, todos esses fatores devem ser levados em consideração quando se trabalha com óleos essenciais (LIMA et al. 2003).

Ao avaliaram a atividade inseticida do óleo essencial de *Tagetes patula* L. sobre *S. zeamais*, Restello; Menegatt e Mossi (2009) observaram que a concentração de 0,12% de óleo, teve efeito inseticida sobre os espécimes. Estes resultados são similares aos obtidos no presente trabalho em que foi constatada interferência na sobrevivência dos insetos na concentração de 0,25% dos óleos *S. aromaticum* e de *T. vulgaris* após 48 horas de exposição.

Segundo Vardar-ünlü et al. (2003), afirmam que os óleos essenciais são constituídos de vários compostos, as vezes se determina alguns majoritários, e/sua atividade muitas vezes está relacionada a este conjunto de substâncias fato verificado no presente trabalho em que foram identificados 19 compostos os quais podem ter agido de forma conjunta como atividade inseticida para o controle de *A. obtectus* em grãos armazenados.

Existem várias atividades biológicas que são particularmente atribuídas a *T. vulgaris* pelo seu conteúdo de fenólicos vegetais como encontrado por Economou et al., (1991) que ao estudarem a atividade biológica dos extratos metanólicos das ervas da família lamiacea, observaram que *T. vulgaris* apresenta uma forte atividade antioxidante.

Logo após a aplicação dos tratamentos para a população de *A. obtectus* nas placas de Petri, verificou-se uma agitação intensa dos insetos, que se locomoviam aleatoriamente no interior do recipiente. Após de quatro minutos, os insetos buscavam sair pela superfície da placa e após quatro horas, quase todos estavam imóveis e aparentemente mortos e após 72 horas de exposição foi verificada a mortalidade de 100% nas maiores concentrações. Esse comportamento provavelmente foi causado pelo efeito fumigante e de contato do óleo essencial de tomilho.

Segundo El-Nahal et al. (1989), o período de exposição do óleo essencial é mais importante que a dose aplicada. Campos et al. (2014) avaliaram a atividade repelente e inseticida do óleo essencial de carqueja doce

Baccharis articulata (Lam.) Pers sobre o caruncho do feijão *A. obtectus* verificaram que os maiores índices de mortalidade do caruncho do feijão foram obtidos no tempo de exposição de 72 horas independentemente da dose avaliada. Ainda, segundo o mesmo autor, a taxa de mortalidade de *A. obtectus* é influenciada diretamente pelo incremento da dosagem e pelo tempo de exposição.

A maior mortalidade acumulada no presente trabalho foi obtidas após 72 horas nas concentrações de 20% e 10%, com 100 e 90% de mortalidade, respectivamente (Tabela 4). De acordo com Santos et al. (2007), a causa da mortalidade destes insetos na exposição ao óleo essencial em superfície do contato, é devido a respiração traqueal do inseto-praga que está localizada lateralmente por meio de pequenos orifícios, permitindo a absorção do óleo resultando na morte do inseto por asfixia.

A eficiência de controle nas menores doses (1,25; 0,75; 0,50; e 0,25%) não foi significativa 3 horas após aplicação do tratamento (Figura 3 C e F). Nesse contexto, Roel (2001) reporta que a influência dos efeitos e o tempo de ação das soluções são diretamente dependentes da dosagem utilizada, de forma em que a mortalidade aconteça nas dosagens maiores e os efeitos elevados e longos nas dosagens menores.

No presente estudo, foi possível verificar que o contato dos insetos com as concentrações do óleo essencial de *T. vulgaris* promoveu eficiência de mortalidade mais rápida dos insetos (Tabela 3 e 4). Isman (2006) cita que os óleos essenciais e os seus componentes majoritários através do contato, podem interagir com o tegumento do inseto, além de agir em enzimas digestivas.

Ahmed e El-Salam et al. (2010) buscando avaliar a toxicidade de óleos essenciais de sete plantas, aplicados por meio de fumigação com o objetivo de controlar *Callosobruchus maculatus*, constataram que *Cinnamomum zelynicum*, *Melaleuca alternifolia* e *Thymus vulgaris*, causaram 100% de mortalidade nas concentrações de 8,0, 16,0 e 16,9 $\mu\text{L}/50\text{ mL}$. Em várias pesquisas procurando testar a atividade inseticida de extratos e óleos de diferentes espécies vegetais, demonstram que os compostos inseticidas estão presentes em maior quantidade, cerca de 1,4 vezes aproximadamente em folhas (HO et al., 1997; MORAIS et al. 2006)

De acordo com Viegas Junior (2003), o modo de ação pode ser diretamente relacionado aos compostos terpenóides, como a inibição da acetilcolinesterase. Os

monoterpenos são encontrados em maior número em óleos essenciais e são responsáveis pelos distúrbios comportamentais e fisiológicos dos insetos, o que explica de certa maneira a escolha do inseto no feijão não tratado com o óleo essencial, assim como a sua preferência para oviposição e alimentação (COITINHO et al. 2010).

Segundo Baldin; Pereira (2010), a atividade biológica dos óleos essenciais na massa dos grãos em armazenamento pode estar ligada ao potencial dos vapores que ao penetrarem nos grãos e causam um efeito toxico nas larvas de *Z. subfasciatus* etapa que o inseto se alimenta dos cotilédones.

O fenômeno de ação tóxica dos óleos essenciais ainda não foi bem detalhado na literatura, contudo, o aparecimento de sinais tóxicos é rápido. Segundo Enan (2001), a atividade inseticida de óleos essenciais e o seu modo de ação, descreve a ação tóxica dos óleos essenciais em baratas (*Periplaneta americana*) demonstrando inicio a hiperatividade, seguida por hiperextensão das pernas, abdômen e da imobilização seguido da mortalidade

Mazzonetto; Vendramim (2003), com o objetivo de verificar o efeito inseticida dos pós de 18 espécies vegetais em relação à *A. obtectus*, concluíram que os pós de erva da santa Maria e de coentro são altamente tóxicos aos insetos adultos, causando 100% de mortalidade.

3.3.4 Determinação da Concentração Letal média (CL₅₀) do óleo de cravo-da-índia para controle de *A. obtectus*

A determinação da CL₅₀ foi efetuada através da análise de PROBIT (FINNEY, 1971). O procedimento foi o PROC PROBIT, programa R- 3.1.1, 2014.

A CL₅₀ do óleo de cravo-da-índia foi estimada em 30,46 (24,93 – 36,0) ppm (Tabela 5).

Várias pesquisas demonstram a determinação da concentração letal aguda dos óleos essenciais que causam a mortalidade de 50% da população de insetos, como o estudo realizado por Carvalho et al. (2014) onde constataram que óleos de *Croton urucurana* Bail também são tóxicos para adultos de *Zabrotes subfasciatus* Boh. Tendo apresentando uma CL₅₀ de 2560 ppm (2219 ± 3009).

Por outro lado, Pauliquevis e Favero (2015) em um estudo sobre a atividade insetistática do óleo essencial de *Pothormhe umbellata* sobre o *S. zeamais*, constataram o efeito fumigante em adultos desse inseto-praga cujos valores de CL₅₀ para 24 horas de confinamento dos insetos e 24 horas de exposição em superfície de contacto foram 0,95 e 0,34 µL g⁻¹, respectivamente.

Ao avaliarem a atividade inseticida do óleo essencial de *Ostericum sieboldii* sobre *S. zeamais*, verificaram uma forte atividade, com efeito, toxico por contato e fumigação com CL₅₀ de 13,82 µg.adulto⁻¹ e uma CL₅₀ de 27,39 mg. L⁻¹, respectivamente (LIU et al. 2011)

Tabela 5 - Concentração letal do óleo essencial de cravo-da-índia necessária para matar 50% de adultos de *Acanthoscelides obtectus* aplicados em feijão

Dosagens (%)	Eficiência de <i>A. Obtectus</i> controle (%) aos 96 horas	Concentração Letal (CL ₅₀) (95%IC)	GL	X ²	P
20,0	100±0,0a				
10,0	94,0±2,4a				
5,0	86,0±4,0a				
2,5	58,0±3,7b				
1,25	36,0±2,4c	30,46 (24,93 – 36,0) ppm	9	53,24	1,70
0,75	24,0±2,4cd				
0,5	22,0±3,7cd				
0,25	14,0±5,1de				
0,0	0,0±0,0e				
Testemunha	0,0±0,0				

GL – Graus de Liberdade; IC – Intervalo de Confiança; X² – Qui-quadrado; P – Probabilidade.

3.3.5 Determinação da Concentração Letal média (CL₅₀) do óleo de tomilho para controle de *A. obtectus*

A determinação da CL₅₀ foi efetuada através da análise de PROBIT (FINNEY, 1971).

A CL₅₀ do óleo de tomilho após 96 horas foi estimada em 24,93 (20,75 – 29,10) ppm (Tabela 9).

Este estudo é semelhante aos outros em que foi determinada a concentração letal aguda dos óleos essenciais que causam a mortalidade de 50% da população de insetos, como o verificado por Estrela et al. (2006) em óleos de *Piper aduncum* (Linnaeus, 1753) (Piperaceae) e *Piper hispidinervum* que foram tóxicos para adultos de *S. zeamais* apresentando CL₅₀ de 0,56 e 1,32 µl/20g de grãos de milho, respectivamente.

Pauliquevis; Favero (2015) em um estudo sobre a atividade insetistática de óleo essencial de *Pothormhe umbellata* sobre o *S. zeamais*, constataram o efeito fumigante em adultos desse inseto-praga cujos valores de CL₉₉ para 24 horas de confinamento dos insetos e 24 horas de exposição em superfície de contacto foram, 6,73 e 4,91 µL.g⁻¹, respectivamente.

Tabela 6 - Concentração letal do óleo essencial de tomilho necessária para matar 50% de adultos de *Acanthoscelides obtectus* aplicados em feijão

Dosagens (%)	Eficiência de <i>A. Obtectus</i> controle (%) aos 96 horas	Concentração Letal (CL ₅₀) (95%IC)	GL	X ²	P
20,0	100±0,0a				
10,0	94,0±2,4a				
5,0	86,0±4,0a				
2,5	58,0±3,7b				
1,25	36,0±2,4c	24,93 (20,75 – 29,1) ppm	9	66,41	2,50
0,75	24,0±2,4cd				
0,5	22,0±3,7cd				
0,25	14,0±5,1de				
0,0	0,0±0,0e				
Testemunha	0,0±0,0				

GL – Graus de Liberdade; IC – Intervalo de Confiança; X² – Qui-quadrado; P – Probabilidade.

Do mesmo modo, Ko ko et al. (2009) buscando avaliar o potencial do óleo essencial de *Melaleuca cajuputi* encontraram através de fumigação uma CL₉₅ de 408 µL.L⁻¹ e por meio de contacto a CL₅₀ foi de 0,111 µL.inseto⁻¹.

Li et al. (2010) ao testarem a composição química do óleo essencial de *Murraya exótica* no controle de *S. zeamais*, encontraram as CL₅₀ de 8,29 mg.L⁻¹ e 11,41 µg.adulto⁻¹, por meio de fumigação e de contacto, respectivamente.

No presente trabalho as concentrações de 5,0 %, 10,0 e 20 % dos óleos essenciais de cravo-da-índia e tomilho, não diferiram significativamente em relação à a eficiência da mortalidade de populações de insetos de *A. obtectus* decorridos 96 horas após o tratamento (Tabela 3, 4, 7 e 8), sendo que a concentração menor de 5 e 10% pode ser considerada a melhor para *A. obtectus*.

Desta forma, algumas teorias demonstram que aumento da dosagem aplicada é um dos fatores que promove a evolução da resistência de insetos de grãos armazenados aos inseticidas. Estudos sobre a atividade repelente e inseticida do óleo essencial de carqueja doce sobre o caruncho do feijão demonstraram que a taxa de mortalidade do caruncho do feijão é influenciada diretamente pelo incremento da dosagem e pelo aumento do tempo de exposição (CAMPOS et al. 2014).

Alguns estudos vêm sendo realizados com extratos e óleos essenciais sobre a atividade tóxica para pragas de produtos armazenados, verificando que ainda é preciso mais informações no processo de extração de óleos de diferentes plantas para a condução de ensaios de fumigação e de contato (ASLAN et al. 2004; NEVES; CAMARA, 2011).

Desta maneira é possível afirmar que os óleos essenciais de *Syzygium aromaticum* e *Thymus vulgaris* foram eficientes em relação ao efeito inseticida, porém em tempos de exposição diferentes, sendo 48 e 72 horas, respectivamente para o controle de caruncho de feijão (*A. obtectus*) em grãos de feijão, contudo, é necessário que sejam realizadas outras pesquisas tendo em vista que tais pesquisas ainda são escassas, visando à investigação fitoquímica de extratos vegetais, carência, resíduo, custos, alteração organolépticas para que o produtor possa utilizar estes óleos de maneira segura como alternativa no controle de pragas de produtos armazenados.

3.4 Conclusões

De acordo com os resultados obtidos no presente trabalho pode-se concluir que:

O eugenol e borneol foram os compostos responsáveis pela atividade inseticida do óleo essencial de tomilho, aplicados em grãos de feijão para controlar as *A. obtectus*.

Os maiores incrementos de mortalidade do caruncho do feijão foram obtidos no período 48 e 72 horas para os óleos de cravo-da-índia e tomilho, respectivamente.

Após 96 horas de exposição a concentração de 5% teve eficiência de controle acima de 80% para os dois óleos.

A concentração letal média (CL_{50}) do óleo de cravo-da-índia é de 30,46 ppm e a do óleo de tomilho 24,93 ppm.

4 Capítulo II. Ação de pós inertes minerais no controle de *Acanthoscelides obtectus* (Say, 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) em laboratório

4.1 Introdução

O feijão-comum (*Phaseolus vulgaris* L.) representa um dos mais tradicionais e antigos pratos da culinária brasileira, por consequência, um componente cultural, merecendo dessa maneira uma atenção de pesquisadores das diferentes áreas de conhecimento. A leguminosa é também reconhecida por ser uma ótima fonte de proteína e pelos conteúdos de carboidratos e minerais, com especial destaque ao ferro e proteína e é um fator de segurança alimentar e de combate à desnutrição (CARNEIRO; TRAZILBO JÚNIOR; BORÉM, 2015).

O feijão-comum é danificado por diversos insetos durante todo o seu ciclo de desenvolvimento, destacando-se as pragas das sementes, plântulas e raízes; pragas desfoliadoras; pragas sugadoras e raspadoras, pragas das hastes e axilas, pragas das vagens e pragas de grãos armazenados, destacando-se o *Zabrotes subfasciatus* e *A. obtectus*. As duas espécies de carunchos de feijão-comum são cosmopolitas, ocorrendo em todos os países que cultivam feijoeiro, sendo que *Z. subfasciatus* em regiões mais quentes dos trópicos e o *A. obtectus* é o principal caruncho do feijoeiro nas regiões de clima temperado (QUINTELA; BARBOSA, 2015).

A maneira mais usada nos dias de hoje para controlar populações de insetos-praga de armazenamento é o emprego de expurgo, esse método

envolve o uso de produtos, com liberação de gases extremamente tóxicos ao homem, e são prejudiciais ao meio ambiente. Apesar da alta eficiência desses produtos, sua utilização necessita de profissionais devidamente treinados e de investimento relativamente elevado (LORINI et al., 2009).

Por outro lado, existem métodos alternativos de controle como o uso da temperatura, radiação e/ou som, entre os quais se encontram os pós-inertes, como os pós de rocha e a terra de diatomácea que é obtida a partir de depósitos de sílica em águas doces e salgada. (CHANBANG et al. 2007; LORINI, 2008; Jairoce et al. 2016a).

Atualmente trabalhos com ênfase agroecológico, buscam controles alternativos para evitar os desequilíbrios causados pelo uso inadequado destes produtos, que levam à necessidade de se repensar as táticas de controle utilizadas no manejo integrado de pragas, principalmente quando se trata de produtos prontos para consumo (PORTO; SOARES, 2012).

De acordo com Lorini (1998), o uso de pós-inertes, técnica utilizada pelos agricultores de subsistência antes do advento dos inseticidas sintéticos, tem ressurgido como importante alternativa de controle de insetos pragas em grãos armazenados.

A terra de diatomácea tornou-se um inseticida comercial inovador, por se tratar de um pó-inerte que age sobre os insetos-praga de forma diferenciada. Por conter partículas microscópicas, ricas em dióxido de silício, de formatos diversos, agindo sobre os insetos causando abrasão de seu exoesqueleto e posterior desidratação dos mesmos (KORUNIC, 2013).

A terra de diatomáceas é empregada como uma alternativa aos inseticidas químicos e fumigantes, pois apresenta baixa toxicidade para os mamíferos, não se decompõe rapidamente e as concentrações utilizadas não afetam a qualidade do produto final (KORUNIC et al. 1996). Este pó é aplicado diretamente à semente, sem equipamento especializado, utilizando a mesma tecnologia que se usa para aplicar outros inseticidas residuais (ATHANASSIOU et al. 2005).

As partículas da terra de diatomáceas têm efeito abrasivo, devido ao seu formato e dureza; e possuem capacidade de absorver cera da cutícula do

inseto provocando a morte devido à desidratação (GOLOB, 1997; KORUNIC, 1998, SUBRAMANYAM; ROESLI, 2000).

De acordo com o exposto, este trabalho tem como objetivo avaliar a eficácia de pós-de-basalto, granodiorito e terra de diatomáceas no controle de *A. obtectus*, por em condições do laboratório.

4.2 Materiais e Métodos

Os experimentos foram conduzidos no Laboratório de Ecologia de Insetos pertencente à Universidade Federal de Pelotas, RS. Os insetos foram obtidos da criação mantida em laboratório e mantidos em grãos de feijão armazenados em frascos de vidro com abertura de 10 cm de diâmetro e capacidade para 400 mL, envoltos na parte superior com tecido tipo voil e fixado com elástico.

Os tratamentos foram constituídos por pó de basalto: com granulometria 0,1; 0,3 mm e 0,5 mm, com pó de granodiorito com granulometria 0,1 mm e 0,3 mm e a terra de diatomáceas (INSECTO®) nas dosagens de 2 e 4 kg.t⁻¹, granodiorito e testemunha (sem aplicação). O delineamento experimental utilizando foi inteiramente casualizado num esquema fatorial 13 X 7 (Pós-Inertes X Tempo de exposição), com 5 repetições sendo cada unidade amostral composta por 20 gramas de grãos de feijão, com teor de umidade de 12%.

A terra de diatomácea utilizada foi à base do produto comercial INSECTO®, da empresa Bernardo Química que é um pó-inerte registrado e recomendado para o controle de pragas no armazenamento de grãos, contendo na sua composição dióxido de silício [867 g/kg (86,7% m/m)] e ingredientes inertes [133 g/kg (13,3% m/m)].

Tabela 7 - Tratamentos de pós de basaltos, granodiorito e terra de diatomáceas submetidas a dosagens de 2 a 4 kg.ton⁻¹

Tratamentos	Dosagens
T1-pó de basalto (0,1mm)	2 kg.t ⁻¹
T2-pó de basalto (0,1mm)	4 kg.t ⁻¹
T3- pó de basalto (0,3mm)	2 kg.t ⁻¹
T4- pó de basalto (0,3mm)	4 kg.t ⁻¹
T5- pó de basalto (0,5 mm)	2 kg.t ⁻¹
T ₆ - pó de basalto (0,5 mm)	4 kg.t ⁻¹
T ₇ – pó de granodiorito (0,1mm)	2 kg.t ⁻¹
T ₈ - pó de granodiorito (0,1mm)	4 kg.t ⁻¹
T ₉ - pó de granodiorito (0,3 mm)	2 kg.t ⁻¹
T ₁₀ - pó de granodiorito (0,3mm)	4 kg.t ⁻¹
T ₁₁ - Terra de diatomácea (INSECTO)	2 kg.t ⁻¹
T ₁₂ - Terra de diatomácea (INSECTO)	4 kg.t ⁻¹
T ₁₃ - testemunha	-

4.2.1 Obtenção e análise dos pós de basaltos e granodiorito

Os pós de basalto utilizados diferem na granulometria, e foram adquiridos na empresa Ekosolos Indústria Remineradora de Solos Ltda. sediada no estado do Paraná. O pó de basalto-Ekosolos é uma mistura de rochas basálticas moídas finamente. Sua composição é dada por duas rochas: Microgabro e Quartzolito basáltico. Essa mistura tem uma granulometria menor que 0,9 mm, formando gradiente até 200 mesh. O granodiorito obtido no Estado do Rio grande do Sul, no município de Pelotas na empresa Pedreira Silveira

Tabela 8 - Análise química total do pó de basalto-Ekosolos utilizados nos experimentos provenientes do município de União da Vitória, Paraná e disponibilizados pela empresa Ekosolos Indústria Remineradora de Solos Limitada

Fonte: FABIO, EIRS- Ltda.

	SiO₂	Al₂O₃	TiO₂	Fe₂O₃	CaO	MgO	K₂O	Na₂O	MnO	P₂O₅	p.f	Som
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
A	51,13	13.99	1.21	13,48	10.79>UL	6,7	0,51	2.1	0,19	0,12	0.31	100,54
B	65,46	12,41	1.05>UL	7.04>UL	3.28	1.56	3,37	4,01	0.13>L	0.30>UL	1.35	99.97

	Sr	Zr	Nb	Y	Rb	Ba	Cu	Zn	V	Cr	La	Ni
	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(pmm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)
A	206	103	9	15	13	48	181	92	139	180	22	89
B	192	174	28	52	173	701	150	101	114	21	52	52

EIRS- Ekosolos Indústria Remineradora de Solos Limitada

Tabela 9 - Análise química total do pó de granodiorito disponibilizados pela empresa Pedreira Silveira, Pelotas, Rio Grande do Sul.

Macronutrientes	SiO ₂	CaO	K ₂ O	MgO	MnO	P ₂ O ₅
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
	65	2,42	4,33	0,99	0,07	0,15
Micronutrientes	Cu	Zn				
	(ppm)	(ppm)				
	8,4	51				

Fonte: Pedreira Silveira/Pelotas- Monte Bonito – Rio Grande Do Sul

4.2.2 Condução do experimento

Os biensaio foram organizados em delineamento inteiramente casualizado, dispostos em esquema fatorial 13 X 7 (pós inertes e tempo de exposição) com 5 repetições. O experimento foi conduzido em placas de Petri circulares (90 X 15 mm), misturados e agitados manualmente por dois minutos contendo pós-inertes com 20 g de grãos de feijão, nas dosagens de 2 e 4 kg.t⁻¹. Os grãos de feijão tratados foram posteriormente infestados com 10 adultos não sexados de *A. obtectus* de 10 a 14 dias de idade em cada repetição e mantidos em câmara climatizada (B.O. D) (Biochemical oxygen demand) com temperatura de 25±2°C, umidade de 70±10% e fotofase de 12 horas. O número de insetos vivos foi avaliado do 3º dia até 21º dias após os tratamentos. Foram quantificados os insetos vivos em cada placa e foram considerados insetos mortos os que não apresentaram movimentos durante dois minutos de acordo com metodologia proposta por Antunes et al. 2013.

4.2.3 Cálculo da eficiência de controle de *A. obtectus*

Os insetos foram expostos por 3; 6; 9; 12; 15; 18 e 21 dias após o tratamento, sendo feitas observações do número de insetos vivos em cada repetição. A eficiência de controle (EC%) foi obtida utilizando a equação de Abbott (1925), onde:

$$EC\% = \frac{T - Tr}{T} \times 100$$

T- número de insetos vivos na testemunha

Tr- número de insetos vivos no tratamento

Os dados de insetos vivos foram submetidos à análise de variância e as e agrupadas pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

4.3 Resultados e discussão

Mediante a análise da composição química dos pós de basaltos e granodiorito usados no presente estudo evidenciou-se que o dióxido de silício (SiO_2) foi o componente majoritário, sendo que para os pós de basaltos as amostras com o tratamento A apresentam concentrações de 51,13% e nos tratamentos B e C com 65,46%, seguida de outros constituintes com porcentagens menores (Tabela 9).

A concentração para o pó de granodiorito foi de 65%, que não diferiu muito com as concentrações do tratamento B e C das amostras (Tabela 11).

Os resultados da análise fatorial indicaram que as concentrações dos pós-inertes foi altamente significativa ($F= 52,97$; $P< 0,0001$).

Os tratamentos com pós de basalto, pó de granodiorito e terra de diatomácea diferiram do tratamento testemunha (sem aplicação) em todos os tempos de exposição. O pó de basalto (0,5 mm) na dose 4kg/ton e a terra de diatomácea nas dosagens 2 e 4kg/ton, diferiram estatisticamente em todos os tempos em avaliação, sendo que ao 3DAT o número médio de insetos vivos foi de 5,4; 1,6 0,6, respectivamente. Aos 6DAT não houve diferenças significativas entre o granodiorito (0,1 mm) na dosagem 2 e 4 kg/ton e basalto (0,1 mm), granodiorito (0,1 mm), basalto (0,3 mm) na dose de 2kg/ton e na dose 4kg/ton para o basalto (0,1 mm) (Tabela 13)

Ao comparar todos os pós-inertes no fim da avaliação (21DAT), observou-se que os pós de granodiorito (0,1) na dose 2 e 4 kg/ton e basalto (0,1 mm) na dose 2kg/ton não diferiram estatisticamente entre si. O pó de basalto (0,1 mm) e granodiorito (0,3 mm) na dose de 4kg/ton não diferiram estatisticamente entre si, o mesmo comportamento se observou no pó de basalto (0,3 mm) nas doses 2 e 4 kg/ton e basalto (0,5 mm) na dose 2kg/ton (Tabela 13)

Aos 3, 6 12 DAT observou-se diferenças significativas nos números de insetos vivos na granulometria de 0,5 mm em ambas as dosagens de pós de basalto (Tabela 13).

Os tratamentos à base dos pós de basalto, pó de ganodiorito e terra de diatomácea nas dosagens de 2 e 4 kg/ton, diminuíram o número médio de

insetos vivos de *A. obtectus* em relação à testemunha com aumento do tempo de exposição.

Os tratamentos à base da terra de diatomácea nas duas dosagens envolvidas no presente estudo, demonstraram diferenças significativas em todos os tempos de exposição no número médio de insetos vivos, tendo a partir do 9 DAT reduzido para zero o número médio de insetos vivos de *A. obtectus*.

Ao se analisar os cinco pós-inertes aplicados separadamente verificou-se que o tratamento com terra de diatomácea apresentou maior eficiência de mortalidade para o *A. obtectus* em relação aos demais tratamentos, tendo atingido uma percentagem de 100 nas duas dosagens a partir de 9 D.A.T (Tabela 10).

Nos pós de basalto e granodiorito, as análises podem ser consideradas como sendo satisfatórias em comparação com a testemunha, tendo aumentando a eficiência de mortalidade para *A. obtectus* em até 94% para o basalto e 84% para o granodiorito (Tabela 11).

De forma geral, a eficiência de controle para *A. obtectus* foi mais acentuada 21 dias após o tratamento, confirmando que a mortalidade aumentou à medida que se aumentou o tempo de exposição. Embora neste estudo as avaliações realizadas tenham sido conduzidas por apenas 21 dias, há relatos em algumas pesquisas de que o controle se mantém por vários meses.

Tabela 10 - Valores médios ($X \pm$ Erro padrão da média) de insetos vivos de *Acanthoscelides obtectus*, avaliados em função do tempo de exposição (3, 6, 9, 12, 15, 18 e 21 dias após tratamento), das dosagens de terra diatomácea e pó de basalto (2 e 4 kg.t^{-1}) e controle (0). ($25 \pm 3^\circ\text{C}$; $70 \pm 10\%$ e fotofase de 12 horas) (n = 10 insetos)

DIAS APÓS TRATAMENTO								
Tratamentos (pós)	Dosagem	3 DAT	6 DAT	9 DAT	12 DAT	15 DAT	18 DAT	21 DAT
Basalto (0,1mm)	2	8,2 $\pm$ 0,4a	7,4 $\pm$ 0,5abc	6,4 $\pm$ 0,5ab	5,2 $\pm$ 0,4ab	4,4 $\pm$ 0,2ab	3,6 $\pm$ 0,2ab	3,4 $\pm$ 0,2abc
Basalto (0,1 mm)	4	8,0 $\pm$ 0,3a	6,6 $\pm$ 0,2bcd	6,0 $\pm$ 0,3bc	4,8 $\pm$ 0,2bc	3,8 $\pm$ 0,2bc	2,8 $\pm$ 0,2bc	2,4 $\pm$ 0,2cde
Basalto (0,3mm)	2	7,2 $\pm$ 0,4abc	6,4 $\pm$ 0,4bcde	5,0 $\pm$ 0,4cde	3,8 $\pm$ 0,4cde	3,2 $\pm$ 0,4cde	3,0 $\pm$ 0,3bc	2,2 $\pm$ 0,2de
Basalto (0,3 mm)	4	7,0 $\pm$ 0,4abcd	6,2 $\pm$ 0,2bcde	4,6 $\pm$ 0,2de	3,6 $\pm$ 0,2cde	2,6 $\pm$ 0,2de	2,2 $\pm$ 0,2cd	2,0 $\pm$ 0,3de
Basalto (0,5 mm)	2	6,2 $\pm$ 0,4cd	5,4 $\pm$ 0,2de	4,8 $\pm$ 0,2cde	3,4 $\pm$ 0,2de	2,8 $\pm$ 0,4cde	2,4 $\pm$ 0,2cd	1,4 $\pm$ 0,2ef
Basalto (0,5 mm)	4	5,4 $\pm$ 0,2d	5,0 $\pm$ 0,0e	3,8 $\pm$ 0,2e	3,0 $\pm$ 0,3e	2,2 $\pm$ 0,2e	1,6 $\pm$ 0,2d	0,6 $\pm$ 0,2fg
Granodiorito (0,1 mm)	2	8,6 $\pm$ 0,2a	8,2 $\pm$ 0,4a	7,4 $\pm$ 0,2a	6,2 $\pm$ 0,2a	5,4 $\pm$ 0,2a	4,6 $\pm$ 0,2a	4,2 $\pm$ 0,4a
Granodiorito (0,1 mm)	4	8,2 $\pm$ 0,4ab	7,6 $\pm$ 0,2ab	6,6 $\pm$ 0,2ab	5,6 $\pm$ 0,2ab	4,6 $\pm$ 0,2ab	4,4 $\pm$ 0,2a	3,8 $\pm$ 0,2ab
Granodiorito (0,3 mm)	2	7,2 $\pm$ 0,4abc	7,0 $\pm$ 0,3abc	5,8 $\pm$ 0,2bcd	4,6 $\pm$ 0,2bcd	3,6 $\pm$ 0,2bcd	3,2 $\pm$ 0,2bc	2,8 $\pm$ 0,2bcd
Granodiorito (0,3 mm)	4	6,4 $\pm$ 0,2bcd	6,6 $\pm$ 0,3bcd	5,0 $\pm$ 0,3cde	3,6 $\pm$ 0,2cde	3,2 $\pm$ 0,2cde	2,8 $\pm$ 0,2bc	1,6 $\pm$ 0,2ef
Terra de diatomácea	2	1,6 $\pm$ 0,5e	0,8 $\pm$ 0,4f	0,0 $\pm$ 0,0f	0,0 $\pm$ 0,0f	0,0 $\pm$ 0,0f	0,0 $\pm$ 0,0e	0,0 $\pm$ 0,0g
Terra de diatomácea	4	0,6 $\pm$ 0,2e	0,4 $\pm$ 0,2f	0,0 $\pm$ 0,0f	0,0 $\pm$ 0,0f	0,0 $\pm$ 0,0f	0,0 $\pm$ 0,0e	0,0 $\pm$ 0,0g
Testemunha		10,0 $\pm$ 0	10,0 $\pm$ 0,0	10,0 $\pm$ 0,0	10,0 $\pm$ 0,0	10,0 $\pm$ 0,0	10,0 $\pm$ 0,0	10,0 $\pm$ 0,0
CV (%)		12,72						

CV - coeficiente de variação. DAT- Dias após o tratamento. Médias seguidas por uma mesma letra minúscula na coluna, não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

O aumento da eficiência de mortalidade dos insetos devido ao aumento de dosagens e ao período de exposição, verificado neste trabalho (Tabela 15), também foi verificado por Pinto Júnior et al. (2005) em sua pesquisa, ao estudarem sobre o controle de *A. obtectus* com diferentes doses de terra de diatomácea no feijão, constataram que houve um incremento na mortalidade à medida que se aumentou a dosagem do pó inerte.

Observou-se também que a eficiência de mortalidade de *A. obtectus* ocorreu mais rapidamente na dosagem mais elevada (4 kg/ton) em todas as granometrias dos pós-inertes (Tabela 11) e logo em seguida a eficiência também foi constatada em dosagens menores (2 kg/ton) por maior tempo de exposição. Resultados semelhantes foram relatados por Alberto Júnior et al. (2007), onde em dosagens menores de terra de diatomácea (500 g/ton e 250 g/ton) foram necessários 13 a 27 dias para atingir a eficiência de cerca de 90%.

Dosagem baixa para se atingir um satisfatório nível de controle de pragas de produtos armazenados, para um maior período de exposição foi verificado em uma pesquisa por Athanassitou et al. (2005). Esse fato está relacionado com o modo de ação dos pós-inertes.

Os pós-inertes aderem à epicutícula dos insetos por meio de uma carga eletrostática, levando, à desidratação do corpo do inseto, em resultado da ação de adsorção de ceras da camada lipídica pelos cristais de sílica ou abrasão da cutícula (GOLOB, 1997; KORUNIC, 1998).

Os pós-inertes normalmente necessitam de um período maior para matar os insetos, fato observado no presente trabalho (Tabela 11). Estudos realizados por Airton Júnior et al., (2008) demonstraram que a terra de diatomácea causou cerca de 97,25 % de mortalidade em cinco dias na menor dosagem (250 g/ton).

Tabela 11 - Eficiência Controle (EC%)± Erro padrão da média dos três tipos de pós de basaltos, dois tipos de pó de granodiorito e terra diatomácea nas dosagens (2 e 4 kg/t.-1) no controle de adultos do carucho-do-feijão (*Acanthoscelides obtectus*), avaliados em função do tempo de exposição (3, 6, 9, 12, 15, 18 e 21 dias após tratamento)

DIAS APÓS TRATAMENTO								
Eficiência de controle para <i>A. obtectus</i> (%)								
Tratamentos (pós)	Dosagem	3 DAT	6 DAT	9 DAT	12 DAT	15 DAT	18 DAT	21 DAT
	m							
Basalto (0,1mm)	2	18,0±3,7	26,0±5,1	36,0±5,1	48,0±3,7	56,0±2,4	64,0±2,4	66,0±2,4
Basalto (0,1 mm)	4	20,0±3,2	34,0±2,4	40,0±3,2	52,0±2,0	62,0±2,0	72,0±2,0	76,0±2,4
Basalto (0,3mm)	2	28,0±3,7	36,0±4,0	50,0±4,5	62,0±3,7	68,0±3,7	70,0±3,2	78,0±2,0
Basalto (0,3 mm)	4	30,0±4,5	38,0±2,0	54,0±2,4	64,0±2,4	74,0±2,4	78,0±2,0	80,0±3,2
Basalto (0,5 mm)	2	38,0±3,7	46,0±2,4	52,0±2,0	66,0±2,4	72,0±3,7	76,0±2,4	86,0±2,4
Basalto (0,5 mm)	4	46,0±2,4	50,0±0,0	62,0±2,0	70,0±3,2	78,0±2,0	84,0±2,4	94,0±2,0
Granodiorito (0,1 mm)	2	14,0±2,4	18,0±3,7	26,0±2,4	38,0±3,7	46,0±2,4	54,0±2,4	58,0±3,7
Granodiorito (0,1 mm)	4	18,0±3,7	24,0±2,4	34,0±2,4	44,0±2,4	54,0±2,4	56,0±2,4	62,0±2,0
Granodiorito (0,3 mm)	2	28,0±3,7	30,0±3,2	42,0±2,0	54,0±2,4	64,0±2,4	68,0±2,0	72,0±2,0
Granodiorito (0,3 mm)	4	36,0±2,4	40,0±3,2	50,0±3,2	64,0±2,4	68,0±2,0	72,0±2,0	84,0±2,4
Terra de diatomácea	2	84,0±5,1	92,0±3,7	100,0±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0
Terra de diatomácea	4	94,0±2,4	96,0±2,4	100,0±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0	100,0±0,0
Testemunha		0,0±0,0	0,0±0,0	0,0±0,0	0,0±0,0	0,0±0,0	0,0±0,0	0,0±0,0
CV (%)		21,75	16,52	12,22	9,81	8,01	6,74	6,84
DAT-	Dias	após	o	tratamento.	CV-	Coeficiente	de	Variação

Os dados obtidos nas dosagens de 2 e de 4 kg/ton, quando comparadas ao controle, em que os grãos de feijão estavam isentos dos pós inertes foram significativamente inferiores em todos os tempos de exposição em que se realizaram as contagens de indivíduos mortos.

Os resultados do presente trabalho são semelhantes aos encontrados por Jairoce et al. (2016a) nos seus estudos sobre a eficiência de pós inertes minerais no controle de *Sitophilus zeamais* Motschulsky 1885 (Coleoptera: Curculionidae) em condições de laboratório, usando as mesmas dosagens para a terra de diatomácea e pó de basalto verificaram a mortalidade de *S. zeamais* aumentava à medida que se aumenta os tempos de exposição. Segundo os mesmos autores, essa mortalidade foi mais rápida com a terra de diatomácea, logo após 5 dias de exposição atingiu 100% de mortalidade nas dosagens de 2 e 4 kg.t⁻¹.

Em estudo realizado por Martins; Oliveira (2008) e Baldassari; Martini (2014) observaram que a terra diatomácea em todos os tempos de exposição diferiu significativamente em relação à testemunha tendo causado mortalidade acima de 70%. Segundo os mesmos autores, após 10 e 14 dias de exposição, houve mortalidade acima de 75% e 88% em todos os tratamentos e não houve diferença entre os tratamentos com terra de diatomácea, corroborando os resultados obtidos neste trabalho (Tabela 14).

A eficiência de controle e as dosagens utilizadas observaram-se que terra de diatomácea nas concentrações 2 kg/ton pode ser utilizada com boa eficiência de controle até 21 dias de armazenamento. Em uma pesquisa semelhante, Moraes et al. (2009) ao analisarem o efeito da terra diatomácea como controle alternativo de *Oryzaephilus surinamensis* em milho armazenado, observaram uma resposta linear entre as doses aplicadas e o número de insetos vivos, na dosagem de 1,5 kg/ton foi suficiente para matar todos insetos, demonstrando a sua eficácia .

Diversos fatores podem afetar à resposta do inseto às concentrações do pós-inertes, tais como, a umidade dos grãos, o tipo do pó inerte, a temperatura e espécie de inseto. De acordo com Lorini (1998), ao determinar a eficiência de pós-inertes, verificou que a eficiência depende da secagem dos grãos com uma umidade inferior a 13%. Antunes et al. (2012) analisando a eficiência da terra

de diatomácea o controle do gorgulho do milho ao longo do tempo, confirmaram a eficiência desse pó no controle de *S. zmais* quando aplicados em grãos com elevados teores de umidade, desde que estes entrem em equilíbrio higroscópico com uma umidade inferior à 13%.

Estudos demonstram que a terra de diatomácea apresenta eficiência de controle idêntico aos inseticidas químicos usados em pragas de grãos armazenados como observados por Rupp et al. (2007) usando a terra de diatomácea, e verificaram que a eficiência foram semelhantes aos inseticidas deltametrina e fenitrothion.

Banks; Fields (1995) adianta os principais problemas relacionados ao uso da terra de diatomácea como sendo, a alteração do ângulo de repouso do grão, desgaste nos equipamentos de movimentação de grãos e grande quantidade de poeira durante a sua aplicação, a mobilidade do inseto, número e distribuição de pêlos na cutícula, diferenças quantitativas e qualitativas nos lipídios cuticulares das diferentes espécies de insetos, tempo de exposição e umidade relativa do ar.

4.4 Conclusões

Com base nos dados obtidos observou-se que os pós de rocha (basalto e granodiorito) apresentam grande potencial como alternativa de controle de *A. obtectus* nas condições estudadas.

A mortalidade de *A. obtectus* aumenta à medida que se aumenta os tempos de exposição, e essa mortalidade com a terra de diatomácea, logo após 9 dias de exposição com 100% de mortalidade nas dosagens de 2 kg/ton.

Os três de pós de basalto e terra de diatomácea não registraram diferenças significativas entre si aos 21 D.A. T, com eficiência de controle de *A. obtectus* acima de 70%.

5 Considerações finais

Os resultados obtidos neste trabalho demonstram a possibilidade de utilização dos óleos de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*) e tomilho (*Thymus vulgaris*) e os pós-inertes para o controle de caruncho do feijão (*Acanthoscelides obtectus*) em grãos de feijão.

É necessário realizar estudos mais aprofundados para que se possam aprimorar técnicas de obtenção de óleos essenciais e a utilização em larga escala destes assim como, dos componentes químicos.

São necessários mais estudos para a definição da melhor dosagem a ser utilizada nos pós de basalto e granodiorito, respectivamente.

6 Referências

ABBOTT, W.S. A method of computing the effectiveness of an insecticide. **Journal of Economic Entomology**, v.18, n.2, p. 265-267, 1925.

AHMED, M. E.; EL-SALAM, A. B. D. Fumigant toxicity of seven essential oils against the cowpea weevil, *Callosbruchus maculates* (F.) and the rice weevi, *Sitophilus oryzae* (L.). **Egyptian Academic Journal of Biological Sciences**, v.2, n.1, p.1-6, 2010.

Airton Junior, R. P. Effectiveness of diatomaceous earth in the control of some bulk stored maize pests. **Revista da FZVA**, v.15, n.1, p. 61-70, 2008.

ALBERTO JÚNIOR; L. M.; JÚNIOR; M. M.; DE PAIVA; W. R. S. C. & BARRETO; H. C. S. Eficiência da terra de diatomácea no controle de *Sitophilus zeamais* em milho armazenado. **Revista Acadêmica**, v.5, n.1, p. 27-32, 2007.

ALMEIDA, S. A. DE.; ALMEIDA, F. DE A. C.; SANTOS, N. R.; ARAÚJO, M. E. R.; RODRIGUES, J. P. Atividade inseticida de extratos vegetais sobre *Callossobruchus maculatus* (Fabr. 1775) (Coleoptera: Bruchidae). **Revista Brasileira de Agrociência**, v.10, n.1, p. 67-70, 2004.

ANTUNES, L. G.; LEMCHEN, J. S.; PETRY, P. A. R.; GOTTARDI, R.; DIONELLO, R. G. Eficiência da terra de diatomácea no controle do gorgulho do milho ao longo do tempo. **Revista Brasileira de Milho e Sorgo**, v.11, n.3, p. 217-224, 2012.

ARAÚJO, S. A. C. DE.; TEXEIRA, M. F. S.; DANTAS, T. V. M.; MELO, V. S. P.; LIMA, F. E. S.; RICARTE, A. R. F.; COSTA, E. C.; MIRANDA, A. M. Usos

potenciais de *Melia azedarach* L. (Meliaceae): Um levantamento. **Arquivos do Instituto Biológico**, v.76, n.1, p.141-148, 2009.

ASCENÇÃO, V. L.; MOUCHREK FILHO, V. E. Extração, caracterização química e atividade antifúngica de óleo essencial *Syzygium aromaticum* (cravo-da-Índia). **Cadernos de Pesquisa**, v.20, n. especial, p. 137-144, 2013.

ASLAN, I. I.; OZBEK, O.; ÇALMASUR, SAHIN, F. Toxicity of essential oil vapours to two greenhouse pests. *Tetranychus urticae* Koch and *Bemisia tabaci* Genn. **India Crop Protection**, v.19, n.2, p. 167-173, 2004.

ATHANASSIOU, C.G.; VAYIAS B.J.; DIMIZAS G.B.; KAVALIERATOS N.G.; PAPAGREGORIOU A.S. e BUCHELOS C.Th. Insecticidal efficacy of diatomaceous earth against *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium confusum* Du Val (Coleoptera: Tenebrionidae) on Stored wheat: Influence of dose rates, temperature and exposure interval. **Journal of Stored Products Research**, v.41, p.47-55, 2005.

BANKS, J.; FIELDS, P. Physical methods for insect control in stored-grain ecosystems. **Stored-grain ecosystems**. p. 354-410, 1995.

BAVARESCO, A. Evaluation of alternative treatments for *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Bruchidae) control. **Revista de Ciências Agro-veterinárias**, v.6, n.2, p.125-133, 2007.

BAIER, A. H.; WEBSTER, B. D. Control of *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Chrysomelidae) in *Phaseolus vulgaris* L. seed stored on small farms I. Evaluation of damage. **Journal of Stored Products Research**, n.38, p.365–373, 2002.

BALDASSARI, N.; MARTINI, A. The efficacy of two diatomaceous earths on the mortality of *Rhyzopertha dominica* and *Sitophilus oryzae*. **Bulletin of Insectology**, v.67, n.1, p.51-55, 2014.

BALDIN, E. L. L.; PEREIRA, J. M. Resistência de genótipos de feijoeiro a *Zabrotes subfasciatus* (Bohemann, 1833) (Coleoptera: Bruchidae). **Ciência e Agrotecnologia**, v.34, n.6, p. 1507-1513, 2010.

BORGES, A. M.; PEREIRA, J.; CARDOSO, M. G.; ALVES, J. A.; LUCENA, E. M. P. Determinação de óleos essenciais de alfavaca (*Ocimum gratissimum* L.), orégano (*Origanum vulgare* L.) e tomilho (*Thymus vulgaris* L.). **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v.14, n.4, p. 656-665, 2012.

BRAGANTINI, C. Alguns **aspectos do armazenamento de sementes e grãos de feijão**. Documento 187. Santo Antônio de Goiás: Embrapa Arroz e Feijão, 2005. 28p.

BOHINC, T.; VAYIAS, B.; BARTOL, T.; TRDAN, S. Assessment of Insecticidal Efficacy of diatomaceous earth and powders of common lavender and field horsetail against bean weevil adults. **Neotropical Entomology**, v.42, n.6, p. 642-648, 2013.

CHAMBERS, J. E.; CARR, R. L. Biochemical mechanisms contributing to species differences in insecticidal toxicity. **Toxicology**, v.105, n.2-3, p. 291-304, 1995.

CHANBANG, Y.; ARTHUR, F. H.; WILDE, G.E.; THRONE, J. E. Diatomaceous earth plus methoprene for control oh the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae) in rough rice. **Journal of Stored Products Research**, v.43, p.396-401, 2007.

CAMPOS, A. C. T. DE.; RADUNZ, L. L.; RADÜNZ, A, L.; MOSSI, A, J.; DIONELLO, R. G.; ECKER, S. L. Insecticide and repellent activity of the essential oil from carqueja doce on bean weevil. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.18, n.8, p.861–865, 2014.

CAMPOS, T. B. de; ZORZENON, F. J. Pragas dos grãos e produtos armazenados. **Boletim Técnico**, n.17, p. 1-47, 2006.

CARNEIRO, J. E.; TRAZILBO JÚNIOR, J. P.; BORÉM, A. **FEIJÃO do plantio à colheita**. 1.Ed. Editora Universidade Federal de Viçosa, 2015. 384p.

CARVALHO, G. S.; SILVA, L. S. DA.; SILVA, L. B.; ALMEIDA, M. L. S.; PAVAM, B. E.; PERES, M. T. L. P. Mortalidade e comprometimento do desenvolvimento de *Zabrotes subfasciatus* Boh. (Coleoptera: Chrysomelidae), induzido pelo extrato de sagra d'água *Croton urucurana* Baill (Euphorbiaceae). **Comunicata Scientiae**, v.5, n.3, p.331-338, 2014.

CASTRO, D. P.; CARDOSO, M. G.; MORAES, J. C.; SANTOS, N. M.; BALIZA D. P. Não-preferência de *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera:Noctuidae) por óleos essenciais de *Achillea millefolium* L. e *Thymus vulgaris* L. **Revista Brasileira Plantas Medicinai**s, v.8, n.4, p. 27-32, 2006.

COITINHO, R.L.B.C.; OLIVEIRA, J.V.; GONDIM JÚNIOR, M.G.C.; CÂMARA, C.A.G. Persistência de óleos essenciais em milho armazenado, submetido à infestação de gorgulho do milho. **Ciência Rural**, v.40, n.7, p.1492-14-96, 2010

COSTA, A. R. T.; AMARAL, M. F. Z. J.; MARTINS, P. M.; PAULA, J. A. M.; FIUZA, T. S.; TRESVENZOL, L. M. F.; BARA, M. T. F. Action of *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & LM Perry essential oil on the hyphae of some phytopathogenic fungi. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v.13, n.2, p. 240-245, 2011.

DE LA ROSA, L. A.; ALVAREZ-PARRILLA, E.; GONZALEZ-AGUILAR, G. A. **Fruit and vegetable phytochemicals: chemistry, nutritional value and stability**. 1.ed., v.1, Wiley-Blackwell, 2010. 382p.

ECONOMOU, K. D.; OREOPOULOU, V.; THOMOPOULOS, C. D. Antioxidant activity of some plant extracts of the family Labiatae. **Journal oh the American Oil Chemistry Society**, v.68, n.2, p. 109-113, 1991.

EL-NAHAL, A.K.M.; SCHMIDT, G. H.; RISHA, E. M. Vapour of *Acorus calamus* oil a space treatment for stored-product insects. **Journal of Stored Products Research**, v.35, n.3, p.211-216, 1989.

ESTRELA, J. L. V. FAZOLIN, M.; CATANI, V.; ALECIO, M. R.; LIMA, M. S. Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.41, n.2, p. 217-222, 2006.

FARAG, R. S.; ABD-EL-AZIZ, O.; ABD-EL-MOEIN, N. M.; MOHAMED, S. M. Insecticidal activity of thyme and clove essential oils and their basic compounds on cotton leal worn (*Spodoptera littoralis*). Bulletn of Faculty of Agriculture, University of Cairo, v.45, n.1, p. 207-230, 1994.

FARONI, L. R. A.; MOLIN, A.; ANDRADE, L.; EDNILTON TAVARES DE, C.; ERICO, G. Utilização de produtos naturais no controle de *Acanthoscelides obtectus* em feijão armazenado. **Revista Brasileira de Armazenamento**, v.20, n.1-2, p. 44-48, 1995.

FINNEY, D. J. **Probit analysis**. 3.ed. London: Cambridge Press, 1971. 338p.

GALLO, D.; NAKANO, O.; SILVEIRA NETO, S.; BAPTISTA, G. C.; BERTI FILHO, E.; PARRA, J. R. P.; ZUCCHI, R. A.; ALVES, S. B.; VENDRAMIM, J. D.; MARCHINI, L. C.; LOPES, J. R. S.; OMOTO, S. **Entomologia Agrícola**. Piracicaba: FEALQ, 2002. 920p.

GRAÇA CARDOSO, M.; SANTOS, L. G. M. DOS.; LIMA, R. K. DE.; SOUSA, P. E.; ANDRADE, M. A. Avaliação do potencial fungitóxico do óleo essencial de *Syzygium aromaticum* (L.) MERR & PERRY (CRAVO-DA-ÍNDIA). **Tecnologia**, v.11, n.1, p. 11-14, 2007.

GOLOB, P. Current status and future perspectives for inert dusts for control of stored product insects. **Journal of Economics Entomology**, 90, p.69-79, 1997.

HO, S. H.; MA, Y.; HUANG, Y. Anethole, a potential insecticide from *Illicium verum* Hook f., against two stored product insects. **International Pest Control**, n.39, p.50-51, 1997.

IBGE. **DPE/COAGRO: Levantamento Sistemático da Produção Agrícola**. LSPA, 2014. 26p.

ISMAN, M. B. Plant essential oil for pest and disease management. **Crop protection**, v.19, p.603-608, 2000.

ISMAN, M. B. Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and increasingly regulated world. **Annual Review of Entomology**, v.51, p. 45-66, 2006.

JAKIEMU, E. A. R. **Uma contribuição ao estudo do óleo essencial e do extrato de tomilho (*Thymus vulgaris* L.)**. 2008. 89f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de alimentos) – Universidade Federal de Paraná, Curitiba.

JAIROCE, C. F.; C. F.; TEXEIRA, C. M NUNES, A. M.; HOLDEFER, D. R.; KRÜGER, A. P.; GARCIA, F. R. M. Efficiency of inert mineral dusts in the control of corn weevil. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.20, n.2, p.158–162, 2016 a.

JAIROCE, C. F.; TEXEIRA, C. M.; NUNES, C. F. P.; NUNES, A. M.; PEREIRA, C. M. P.; GARCIA, F. R. M. Insecticide activity of clove essential oil on bean

weevil and maize weevil. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.20, n.1, p.72–77, 2016b.

KARABÖRKLÜ, S.; AYVAZ, A.; YILMAZ, S. Bioactivities of different essential oils against the adults of two stored product insects. **Pakistan Journal of Zoology**, v.42, p.679-686, 2010.

KORUNİC, Z. Review diatomaceous earths, a group of natural insecticides. **Journal of Stored Products Research**, v. 34, n. 2/3, p. 87-97, 1998.

KORUNİC, Z. Diatomaceous Earths – Natural Insecticides, **Pesticides & Phytomedicine**, v.28, n.2, p. 77–95, 2013.

KORUNIC, Z.; FIELDS, P. G.; KOVAES, M. I. P.; NOLL, J. S.; LUKOW, O.; DEMIANYK, C. J.; SHIBLEY, K. J. The effect of diatomaceous earth on grain quality. **Postharvest Biology**, v.9, p. 373-387, 1996.

KO KO.; JUNTARAJUMNONG, W.; CHANDRAPATYA, A. Repellency, fumigant and contact toxicities of *Melaleuca cajuputi* Powell against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* Herbst. Thai **Journal of Agricultural Science**, v.42, n.1, p. 27-33 2009.

LEVENE, V. C.; NHAWZIMO, A. M.; CRAVO, J. **Censo Agropecuário CAP 2009-2010: Resultados preliminares – Moçambique**. Maputo: Moçambique, 2011, 125p.

LI, W. Q.; JIANG, C. H.; CHU, S. S.; ZUO, M. X.; LIU, Z. L. Chemical composition and toxicity against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum* of the essential oil of *murraya exotica* aerial parts. **Molecules**, v.15, p.5831-5839, 2010.

LIU, Z. L.; CHU, S. S.; JIANG, G. H. Insecticidal Activity and Composition of Essential Oil of *Ostericum sieboldii* (Apiaceae) Against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum*. **Records of Natural Products**, v.5, n.2, p. 74-81, 2011.

LIMA JÚNIOR, A. F. OLIVEIRA, I. P. DE.; ROSA, S. R. A. DA.; SILVA, A. J. DA.; MORAIS, M. M. DE. Controle de pragas de grãos armazenados: uso e aplicação de fosfetos. **Revista Faculdade Montes Belos**, v.5, n.4, p.180-194, 2012.

LIMA, A.F.; RACCA, F.F. Pragas e praguicidas: **Aspectos legais toxicológicos e recomendações técnicas**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 1987. 123p.

LORINI, I. **Controle integrado de pragas de grãos armazenados**. Passo Fundo: EMBRAPA-CNPQ, 1998. 52p.

LORINI, I.; FERREIRA, A. F.; BARBIERI, I.; DEMAMAN, N. A.; MARTINS, R. R. D.; OSVALDIR. Terra de diatomáceas como alternativa no controle de pragas de milho armazenado em propriedade familiar. **Agroecologia Desenvolvimento Rural Sustentável**, v.2, n.4, p. 32-36, 2001.

LORINI, I. **Manejo Integrado de pragas de grãos de cereais armazenados**. 2. ed. Passo Fundo: EMBRAPA Trigo, 2008. 72p.

LORINI, I.; KRZYZANOWSKI, F. C.; FRANÇA-NETO, J. B.; HENNING, A. A. Principais pragas e métodos de controle em sementes durante o armazenamento. **Informativo ABRATES** v.19, n.01, p. 21-28, 2009.

LORINI, I.; KRZYZANOWSKI, F. C.; FRANÇA-NETO, J. B.; HENNING, A. A. Principais pragas e métodos de controle em sementes durante o *Rhyzopertha dominica* armazenamento - série sementes. **Circular técnica 73**, Londrina, 2010.

LORINI, I.; KRZYZANOWSKI, F. C.; FRANÇA-NETO, J. B.; HENNING, A. A.; HENNING, F. A. **Manejo Integrado de Pragas de Grãos e Sementes Armazenadas**. 1ª ed. Embrapa Brasília, Distrito Federal, 2015. 81p.

LUIZ, F. J. F. **Caracterização morfológica e molecular de acessos de pimenta (*Capsicum chinense* Jacq.)**. 2007. 70f. Tese (Doutorado em produção Vegetal) – Universidade Estadual Paulista Jaboticabal.

MARIANO, F. D.; SANTOS, S.; SANTOS, F. F. Utilização de terra de diatomácea como alternativa no controle de insetos em grãos de trigo armazenado. **Revista Analytica**, v.3, n.24, p. 60-64, 2006.

MARTINS, T. Z.; OLIVEIRA, N. C. DE. Controle de *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) no milho pipoca (*Zea mays*) tratado com terra de diatomácea. **Revista Campo Digital**, v.1, n.2, p.79-85, 2008.

MAZZONETTO, F.; VENDRAMIM, J. D. Efeito de pós de origem vegetal sobre *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Bruchidae) em feijão armazenado. **Neotropical Entomology**, v.32, p.145-149, 2003.

MAZZAFERA, P. Efeito alelopático do extrato alcoólico do cravo-da-índia e eugenol. **Revista Brasileira de Botânica**, v.26, n.2, p.231-238, 2003.

MELO, B. A. de.; OLIVEIRA, S. R. DE.; LEITE, D. T.; BARRETO, C. F.; SILVA, H. S. Inseticidas botânicos no controle de pragas de produtos armazenados. **Revista Verde**, v.6, n.4, p.1-10, 2011.

MELLO, M. B.; BOTREL, P. P.; TEXEIRA, I. R. V.; FIGUEIREDO, F. C.; PINTO, J. E. B. P.; BERTOLUCCI, S. K. V. Atividade inseticida do óleo essencial de *Hyptis marrubioides* no controle de *Zabrotes subfasciatus* (Coleoptera, Chrysomelidae, Bruchinae). **Revista Agrogeoambiental**, v.6, n.1, p.79-86, 2014.

MORAIS, S.M. L.; CAVALCANTI, E. S. B.; BERTINI, L. M.; OLIVEIRA, C. L. L.; RODRIGUES, J. R. B.; CARDOSO, J. H. L. Larvacidal activity of essential oils from Brazilian *Croton* species against *Aedes aegypti*. **Journal of the American mosquito Control Association**, v.22, n.1, p. 161-164, 2006.

MORAIS, M. B.; CRESPO, F. L. S.; DOS SANTOS, V. B.; FERRAZ, F. B.; SILVA, D. A. Uso de terra diatomácea como controle alternativo do *Oryzaephilus surinamensis* em milho armazenado. **Diversa**, v.2, n.3, 2009.

NEVES, I. A.; CAMARA, C. A. G. Volatile Constituents of Two *Croton* Species from Caatinga Biome of Pernambuco-Brazil. **Records of Natural Products-research Gate**, v.6, n.2, p. 161-165, 2011.

OLIVEIRA, R. A.; REIS, T.V.; DO SACRAMENTO, C. K.; DUARTE, L. P.; OLIVEIRA, F. F. Constituintes químicos voláteis de especiarias ricas em eugenol. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v.19, n.3, p.771-775, 2009.

PACHECO, I. A.; DE PAULA, D. C. **Insetos de grãos armazenados: identificação e biologia**. Campinas: Fundação Cargill, 1995. 228p.

PAIXÃO, M. F.; AHRENS, D.C.; BIANCO, R.; OHLSON, O. C.; SKORA NETO, F., SILVA, F. A.; CAIEIRO, J. T.; NAZARENO, N. R. X. Controle alternativo do gorgulho-do-milho, *Sitophilus zeamais*, em milho armazenado com subprodutos de xisto, no Paraná, Brasil. **Revista Brasileira de Agroecologia**, v.4, n.2, p. 67-75, 2009.

PARANHOS, B. A. J.; CUSTÓDIO, C. C.; MACHADO NETO, N. B., RODRIGUES, A. S. Extrato de neem e cravo da Índia no controle de *Zabrotes subfasciatus* (Boheman) (Coleoptera: Bruchidae) em sementes de feijão armazenado. **Colloquium Agrariae**, v.1, n.1, p.1-7, 2006.

PAULIQUEVIS, C. F.; FAVERO, S. Atividade inseticida de óleo essencial de *Pothomorphe umbellata* sobre *Sitophilus zeamais*. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.19, n.12, p. 1192-1196, 2015.

PEREIRA, P. R. V. S. Principais insetos que atacam grãos armazenados. In: SIMPÓSIO DE PROTEÇÃO DE GRÃOS ARMAZENADOS, 1993, Passo Fundo, RS. **Anais...** Passo Fundo: Embrapa-CNPT, 1993. p.104-116.

PESKE, S. T.; ROSENTHAL, M. D.; ROTA, G. R. M. **Fundamentos Científicos e Tecnológicos**. Editora Rua, Pelotas, 2003. 415p.

PINTO JÚNIOR, A. R.; LAZZARI, F. A.; LAZZARI, S. M. N. Controle de *Acanthoscelides obtectus* (Coleoptera: Bruchidae) com diferentes doses de terra diatomácea (dióxido de sílica). **Revista Acadêmica: ciências agrárias e ambientais**. Curitiba, v.3, n.1, p.75-79, 2005.

PORTO, M. F.; SOARES, W. L. Modelo de desenvolvimento, agrotóxicos e saúde: um panorama da realidade agrícola brasileira e proposta para uma agenda de pesquisa inovadora. **Revista Brasileira de Saúde Ocupacional**, São Paulo, v.37, p.17-50, 2012.

QUINTELA, E. D. **Manual de identificação dos insetos e outras invertebradas pragas do feijoeiro**. Documentos 142. Santo Antônio de Goiás: Embrapa Arroz e Feijão, 2002. 51p.

QUINTELA, E. D.; BARBOSA, F. R. Manejo de pragas. In: **FEIJÃO do plantio à colheita**. 1. Ed. Editora Universidade Federal de Viçosa, 2015. p. 242-299.

RAINA, V.K.; SRIVASTAVA, S.K.; AGGARWAL, K.K.; SYAMASUNDAR, K.V.; KUMAR, S. Essential oil composition of *Syzygium aromaticum* leaf from Little Andaman, India. **Flavour and fragrance journal**, v.16, n.5, p.334-336, 2001.

RESTELLO, R. M.; MENEGATT, C.; MOSSI, A. J. Efeito do óleo essencial de *Tagetes patula* L. (Asteraceae) sobre *Sitophilus zeamais* Motschulsky

(Coleoptera, Curculionidae). **Revista Brasileira de Entomologia**, v.53, n.2, p.304–307, 2009.

ROCHA, R. P. DA.; MELO, E. C.; BARBOSA, L. C. A.; CORBÍN, J. B.; BERBET, P. A. Influência do processo de secagem sobre os principais componentes químicos do óleo essencial de tomilho. **Revista Ceres**, v.59, n.5, p.731-737, 2012.

ROEL, A. R. Utilização de plantas com propriedades inseticidas: uma contribuição para o desenvolvimento rural sustentável. **Revista Internacional de Desenvolvimento**, v.1, p.43-50, 2001.

ROMERO, A. L.; SPECIANS, V.; OLIVEIRA, R. C. DE.; DINIZ, S. P. S. S. Atividade do óleo essencial de tomilho (*Thymus vulgaris* L.) Contra Fungos Fitopatogênicos. **Ciências. Biológicas e Saúde**, v.11, n.4, p.15-18, 2009.

RUPP, M. M. M.; CRUZ, M. E. Da S.; SOUZA JUNIOR, S. P. de; FERREIRA, G. da S. S.; FERREIRA, R. B. Efeito inseticida da terra diatomácea em cevada armazenada. **Revista Brasileira de Agroecologia**, v.2, n.2, p.1135-1139, 2007.

SACCHETTI G.; SILVIA MAIETTI, S.; MUZZOLI, M.V.; SCAGLIANTI, M.; MANFREDINI, S.; RADICE, M.; BRUNI R. Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. **Food Chemistry**, v.91, p.621–632, 2005.

SANTOS, M. R. A. DOS; LIMA, R. A.; SILVA, A. G.; FERNANDES, C. de F.; LIMA, D. K. S.; SALLET, L. A. P.; TEIXEIRA, C. A. D.; FACUNDO, V. A. **Atividade inseticida do óleo essencial de Schinus terebinthifolius Raddi sobre *Acanthoscelides obtectus* Say e *Zabrotes subfasciatus* Boheman.** Boletim de pesquisa e desenvolvimwento, 2007, 13p.

SARTORATTO, A.; MACHADO, A. L. M.; DELARMELINA, C.; FIGUEIRA, G. M.; DUARTE, M. C. T.; REHDER, V. L. G. Composition and antimicrobial activity of essential oils from aromatic plants used in Brazil. **Brazilian Journal of Microbiology**, v.35, n.4, p.275- 80, 2004

SAVARIS, M.; LAMPERT, S.; GARCÍA, F. R. M.; SABEDOT-BORDIN, S. M.; MOURA, N. F. de. Atividade inseticida de *Cunila angustifolia* sobre adultos de *Acanthoscelides obtectus* em laboratório. **Ciencia y Tecnología**, p.1-5, 2012.

SCARIOT, M. A.; FRANCISCO Junior, W. R.; RADÜNZ, L. L.; BARRO, J. P.; MOSSI, A. J. *Salvia officinalis* essential oil in bean weevil control. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v.46, n.2, p.177-182, 2016.

SCHERER, R.; WAGNER, R.; DUARTE, M. C. T.; GODOY, H. T. Composição e atividades antioxidante e antimicrobiana dos óleos essenciais de cravo-da-índia, citronela e palmarosa. **Revista brasileira plantas medicinais**, v.11, n.4, p.442-449, 2009.

SHAH, M. A.; KHAN, A. A. Use diatomaceous earth for the management of stored-product pests. **International Journal of Pest Management**, v.60, n.2, p.100-113, 2014.

SILVA, J. F. da.; MELO B. A. de.; PESSOA, E. B.; NETO, A. F.; LEITE, D. T. Plant extracts for the control the bean weevil *Zabrotes subfaciatus* (Boheman 1833) (Coleoptera: Bruchidae). **Revista Green**, v.8, n.3, p.1-5, 2013.

SILVA, O. F. DA.; WANDER, A. E. **O feijão comum no Brasil, passado, presente e futuro**. 1ª Edição, Embrapa: Arroz e feijão, Santo Antônio de Goiás, 2013, 61p.

SILVA, D. F. G.; AHRENS, D. C.; PAIXAO, M. F.; SOKORANETO, F.; ROMEL, C. C.; COMIRAN, F.; NAZARENO, N. R. X.; COELHO, C. J. Tratamento de milho em grão e em espiga com pós-de-rocha e subprodutos do xisto no controle do gorgulho do milho *Sitophilus zeamais* Mots., 1855. **Revista Brasileira de Agroecologia**, v.7, n.3, p.143-151, 2012.

SMANIOTTO, L.; MOURA, N. F. de.; DENARDIN, R. B. N.; GARCIA, F. R. M. Bioatividade da *Cabralea canjerana* (Vell.) Mart. (Meliaceae) no controle de adultos de *Acanthoscelides obtectus* (Coleoptera, Bruchidae) em laboratório. **Biotemas**, v.23, p.31-35, 2010.

SOUSA, L. A. D. de; SOARES, S.F.; PIRES JÚNIOR, H. B.; FERRI, P. H.; BORGES, L. M. F. Avaliação da eficácia de extratos oleosos de frutos verdes e maduros de cinamomo (*Melia azedarach*) sobre *Rhipicephalus (Boophilus) microplus* (Acari: Ixodidae). **Revista Brasileira de Parasitologia Veterinária**, v.17, n.1, p.36-40, 2008.

TAPONDJOUA, L. A.; ADLERB, C.; BOUDAA, H.; FONTEM, D. A. Efficacy of powder and essential oil from *Chenopodium ambrosioides* leaves as post-harvest grain protectants against six-stored product Beetles. **Journal of Stored Products Research**, n.38, p.395–402, 2002.

TAVARES, M. A. G. C. **Biotividade da erva-de-santa-maria, *Chenopodium ambrosioides* L., sobre *Stophilus zeamais* Mots. (Col: Curculionidae).** 2002. 59f. Dissertação (Mestrado)- Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba.

TINKEU, L.; GOUDOUM, S. N.; NGASSOUM, A.; MAPONGMETSEM, M. B.; KOUNINKI, P. M.; HANCE, T. Persistence of the insecticidal activity of five essential oils on the maize weevil *Sitophilus zeamais* (Motsch.) (Coleoptera: Curculionidae). **Communications in Agricultural and Applied Biological Sciences**, v.69, n.3, p.145-147, 2004.

TRIPATHI, A. K.; UPADHYAY, S.; BHUIAN, M.; BHATTACHARYA, P. R. A review on prospects of essential oils as biopesticide in insect-pest management. **Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy**, v.1, p.52-63, 2009.

TSOUKATOU, M.; TSITSIMPIKOU, C.; VAGIAS, C.; ROUSSIS, V. Chemical intra-Mediterranean variation and insecticidal activity of *Crithmum maritimum*. **Zeitschrift fur Natuforschung**, v.56, n.3-4, p.211-215, 2001.

VARDAR-ÜNLÜ, G.; CANDAN, F.; SÖKMEN, A.; DAFERERA, D.; POLISSIOU, M.; SÖKMEN, M.; DÖNMEZ, E.; TEPE, B. Antimicrobial and antioxidant activity of essential oil and metanol extract of *Tymus pectinatus* Fish. et Mey. var. *pectinatus* (Lamiaceae). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.51, p.63-67, 2003.

VIEGAS JÚNIOR, C. Terpenos com atividade inseticida: uma alternativa para o controle químico de insetos. **Química Nova**, v.26, n. 3, p.390-400, 2003.