

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA AGRÍCOLA  
COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA

“ANÁLISE DA EFICÁCIA DE EXTRATOS VEGETAIS NO CONTROLE DA  
PRAGA *Sitophilus spp* EM GRÃOS ARMAZENADOS”

MARINÉVEA MEDEIROS DE OLIVEIRA

CAMPINA GRANDE / PB

DEZEMBRO / 1998

MARINÉVEA MEDEIROS DE OLIVEIRA

“ANÁLISE DA EFICÁCIA DE EXTRATOS VEGETAIS NO CONTROLE DA  
PRAGA *Sitophilus spp* EM GRÃOS ARMAZENADOS”

DISSERTAÇÃO APRESENTADA AO CURSO DE  
PÓS - GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA  
AGRÍCOLA DO CENTRO DE CIÊNCIAS E  
TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL  
DA PARAÍBA, EM CUMPRIMENTO ÀS  
EXIGÊNCIAS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE  
MESTRE.

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ARMAZENAMENTO E PROCESSAMENTO DE  
PRODUTOS AGRÍCOLAS

ORIENTADOR: Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. MARIA ELITA DUARTE BRAGA  
(UFPB/CCT/DEAG)

CO-ORIENTADOR: Prof. Dr. MARÇAL DE QUEIROZ PAULO  
(UFPB/CCEN/DQ)

CAMPINA GRANDE- PB

DEZEMBRO -1998



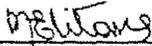
048a	<p>Oliveira, Marinévea Medeiros de. Análise da eficácia de extratos vegetais no controle da praga <i>Sitophilus</i> spp em grãos armazenados / Marinévea Medeiros de Oliveira. - Campina Grande, 1998. 87 f.</p> <p>Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) - Universidade Federal da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 1998. "Orientação : Profa. Dra. Maria Elita Duarte Braga, Prof. Dr. Marçal de Queiroz Paulo". Referências.</p> <p>1. Controle de Pragas. 2. Extratos Vegetais. 3. <i>Sitophilus</i> Spp. 4. Dissertação - Engenharia Agrícola. I. Braga, Maria Elita Duarte. II. Paulo, Marçal de Queiroz. III. Universidade Federal da Paraíba - Campina Grande (PB). IV. Título</p> <p style="text-align: right;">CDU 632.93(043)</p>
------	---

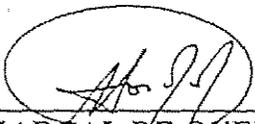
MARINÉVEA MEDEIROS DE OLIVEIRA

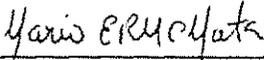
ANÁLISE DA EFICÁCIA DE EXTRATOS VEGETAIS NO CONTROLE DA  
PRAGA *Sitophilus spp*, EM GRÃOS ARMAZENADOS.

Dissertação aprovada em 04 de dezembro de 1998.

BANCA EXAMINADORA

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dra. MARIA ELITA DUARTE BRAGA - Orientadora  
DEAg / CCT / UFPB

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. MARÇAL DE QUEIROZ PAULO - Examinador  
CCEN / DQ / UFPB

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. MÁRIO EDUARDO R. M. CAVALCANTI MATA - Examinador  
DEAg / CCT / UFPB

CAMPINA GRANDE - PB  
DEZEMBRO - 1998

“ Ainda que eu falasse a língua dos homens  
e falasse a língua dos anjos,  
sem amor eu nada seria. (...)”

Renato Russo

A DEUS,

À MEUS PAIS: LUIZ DOS SANTOS OLIVEIRA (in memorian),

MARIANA MEDEIROS DE OLIVEIRA

E À TODA MINHA FAMÍLIA...

Dedico este trabalho.

## AGRADECIMENTOS

Ao **CNPq**, pela concessão da bolsa de estudo, sem a qual ficaria impossível o desenvolvimento deste trabalho.

A meu pai **LUIZ DOS SANTOS OLIVEIRA** (in memoriam), seus ensinamentos de vida me levam mais alto a cada dia. Sinto orgulho de ser sua filha.

A minha mãe **MARIANA MEDEIROS DE OLIVEIRA**. Abrir mão de minha presença perto da senhora, durante o decorrer deste curso foi muito difícil, além de uma grande prova de amor. Obrigado!

A **MARIA ELITA DUARTE BRAGA**, minha orientadora e amiga, meu agradecimento muito especial com muito carinho e respeito, a grande profissional e ser humano que mostrou-se no decorrer deste trabalho.

A **MARÇAL DE QUEIROZ PAULO**, seus estímulos me levaram de forma mais decisiva nos caminhos dos extratos. Com certeza não vou poder mais parar por aqui. Obrigada por tudo.

Ao coordenador do curso **PEDRO DANTAS FERNANDES**.

A todos os professores deste curso, em especial ao professor **MÁRIO EDUARDO R. M. CAVALCANTI MATA**. Continue assim...

A todas as amigas do curso em especial a **ANA COSTA GOLDFARB** e **ALESSANDRA ALMEIDA CASTRO**, pelo companheirismo e amizade no desenvolvimento deste trabalho, sem vocês esta etapa de minha vida não seria tão feliz. Obrigada.

A todos os meus **IRMÃOS** pelo apoio emocional e financeiro que me dedicaram. Amo muito vocês.

A **ANTÔNIO MARCOS MOREIRA** por desvendar estatisticamente os segredos das DL, tão importantes para este trabalho. **DOUGLAS PEREIRA DE MOURA**, pela assistência incondicional a mim dedicada.

A todas as pessoas que de uma forma ou de outra, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

## SUMÁRIO

	Páginas
LISTA DE FIGURAS, QUADROS E TABELAS.....	I
RESUMO.....	VII
ABSTRACT.....	IX
1- INTRODUÇÃO.....	01
2- OBJETIVOS.....	04
2.1 - Objetivo Geral.....	04
2.2 - Objetivos Específicos.....	04
3- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	05
3.1- Pragas de grãos armazenados.....	05
3.2- Controle de pragas.....	06
3.2.1- Controle alternativo.....	07
3.2.2- Controle convencional.....	10
3.3- As espécies botânicas e suas utilização em pesquisas.....	11
3.3.1- Pimenta do Reino.....	11
3.3.2- Laranja.....	12
3.3.3- Croton.....	13
3.4- Características fisiológicas de sementes.....	14

	Páginas
3.4.1- Germinação e vigor.....	15
4- MATERIAL E MÉTODOS.....	16
4.1- Inseto utilizado.....	16
4.2- Criação do inseto em laboratório.....	17
4.3- Material botânico.....	17
4.3.1- Extração.....	20
4.3.2- Obtenção dos extratos concentrados.....	20
4.3.3- Diluição dos extratos em três concentrações com álcool PA.....	21
4.3.4- Diluição dos extratos sólidos em cinco concentrações com álcool P.A. e água destilada numa proporção de 1:1.....	22
4.4- Análise e separação dos extratos em substâncias apolares, polares e aquo- sas.....	22
4.5- Cromatografia em camada delgada.....	24
4.6- Aplicação dos extratos.....	32
4.7- Determinação do teor de umidade do produto milho ( <i>Zea mays</i> ).....	32
4.8- Testes de germinação e vigor.....	33
4.2- Avaliação dos resultados.....	34
5- RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	35
5.1- Resultados.....	35
5.2.1- Primeira etapa: Tratamento com extratos diluídos em álcool P.A., em três concentrações.....	35
5.1.2- Segunda etapa: Mortalidade dos insetos tratados com extratos diluí- dos em álcool P.A. e água destilada, em cinco concentrações.....	39
5.1.3- Terceira etapa: Resultados da análise estatística da dose letal para 50% e 90% dos insetos tratados com extratos.....	43
5.1.4- Quarta etapa: Aplicação das partições apolares, polares e aquosas.....	44
5.1.5- Quinta etapa: Avaliação de índices de eclosão dos insetos.....	51

	Páginas
5.1.6- Sexta etapa: Análise da propriedade fisiológica do milho ( <i>Zea mays</i> ).....	54
6- CONCLUSÕES.....	59
7- INDICAÇÕES.....	61
8- BIBLIOGRAFIAS.....	62
19- ANEXOS.....	69

## LISTA DE FIGURAS, QUADROS E TABELAS

### FIGURAS

	Páginas
01 - Imagem do inseto praga <i>Sitophilus spp.</i> .....	16
02 - Espécie vegetal Pimenta do Reino ( <i>Piper nigrum</i> , L.).....	18
03 - Espécie vegetal, Laranja ( <i>Citrus vulgaris</i> , R.).....	18
04 - Espécie vegetal, Croton ( <i>Croton tiglium</i> ).....	19
05 - Rotavapor, a pressão reduzida.....	21
06 - Funil de separação dos extratos em substâncias apolares, polares e aquosas.....	24
07 - Cromatografia em camada delgada.....	25
08 - Primeiro teste das cromatografias de camada delgada da par- tição croton clorofórmio e pimenta clorofórmio, com o elu- ente clorofórmio e metanol.....	27
09 - Primeiro teste das cromatografias de camada delgada da par- tição croton n-hexano e pimenta n-hexano, com o eluente n- hexano e clorofórmio.....	28
10 - Segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton clorofórmio e pimenta clorofórmio, com o eluente Clorofórmio.....	30
11 - Segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton n-hexano e pimenta n-hexano, com o eluente Clorofórmio.....	31
12 - Mortalidade média de <i>Sitophilus spp.</i> , tratados com extratos de pimenta do reino, laranja e croton, diluídos em álcool P.A., em três concentrações.....	38
13 - Resultados de mortalidade de <i>Sitophilus spp.</i> , tratados com extratos de pimenta do reino, laranja e croton, diluídos em álcool P. A. e água destilada, em cinco concentrações.....	43

## FIGURAS

	Páginas
14 - Resultado médio de mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com as partições <b>apolar</b> (n-hexano), <b>polar</b> (clorofórmio) e <b>aquosa</b> de extratos de pimenta do reino e croton, diluídos em álcool P.A e água destilada, em duas concentrações.....	51
15 - Resultado médio de <b>eclosão</b> de ovos de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, diluídos em álcool P.A. e água destilada, duas concentrações.....	53
16 - Resultado médio da análise do <b>teor de umidade, germinação e vigor</b> em grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, diluídos em duas concentrações.....	58
17 - Resultado do primeiro teste das cromatografias de camada delgada da partição croton clorofórmio e pimenta clorofórmio, apresentando as substâncias migratórias (eluente clorofórmio e metanol).....	84
18 - Resultado do primeiro teste das cromatografias de camada delgada da partição croton n-hexano e pimenta n-hexano, apresentando as substâncias migratórias (eluente n-hexano e clorofórmio).....	85
19 - Resultado do segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton clorofórmio e pimenta clorofórmio, apresentando as substâncias migratórias (eluente clorofórmio).....	86
20 - Resultado do segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton n-hexano e pimenta n-hexano, apresentando as substâncias migratórias (eluente clorofórmio).....	87

## QUADROS

	Páginas
01 - Nome científico, nome vulgar, indicação e a parte estudada de cada espécie botânica.....	19
02 - Extrato de pimenta do reino diluídos em álcool P.A. e água destilada, em quatro concentrações.....	70
03 - Doses Letais obtidas através das interações entre as doses e as repetições do extrato de pimenta do reino.....	70
04 - Extrato de croton diluídos em álcool P.A. e água destilada, em quatro concentrações.....	77
05 - Doses Letais obtidas através das interações entre as doses e as repetições do extrato de croton.....	77

## TABELAS

	Páginas
01 - Análise de variância da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extrato de <b>pimenta do reino</b> diluídos em álcool P.A., em três concentrações.....	36
02 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extratos de <b>pimenta do reino</b> diluídos em álcool P.A., a diferentes concentrações.....	36
03 - Análise de variância da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extrato de <b>laranja</b> diluídos em álcool P.A., em três concentrações.....	37
04 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extratos de <b>laranja</b> diluídos em álcool P.A., a diferentes concentrações.....	37
05 - Análise de variância da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extrato de <b>croton</b> diluídos em álcool P.A., em três concentrações.....	38

## TABELAS

	Páginas
06 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extratos de <b>croton</b> , diluídos em álcool P.A., a diferentes concentrações.....	38
07 - Análise de variância de mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extrato de <b>pimenta do reino</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em cinco concentrações.....	39
08 - Valore médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extrato de <b>pimenta do reino</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, a diferentes concentrações.....	40
09 - Análise de variância da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extrato de <b>laranja</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em três concentrações.....	41
10 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extratos de <b>laranja</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, a diferentes concentrações.....	41
11 - Análise de variância de mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> . tratados com extrato de <b>croton</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em cinco concentrações.....	42
12 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com extratos de <b>croton</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, a diferentes concentrações.....	42
13 - Análise de variância dos resultados da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>pimenta n-hexânica</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações.....	45
14 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>pimenta n-hexânica</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada.....	45

## TABELAS

	Páginas
15 - Análise de variância dos resultados da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>pimenta clorofórmico</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações.....	46
16 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>pimenta clorofórmico</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada.....	46
17 - Análise de variância dos resultados da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>pimenta aquosa</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações.....	47
18 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>pimenta aquosa</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada.....	47
19 - Análise de variância dos resultados da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>croton n-hexânico</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações.....	48
20 - Valore médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>croton n-hexânico</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada.....	49
21 - Análise de variância dos resultados de mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>croton clorofórmico</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações.....	49
22 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>croton clorofórmico</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada.....	49

## TABELAS

	Páginas
23 - Análise de variância dos resultados da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>croton aquosa</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações.....	50
24 - Valores médios da mortalidade de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com a partição de extrato <b>croton aquosa</b> , diluídos em álcool P.A. e água destilada.....	50
25 - Análise de variância dos resultados da <b>eclosão</b> de ovos de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio.....	52
26 - Valores médios de <b>eclosão</b> de ovos de <i>Sitophilus spp</i> , tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações.....	53
27 - Análise de variância dos resultados de <b>teor de umidade</b> de grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações.....	54
28 - Valores médios de <b>teor de umidade</b> de grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio em duas concentrações.....	55
29 - Análise de variância dos resultados de <b>germinação</b> de grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações.....	56
30 - Valores médios de <b>germinação</b> grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações...	56

## TABELAS

	Páginas
31 - Análise de variância dos resultados da análise de vigor em grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações.....	57
32 - Valores médios de vigor grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações.....	58

## RESUMO

Com o aumento da população no decorrer da evolução humana, o homem teve que eliminar inúmeros ecossistemas para aumentar a produção de alimentos, atitude esta que ele toma até hoje. Este desequilíbrio ecológico culminou com mudanças de comportamento em alguns insetos, fazendo com que passassem a se comportar como pragas, causando grandes prejuízos econômicos ao homem. Após o desenvolvimento e utilização, em grande escala de inseticidas para controle destas pragas, o homem percebeu que estes apresentavam danos aos ecossistemas onde eram aplicados e, resíduos tóxicos que afetavam também o homem. Este trabalho teve como objetivo a identificação de princípios ativos de extratos vegetais para o controle do inseto praga *Sitophilus spp.* A metodologia utilizada foi a extração a frio, para obtenção de extratos e divididos em substâncias polares, apolares e aquosos em várias concentrações. A aplicação dos extratos foi realizada com o método do "Vapor". As espécies utilizadas para extração foram croton, laranja e pimenta do reino. Foi realizada a primeira etapa da cromatografia e a análise das propriedades fisiológicas do produto testado. Os resultados indicaram que os extratos de pimenta e croton apresentaram índices significativos de mortalidade de insetos. O extrato de laranja quando aplicado em diferentes concentrações não indicou mortalidade significativa e a eclosão de ovo foi controlado parcialmente. O Teor de umidade, germinação e vigor do milho não foram alterados após a aplicação dos extratos nos seus respectivos tratamentos. A  $DL_{50}$  e a  $DL_{90}$  do extrato de croton foram 425,8ppm (mg/ L) e 796,26ppm (mg/ L), respectivamente. Enquanto que o extrato de pimenta do reino apresentou uma  $DL_{50}$  de 446,0ppm(mg/ L) e  $DL_{90}$  de 769,6ppm (mg/ L). Concluímos com este trabalho que os extratos de pimenta do reino e de croton indicaram alta toxicidade frente ao controle alternativo do inseto praga *Sitophilus spp.* O extrato de laranja, quando separado e testado em partições, não apresentou efeito inseticida. A aplicação dos extratos diretamente no milho não alterou sua qualidade fisiológica para os parâmetros utilizados.

## ABSTRACT

With the increasing of population along the human evolution, man has had to eliminate countless ecosystems to increase food production, and this has been done up to today. This down of ecological balance has bought some changes on insects' behavior have been developed and used greatly to keep control on these plagues, man has realized that this came to cause harms to ecosystems where used, and chemicals have affected man as well. The aim of this work is identification of active principles of vegetable extracts to control the plague insect *Sitophilus spp.* The methodology in use was cold extraction to obtain extracts and the division into polar, non-polar and waterish substances in several concentrations. The extraction application has been done by the "steam" method. The species used for extraction were croton, orange and pepper. The first part of chromatography and the analysis of physiological proprieties were made with the tested product. Results indicated that extracts of croton and pepper presented remarkable signs of insect mortality. The orange extract used in different concentrations didn't indicate remarkable mortality and the egg eclosion was controled parcially. The wet meaning, germination and atrenght of the corn weren't changed after extract application in its respective treatment. The  $DL_{50}$  and the  $DL_{90}$  of croton extract were 425,8 ppm ( mg / L ) and 796,26 ppm ( mg / L ), respectively. Meanwhile, the pepper extract presened a  $DL_{50}$  of 425,8 ppm ( mg / L ) and  $DL_{90}$  of 796,26 ppm ( mg / L ). With this work, we've come in to the conclusion that extracts of red pepper and croton indicate high toxin related to the alternative control of plague insect *Sitophilus spp.* The orange ectract, when separated and tested in shares, hasn't presented and pesticide affect. The application of extracts directly from corn hasn't changed its physiological quality to the used parameters.

## 1 - INTRODUÇÃO

O homem, no inevitável processo evolutivo, caminhou de forma paralela ao avanço tecnológico e ao processo autodestrutivo. A tecnologia permitiu que o homem realizasse os impactos ambientais que culminaram com o aparecimento de insetos pragas. Posteriormente, o desenvolvimento de inseticidas de origem química controlou temporariamente as pragas, mas em contrapartida promoveu inúmeros danos ambientais, sendo o próprio homem um dos mais afetados pelas conseqüências do uso indiscriminado destes inseticidas. O ser humano, utilizando a racionalidade a seu favor e, com o auxílio da alta tecnologia, procura atualmente no meio ambiente, formas menos nocivas de solucionar os problemas atuais criados pelo processo evolutivo. Entre elas está a utilização de princípios ativos vegetais para usos diversos na produção industrial e alimentícia da nossa sociedade atual.

Desde que o homem iniciou um processo de influência sobre a natureza (qualquer ecossistema em que este resolvesse se fixar), desencadeou-se uma série de modificações que até hoje podem ser considerados o mais sério impacto que o ambiente sofreu e permanece sofrendo. O elemento humano, enquanto ser natural, vivendo praticamente isolado (primata, nômade) de qualquer ação comunitária não dispunha de muitas condições que lhe permitissem uma ação mais acentuada em seu habitat, uma vez que sua disponibilidade tecnológica era mínima (CRUZ, 1978).

Com o passar dos anos, o homem teve que intensificar a produção de alimentos, e com um manejo errado da agricultura, provocou uma seqüência de desequilíbrios na natureza. Deu-se início então a um processo de desequilíbrio ecológico que culminou com o desenvolvimento de insetos que passaram a ser considerados pragas. Quando o homem contabilizou os prejuízos, lançou mão de inseticidas de origem química, sem maior controle, provocando danos decorrentes do desaparecimento de insetos que promovia, naturalmente, o controle populacional de outros. A partir do cultivo e posterior armazenamento dos alimentos, alguns insetos que foram retirados de seu ecossistema natural, através da nova oferta de alimentos em abundância, aperfeiçoaram seu potencial biótico, em função desta nova disponibilidade de alimentos.

Após estudos e pesquisas sobre armazenamentos de grãos, MERCH (1976) concluiu que, como medida de prevenção, urge a necessidade da proteção contra as pragas que causam danos à produção agro-industrial, necessitando controlar os insetos que atacam os produtos ensacados ou a granel, minimizando assim as perdas advindas do surgimento de insetos pragas de grãos armazenados.

Os inseticidas ideais seriam aqueles que atendessem inteiramente aos seguintes requisitos: ser inócuo ao homem; ser inócuo aos animais domésticos; ser tóxico aos insetos pragas; ser de fácil aplicação; ter estabilidade química, não ser fitotóxico e ser viável economicamente (BASTOS, 1985).

Atualmente, vem crescendo o número de pesquisas aplicadas ao controle de insetos pragas e de inseticidas não nocivos ao ecossistema no qual ele seja aplicado. Na região nordeste, a cultura do milho (*Zea mays*) é de grande importância para a comercialização e como cultura de subsistência. A EMBRAPA lançou no mercado uma variedade de milho denominada BR 157, própria para culturas de subsistência visto que esta variedade é resistente e obtém bom rendimento, mesmo sem uso de insumos. Esta variedade pode atingir o dobro produtividade da média nacional e foi desenvolvida em conjunto com comunidades de assentados (PAIVA, 1998).

Em nossos trabalhos, a mortalidade, apresentada por três extratos vegetais selecionados, foi provocada pelo conjunto de substâncias carregadas pelo solvente orgânico biosintetizada pelo vegetal. Nestes trabalhos os extratos e substâncias foram testadas separadamente para determinarmos o princípio ativo de cada extrato e o quanto provoca de mortalidade sobre *Sitophilus spp.*

Estes princípios ativos (presentes nos extratos) foram aplicados em grãos infestados (milho) e em seguida armazenado para avaliação da sua propriedade fisiológica em consequência da toxicidade destas substâncias. Os testes de germinação, vigor e teor de umidade do produto foram realizados antes da aplicação dos extratos e depois de 40 dias de armazenamento deste produto. Outro fator importante na análise de um princípio ativo, esta relacionada com a dose letal média ( $DL_{50}$ ) das concentrações testadas neste trabalho.

Existem muitos trabalhos sendo realizados visando a elaboração de inseticidas alternativos. OLIVEIRA *et al.* (1995), através de testes laboratoriais, comprovaram que o extrato derivado da espécie vegetal *Camelia sinensis*, apresenta toxicidade ao inseto *Sitophilus zeamays*, quando aplicado diretamente.

Vários trabalhos de avaliação já foram realizados sobre o efeito de diversos extratos e de substâncias isoladas de plantas, com relação à atividade frente às pragas de sistemas agrícolas, tais como supressão e deterrência, inseticida, nematocida e atividade viral entre outras (KOUL, 1982).

SILVA (1990), testando extratos vegetais em aplicação tópica sobre adultos de *Ceratitis capitata* Wied. (Diptera: Tephridae), constatou que o extrato clorofórmico de *Pchyrizus tuberosus* apresentou uma Dose letal de 50% (DL<sub>50</sub>), próxima daquela obtida para a substância a rotenona.

Inúmeros princípios ativos de espécies vegetais estudados já estão no comércio de agroquímicos do Brasil. Um exemplo é o inseticida Decis utilizado em larga escala, para controle de pragas como a broca-pequena (*Neoleucinodes elegantalis*), vaquinha-verde (*Diabrotica speciosa*) entre outras, sendo indicada para cultura do pimentão. Este inseticida é derivado do ácido crisântemo, encontrado nas flores dos crisântemos BARRETO (1998).

Ainda com base nos problemas ressaltados, resolveu-se dar continuidade nas pesquisas na determinação dos princípios ativos presentes nos extratos vegetais, no sentido de desenvolver um inseticida alternativo. Os extratos escolhidos para serem analisados quimicamente neste trabalho são derivados das seguintes espécies vegetais: croton, laranja e pimenta do reino, estudadas preliminarmente por GOLDFARB (1997).

## 2 - OBJETIVOS

### 2.1 - Objetivos Geral

Este trabalho teve como objetivo complementar as avaliações das propriedades inseticidas de extratos vegetais hidroalcoólicos de três plantas cultivadas da Região Nordeste do Brasil: *Croton tiglium* (croton), *Citrus vulgaris* (laranja) e *Piper nigrum* (pimenta do reino), que já tiveram propriedades inseticidas comprovadas frente ao inseto *Sitophilus spp*, conhecido vulgarmente como gorgulho, praga de cereais entre os quais o milho (*Zea mays* L.).

### 2.2 - Objetivos Específicos:

- 1- Extração do material botânico previamente selecionado;
- 2- Avaliação das concentrações, dos extratos evaporados em rotavapor;
- 3- Determinação das doses letais ( $DL_{50}$  e  $DL_{90}$ ), para os extratos das espécies botânicas que apresentou toxicidade frente ao *Sitophilus spp*;
- 4- Obtenção de partições com os solventes orgânicos: n-hexano e clorofórmio, e água destilada;
- 5- Avaliação do potencial inseticida através da aplicação dos extratos nos insetos pragas e dos constituintes dos extratos, através dos seus fracionamentos por ponticionamento líquido-líquido;
- 6- Análises das substâncias que compõem cada extrato, através de cromatografia em camada delgada (CCD);
- 7- Testes sobre efeito da germinação, vigor e do teor de umidade do produto (milho) armazenado após aplicação dos extratos.

### 3 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

#### 3.1 - Pragas de grãos armazenados

Neste final de século, o aproveitamento dos recursos naturais adquiriu valor estratégico para governos e instituições privadas. Como resultado desse fenômeno, o trabalho de preservação e estudo de espécies vegetais merece hoje atenção especial dos países em desenvolvimento e do chamado primeiro mundo. Nas últimas décadas, diversas plantas utilizadas na medicina popular vêm despertando o interesse dos pesquisadores, e só nos últimos anos tais pesquisas foram direcionadas para diversas áreas a exemplo do uso de extratos vegetais no controle alternativo de pragas, PLANTAS (1996).

Dentre os insetos que atacam grãos armazenados, o *Sitophilus spp*, conhecido vulgarmente como “gorgulho”, se destaca por infestar grãos armazenados, provocando perdas parcial ou total nas colheitas e, dependendo do grau de infestação do produto, os prejuízos consideravelmente altos. Dessa forma, esses insetos representam um problema entomológico importante, por apresentar características como alto potencial biótico, infestação cruzada, polifagia e alta capacidade de adaptação.

Os insetos *Sitophilus spp* apresentam metamorfose completa com quatro estágios bem distintos: 1) ovo, que é posto dentro ou na superfície dos grãos; 2) larva, que se alimenta intensamente e se desenvolve; 3) pupa, que permanece em estado de repouso e, finalmente, 4) a forma adulta do indivíduo (SCAICO *et al.*, 1984).

Qualquer ambiente de produção, manipulação ou de armazenamento está sujeito aos ataques de pragas. Devido a esses fatores, cada vez mais, são importante para o comércio, de grãos os procedimentos que envolvem higiene, segurança e qualidade, incorporadas ao produto. Assim, o controle de pragas é de fundamental importância para que o armazenamento ocorra de forma efetiva.

A presença de qualquer infestante e sua proliferação estão diretamente ligadas a fatores encontrados nas diferentes áreas, que são os abrigos necessários para sua manutenção e preservação decorrentes das facilidades de entrada e permanência em silos

que estes locais oferecem. Dessa forma, sem acompanhamento e critério técnico na condução dos trabalhos de armazenamento, nada adianta a utilização de sistemas, mecanismos ou ainda produtos usados isoladamente para o controle de pragas. (INSETCENTER, 1997).

Segundo ROSSETO (1967), os primeiros registros de coleópteros em armazenamento foram em 1959, formados pelo complexo por duas espécies; *Sitophilus oryzae* L. e *Sitophilus zeamays*. No estado de São Paulo foi detectado o aparecimento destas pragas em 169 municípios. Os carunchos eram dissecados, examinados e classificados e, como resultado deste trabalho, o autor concluiu que o *Sitophilus zeamays* é o mais populoso, distribuído de forma uniforme por todo o Estado. Quanto ao complexo acima citado, esses insetos infestam diferentes grãos, apesar de apresentarem polifagia.

No processo normal de desenvolvimento do inseto *Sitophilus zeamays*, a fêmea faz um orifício no grão com suas peças bucais, onde deposita um só ovo de cada vez, fechando-o com uma substância gelatinosa. Dos ovos eclodem pequenas larvas, que se transformam em pupas e, posteriormente, em estágio de adultos, saem dos grãos. Cada fêmea pode pôr até 150 ovos durante a sua vida, e o ciclo evolutivo, da postura até o adulto, pode se completar de 4 a 5 semanas (MARANHÃO, 1977).

### 3.2 - Controle de pragas

Os danos e prejuízos causados pelos insetos em grãos armazenados podem ser equivalentes àqueles infligidos às culturas no campo. Segundo SCAICO *et al.* (1984), estimativas de danos e perdas causadas pelo ataque aos grãos armazenados atingem 5 a 10% da produção mundial, o que equivale à quantidade de grãos necessários para alimentar 130 milhões de pessoas anualmente. O controle efetivo dessas pragas é portanto, extremamente importante para a melhoria das condições econômicas da nossa sociedade.

Essas estimativas dizem respeito somente ao ataque de insetos ao embrião e ao endosperma, os quais constituem um dos aspectos dos prejuízos, desconsiderando, por exemplo, a perda de peso e do poder germinativo, que prejudica qualquer semente

destinada ao plantio, pois estas não produzem o esperado, ocorrendo desvalorização do produto. Sob o aspecto dos grãos ocorre a poluição de sua massa provocando menor valor dos produtos quando chegam ao mercado, este fato, pode ocasionar ainda a disseminação dos fungos na massa dos grãos causando grandes prejuízos ainda maiores.

### 3.2.1 - Controle alternativo

O mundo das plantas medicinais mobiliza hoje milhares de engenheiros agrícolas, biólogos, químicos e médicos de todos os continentes, (CARVALHO, 1996). Para os cientistas, as plantas representam duros desafios. Esforços e dedicação são gastos em pesquisas para identificar princípios ativos e propriedades curativas e ou inseticidas de plantas que possam auxiliar na saúde do homem ou prover o controle alternativo de pragas.

Como alternativa ao controle, HONÓRIO (1996) indica a hidroponia e através de pesquisas, concluiu que o uso de agrotóxico não é totalmente eliminado nessa forma de cultivo, mas é bastante reduzido no cultivo em estufa. É possível que doenças ou pragas apareçam, mas com o monitoramento da umidade, temperatura e antecipação da colheita em quase 50%, em algumas culturas, é possível um controle mais eficaz.

Outra alternativa foi indicada por BORGES (1996), que expôs o programa de pesquisa com semioquímicos ( feromônios / cairomônios ) do CENARGEN que visa o controle de pragas e à manipulação do comportamento de insetos benéficos. Essa forma de controle integrada analisa a utilização de parasitóides como o *Trissolcus basalis* e *Telenomus podisi* para controle de percevejos como *Nezara viridula* e *Euschistus heros* (pragas de soja).

Segundo MAFRANETO (1996), fêmeas de insetos emitem voláteis químicos que, carregados pelo vento, formam uma trilha de odor que pode ser interceptada pelos machos. Essa trilha intermedeia o encontro entre os adultos de sexos opostos para acasalamento em um grande número de insetos. A mistura de compostos químicos liberados pela fêmea é chamada de feromônio sexual. O uso de feromônio no controle através da

interrupção da comunicação sexual foi demonstrado com mariposas no trabalho pioneiro de (GASTON *et al.*, 1967; GASTON *et al.* 1977). A extrema dependência na comunicação química é que mariposas são o alvo preferencial dos estudos na área de comunicação química de insetos. Podem ser utilizados feromônio sintético ou natural. MAFRANETO (1996) concluiu no seu trabalho, entre outras coisas, que quando se conhece o comportamento e biologia da espécie alvo, o feromônio se torna uma ferramenta extremamente eficiente para o supressão populacional, ao qual, ao contrário da maioria dos inseticidas, é praticamente impossível para a espécie criar resistência.

Nas diversas regiões do Brasil, onde predominam pequenos produtores, algumas substâncias de fácil acesso e manuseio, produtos alternativos, são utilizados para tratamento de sementes de grandes culturas, em nível de propriedade rural. Mesmo assim são constatadas perdas elevadas de sementes e grãos durante o armazenamento (ALMEIDA, 1997).

Ainda segundo o autor, os produtos alternativos de combate as pragas têm-se mostrado favoráveis à manutenção da qualidade da semente durante o armazenamento, principalmente no período de entressafra, reduzindo os custos e tornando-os compatíveis com a realidade da maioria dos pequenos produtores, uma vez que esses produtos alternativos encontram-se disponíveis nas propriedades e mostram-se eficientes no combate aos insetos de produtos armazenados.

GOLDFARB *et al.* (1997) concluíram entre outros resultados, que o controle alternativo do inseto praga *Sitophilus spp* é possível com a utilização de extratos vegetais aplicados sobre os insetos. Os autores ainda concluíram que a utilização de extratos vegetais no tratamento de sementes de milho armazenadas não alterou, de forma significativa, o seu teor de umidade, e sua germinação e vigor.

GERMANO (1997), avaliando a eficiência de produtos naturais em sementes de feijão macassar (*Vigna unguiculata* (L.) walp) durante 6 meses, utilizando como produtos alternativos casca de laranja, casca de batatinha e folhas de eucalipto desidratadas e moidas, concluiu que as sementes tiveram sua qualidade fisiológica reduzida com per-

das significativas de germinação e vigor no decorrer do armazenamento. As folhas de eucalipto e a casca de laranja foram mais eficazes na manutenção da qualidade fisiológica e dos níveis de infestação por pragas, quando comparadas com as sementes não tratadas (testemunha) e as tratadas com casca de batatinha.

BARRA e HARA (1997), utilizando blocos de cerâmica com resistência elétrica como equipamento modificador de atmosfera, testou o controle de insetos da espécie *Sitophilus spp* nas variedades de milho BR - 201, BR - 106 - e BR - 451 e concluiu que, a ação dos blocos sobre os insetos não os matam, mas podem controlá-los com a inibição de seu desenvolvimento.

BERBERT *et al.* (1997) avaliaram a influência dos métodos de irrigação e do teor de umidade de colheita de grãos do feijão (*Phaseolus vulgaris* L.), no desenvolvimento do *A. obtetus*, procedente do campo e durante o armazenamento. Os autores observaram que o feijão irrigado por sulcos e colhido com 30% b.u. apresentou menor infestação do que o feijão irrigado por aspersão, sendo que a infestação foi potencializada pelo tempo de armazenamento.

Segundo GUERRA (1985), empresas vêm desenvolvendo pesquisas com o objetivo de oferecer aos pequenos agricultores meios alternativos para que os mesmos possam enfrentar as inúmeras pragas, doenças e invasoras que reduzem o lucro ou inviabilizam a produção econômica de suas culturas.

Assim, um inseticida biológico tem como princípios básicos não apresentar danos ao ecossistema natural em que será aplicado, não provocar danos nem deixar resíduos tóxicos ao homem. O uso de extratos vegetais no controle de insetos pragas, apresenta essas vantagens só encontradas em inseticidas biológicos, e não coloca em risco a existência do inseto, pois este apresenta infestação cruzada, desenvolvendo-se tanto no campo quanto nos armazéns, e o controle acima citado visa a eliminação desta praga só nos grãos armazenados, permanecendo o inseto com sua existência no campo, sem danos e perigos de um desequilíbrio ecológico no ciclo de vida.

### 3.2.2 - Controle convencional

O controle das pragas de armazenamento é, atualmente, realizado de forma moderna e eficiente com a operação de expurgo com a fosfina (PH<sub>3</sub>) em GASTOXIN<sup>R</sup> (1995). Trata-se de um gás fumigante, de grande poder inseticida, que age sobre todos os estágios de desenvolvimento das pragas. A fosfina age no estado gasoso, penetrando no sistema respiratório dos insetos.

O *Sitophilus spp* é parcialmente eliminado do produto com o inseticida Gastoxin<sup>R</sup>. Este produto, quando em contato com o ar no próprio local de armazenamento, libera um gás (fosfina) tóxico, que é absorvido pelo inseto através das traquéias.

Segundo TROVÃO (1994), com relação à dosagem do fumigante Gastoxin<sup>R</sup>, é muito freqüente a utilização de doses com quantidades superiores às máximas recomendadas, particularmente no caso de armazenamento em sacaria no controle convencional do *Sitophilus spp*.

Um dos maiores problemas vinculados à utilização da fosfina está nas dosagens perigosas para o homem GASTOXIN<sup>R</sup> (1995). Freqüentes exposições à concentrações acima do permissível (0,3 ppm), por um período de dias ou semanas, podem causar intoxicação. Um contato maior pode causar desde dores de cabeça, vômito, dificuldade de respiração, dores no peito até um edema pulmonar. Uma exposição ainda maior pode provocar convulsão, coma e morte por ataque cardíaco, em quatro dias, ou dentro de duas semanas.

SILVA (1995) afirma que, de maneira geral, pode-se dizer que os controles destinados aos grãos armazenados são similares aos métodos usados em culturas. Os vários métodos de controle são classificados em: legislativo, mecânico, físico, biológico (ainda pouco usado) e o químico. Este último complementa mais do que suplanta outras medidas. Independente das desvantagens do emprego do controle químico, existe no momento uma tendência em desenvolver produtos que ofereçam menos riscos à saúde humana e sejam seletivos, biodegradáveis e de efeito mínimo sobre o meio ambiente.

De acordo com OLIVEIRA (1995), no estudo bioecológico de afideos em culturas frutíferas, com o objetivo de estudar alguns métodos de controle do inseto *Aphis citricidus*, praga dos citros e da acerola, utilizou-se métodos químicos com o uso dos produtos Deltamethina<sup>R</sup> e Diazinom<sup>R</sup> e como produtos alternativos, extratos vegetais e enxofre. Os resultados com insetos de primeira fase indicaram que os inseticidas mostraram melhor eficiência do que ao tratamento alternativo. Na segunda fase do referido trabalho (insetos adultos) os tratamentos realizados com folhas de erva doce (*Pinpinella anisum*) e de eucalipto (*Eucaliptus citriodora*) foram mais eficazes quando comparados aos outros tratamentos.

GOMES (1992) avaliou o comportamento de sementes de algodão armazenadas durante 12 meses, sob condições distintas e concluiu que as sementes tratadas com fungicida (T<sub>4</sub> lesan + PCNB), controle químico, foram as que melhor mantiveram sua qualidade fisiológica ao longo de doze meses de armazenamento, quando comparadas a outros fungicidas.

### **3.3 - As espécies botânicas e sua utilização em pesquisas**

#### **3.3.1 - Pimenta do reino**

*Piper nigrum*, L., da Família das Piperáceas é uma espécie vegetal (arbustiva) originária da Índia e seu fruto, conhecido como pimenta do reino, é muito utilizado como condimento na nossa culinária. As folhas são ovais e se distinguem pelo brilho que as caracteriza. As flores são dispostas de tal maneira que formam cachos compridos e compactos; os frutos são miúdos e redondos, de coloração roxa quase negro. Os cultivos dessa planta são realizados em alta escala em várias regiões do Norte, destacando-se a cidade de Tomeaçu, no Estado do Pará, a qual é hoje um importante centro produtor e exportador dessa Piperácea.

A pimenta do reino (fruto) é utilizada na terapêutica como tônico e sudorífico. As folhas da planta é um estimulante forte, que, usado com moderação, constitui valioso

estomáquico, combatendo as afecções do estômago, notadamente as digestões difíceis. O fruto é ainda recomendado no tratamento das febres intermitentes de caráter rebelde para inflamação na garganta. Sinonímia: Pimenta da Índia; Pimenta Preta; Pimenta Ordinária; Motanga; Malago, (CORRÊA, 1981).

POLTRONIERI *et al.* (1997) avaliaram a resistência de muda de uma espécie do gênero *Piper*, no controle de *Fusarium f. sp.* e os resultados mostraram que esta não é suscetível à *Fusarium* e poderia ser recomendada para regiões que previamente exploram *Piper nigrum* que é suscetível à doença *Fusarium*.

PIYCHATURAWAT *et al.* (1997), a substância *Piperine* extraída de *Piper nigrum* foi utilizada em teste de fertilização de óvulos em hamsters. Durante a pesquisa, fêmeas tratadas com *Piperine*, no período do ciclo da ovulação, foram inseminadas artificialmente com espermatozóides de hamsters que não passaram por tratamentos. Os resultados, com a administração de *Piperine*, indicaram um aumento da fertilização, porém o exame dos embriões não revelou nenhuma alteração nessa fase de desenvolvimento.

### 3.3.2 - Laranja

A laranja é o fruto da laranjeira, denominação esta que se dá a várias árvores das Aurantiáceas. Planta de origem asiática, que está há séculos aclimada no Brasil, medranda nas regiões quentes e temperadas do globo. A laranja é um fruto de forma esférica, um pouco achatada na parte superior e na inferior, sendo a casca de um amarelo-avermelhado, a qual varia de espessura de acordo com a espécie. A polpa suculenta de cor amarela-clara e, às vezes, vermelha, divide-se em gomos em cujo inferior ficam alojadas as sementes. A película ou casca que reveste o fruto contém um grande número de pequenas cavidades cheias de óleo essencial. Há no Brasil uma grande variedade de laranjas, distinguindo-se entre estas, como a preferida, a famosa laranja-da-Bahia, sendo aliás dessa espécie que foram levadas mudas para a Califórnia, das quais resultaram os grandes e maravilhosos laranjais nessa fértil e rica região dos Estados Unidos. A cultura de laranjas entre nós, especialmente na Bahia, Sergipe, Rio, São Paulo e Minas, teve, em

determinada época, grande desenvolvimento, aumentando consideravelmente a produção, quando se começou a adotar o sistema de plantação por enxertagem e arruamento linear das terras. O Brasil aumentou a exportação de laranjas para o exterior, muito embora a produção não fosse suficiente para o consumo interno, apesar da existência de excelentes e vastas terras em disponibilidade.

Além dos tipos de laranjas doces (*Citrus aurantium*, L.), há outras espécies do gênero, como sejam: Laranja Amarga ou Laranja-da-Terra (*Citrus vulgaris*, R.), Laranja-da-Bahia, Laranja de Umbigo, Seleta Branca, Lisa Pêra, Natal, Rosa, Saúde, Mandarim, Campista, Melão, etc. Outro tipo é a Tangerina (*Citrus nobilis*), de importância no comércio mundial e no comércio interno do nosso país, destacando-se das outras laranjeiras pelo seu porte diferente e pelo formato e cheiro delicioso dos frutos. A Laranja Amarga ou Laranja-da-Terra é de largo uso doméstico para a fabricação de deliciosos doces em calda ou cristalizados. Das cascas se extrai um óleo aromático e volátil que pode ser obtido por destilação, muito empregado na indústria alimentícia e farmacêutica, exemplo da essência de laranja amarga, que entra na composição de algumas preparações industriais. As flores produzem a conhecida "Água de Flor de Laranjeira" (CORRÊA, 1981).

### 3.3.3 - Croton

Segundo CORRÊA (1981), *Codiaeum variegatum* Blume (*Croton variegatus* L., *Phyllaurea codiaeum* Lour.), da família das *Euphorbiaceas* é um arbusto erecto que alcança até 3m de altura (geralmente apenas metade cultivado); folhas alternadas ou esparsas, pecioladas, variadíssimas no tamanho, na forma e na cor (inúmeras combinações de amarela, branco, rosa e vermelho), lanceoladas ou ovado-oblongas até lineares e com as nervuras intensamente amarelas, inteiras, racimos dispostos na axilas das folhas superiores; flores monoicas, esverdeadas, pequenas, as masculinas com 3 - 6 sépalas e as femininas de cálice persistente com 5 sépalas, 5 escamas e 3 lojas, 1 ovadas; fruto cápsula trigona, 3 locular pequena.

PERES *et al.* (1997), analisando a composição química e atividade antimicrobiana de *Croton baillon* através dos extratos, identificou várias combinações na composição, como ácido de aleuritólico de azeite, estigmasterol, campesterol entre outros. Catequina e glocatequina foram isolados e identificados através de dados espectroscópicos e de literatura. A atividade bactericida do extrato foi testada contra de *Staphylococcus aureus* e de *Samonella typhimurium*. Nesse testes *in vitro* os resultados foram a indicados de inibição halos contra as bactérias.

### 3.4 - Características fisiológicas de sementes

O estudo das qualidades fisiológicas de produtos armazenados é de vital importância para a manutenção das características básicas desses produtos. A germinação é o processo que está relacionado primordialmente com a atividade do embrião, iniciando com o plantio em um solo úmido e terminando quando a planta emerge do solo.

Os ovos do inseto-praga (*Sitophilus spp*) são transparentes e internos, o que não permiti o seu reconhecimento a olho nu dentro dos orifícios de emergência que também são pouco visíveis. Os prejuízos causados são grandes, pois as galerias desses orifícios ocupam quase totalmente o endosperma, comprometendo as qualidades organolépticas do milho e a viabilidade da semente.

GURJÃO (1995) tendo avaliado o amendoim para análise da qualidade fisiológica, nutricional e sanitária das sementes, concluiu com relação à qualidade fisiológica das sementes que o tratamento sanitário com fungicida PCNB-pentacloronitrobenzeno 75%, favoreceu a preservação da qualidade fisiológica e a menor ocorrência de fungos nas sementes.

SOUZA (1994), desenvolvendo um trabalho com sementes de algodão herbáceo para análise da qualidade fisiológica, com diferentes procedimentos de colheita e beneficiamento das sementes, concluiu com os resultados, que as sementes, quando bem armazenadas (controladas em condições de temperatura e umidade), preservaram sua qualidade fisiológica.

### 3.4.1 - Germinação e Vigor

De acordo com BRASIL (1992), a germinação é a capacidade da semente produzir uma plântula que, pelas características de suas estruturas essenciais, demonstre sua aptidão para produzir uma planta normal sob condições favoráveis de campo.

POPINIGIS (1977) reconhece que, embora o conceito de vigor tenha sido estabelecido há alguns anos, nenhuma definição até hoje proposta foi universalmente aceita, podendo ser definida como a soma de todas as qualidades da semente, permitindo assim a formação de plantas saudáveis, uniformes e altamente produtivas.

GONÇALVES (1997) avaliando a germinação e vigor de sementes de coentro (*Coriandrum sativum* L.) submetidas ao osmocondicionamento à base de nitrato de potássio ( $KNO_3$ ) e após 30 dias, concluiu que a germinação e o vigor aumentaram proporcionalmente com o tempo de osmocondicionamento.

Segundo PUZZI (1986), o controle de qualidade das sementes é bem complicado, pois a semente ao sair do depósito a sua qualidade sempre é inferior daquela verificada no período da entrada. A deterioração é um processo inevitável e irreversível, mesmo sob as melhores condições de armazenamento. Assim, o armazenamento de sementes não pode ficar desvinculado de análises periódicas que atestem seu poder germinativo e vigor.

## 4 - MATERIAL E MÉTODOS

Este trabalho foi desenvolvido no Laboratório de Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas, localizado no campus II, Campina Grande e no Laboratório de Química de Produtos Naturais, localizado no campus I, João Pessoa-PB.

Devido a facilidade em efetuar a separação, identificação e quantificação das espécies químicas, neste trabalho, para análise e isolamento de compostos, utilizou-se para avaliação dos extratos vegetais, o método da cromatografia em camada delgada.

### 4.1 - Inseto utilizado

Este estudo foi realizado com o *Sitophilus spp* ( Figura 01 ), inseto da família Curculionidae - Coleóptera, de pequeno porte, medindo de 3 a 5 mm de comprimento e forma alongada, de coloração castanha com quatro manchas nas costas (élitros), cabeça alongada para frente, como uma tromba, em cuja extremidade, recurvada para baixo, estão as peças bucais (PACHECO *et al.*, 1995).

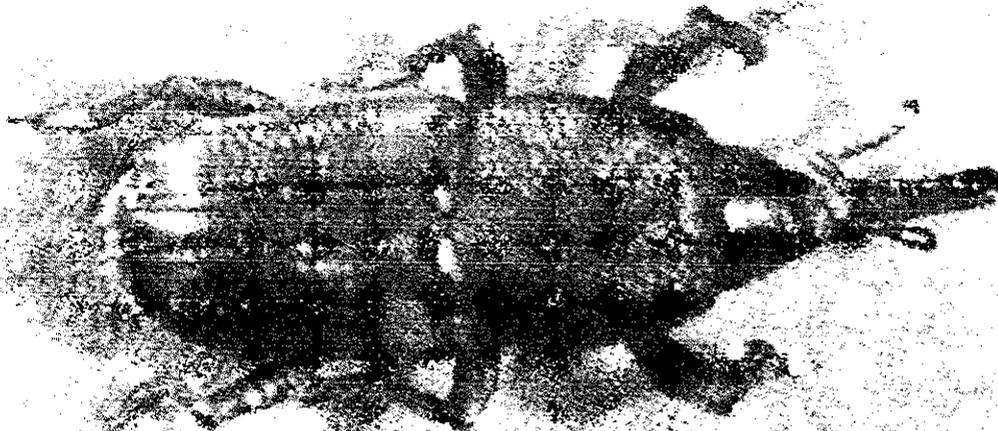


Figura 01 - Imagem do inseto praga *Sitophilus spp*.

#### **4.2 - Criação do inseto em laboratório**

A criação dos insetos foi realizada no Laboratório de Armazenamento do Departamento de Eng. Agrícola da Universidade Federal da Paraíba, a uma temperatura média de 25,7°C e 75% de umidade relativa. A partir de um saco de milho de 60 Kg, que serviu tanto para alimentar quanto para local de reprodução dos insetos, o milho foi previamente expurgado e, só posteriormente, os insetos, em quantidade previamente estipulada, foram colocados nos sacos.

Os insetos foram mantidos à temperatura ambiente, em sala escura para evitar estresse. Desse material foram retirados os insetos utilizados para os experimentos. Os insetos utilizados nos experimentos e que não sofreram danos no decorrer do trabalho, não retornaram aos sacos, foram eliminados. O local onde os insetos permaneceram depositados para serem utilizados posteriormente, permaneceu isolado para evitar possíveis entradas de insetos que não faziam parte da criação, e que por ventura tenham passado por qualquer outro tratamento.

#### **4.3 - Material botânico**

O material botânico foi coletado em quantidade suficiente ( 1 Kg para cada espécie botânica: pimenta do reino, laranja e croton ), como mostra na Figura 02, 03 e 04, que se utilizou na extração. Para facilitar a identificação, o material foi levado ao laboratório, onde foi previamente limpo para retirada de sólidos que não faziam parte da planta. Ainda foi submetido a banhos com água destilada para limpeza mais minuciosa, em seguida, exposto a secagem em temperatura ambiente e, levado à estufa a 50°C, até peso constante.

O material representado por flores, sementes, casca do fruto e folhas foi moído separadamente em triturador elétrico, pesado em balança analítica e posto ao abrigo da luz até extração.

As espécies botânicas utilizados para preparo dos extratos estão apresentados no Quadro 01.

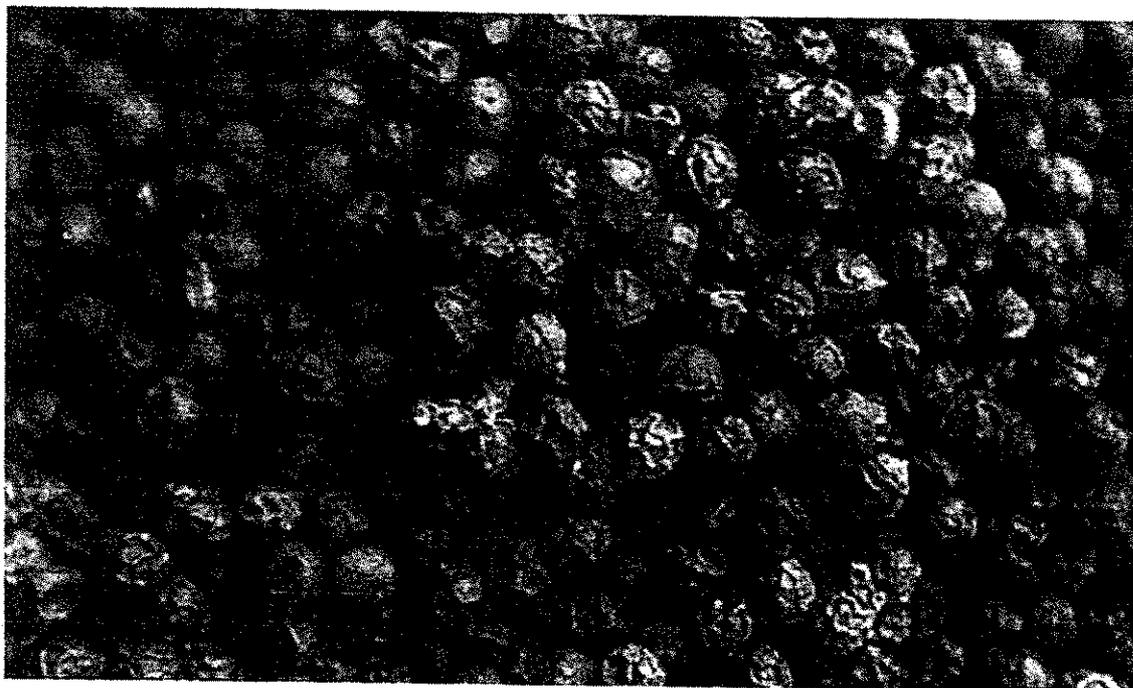


Figura 02 - Espécie vegetal Pimenta do Reino (*Piper nigrum*, L.)



Figura 03 - Espécie vegetal, Laranja (*Citrus vulgaris*, R.)



Figura 04 - Espécie vegetal, Croton (*Croton tiglium*)

Quadro 01 - Nome científico, nome vulgar, indicação e a parte estudada de cada espécie botânica

	Nome científico	Nome vulgar	Indicação	Parte estudada
1	<i>Piper nigrum, L.</i>	Pimenta do reino	Inseticida	Semente
2	<i>Citrus vulgaris, R.</i>	Laranja	Repelente	Casca do fruto
3	<i>Croton tiglium</i>	Croton	Inseticida	Flor

### 4.3.1 - Extração

Segundo REY (1970), a extração é um processo em que um dos componentes da mistura sólido ou líquido, é transferido a outro líquido, que atua como solvente. A extração com solventes tem por fundamento a difusão da matéria.

A extração a frio, utilizada neste trabalho, consistiu na união do material sólido (soluto) ao líquido (solvente), numa proporção de 4:1 (solvente e soluto) respectivamente. Foram usados 40 g de cada material botânico para 160 mL de álcool etílico P.A.. Posteriormente essa solução foi triturada por  $\pm 5$  minutos em liquidificador doméstico, para auxiliar no processo de extração e homogeneização do material. A mistura foi então colocada em becker hermeticamente lacrado e ao abrigo da luz durante 48 horas onde foi agitado ocasionalmente durante este período. Posteriormente esse material foi filtrado em algodão esterilizado. O resultado dessa operação é o próprio extrato bruto, que foi guardado lacrado, num freezer, até ser utilizado.

### 4.3.2 - Obtenção dos extratos concentrados

Para serem avaliados em diferentes concentrações, os extratos foram levados inicialmente a um aparelho de ROTAVAPOR, a pressão reduzida (Figura 05). Este aparelho tem como princípio evaporar o álcool P.A. e da água contida nos extratos. Inicialmente, submeteu-se a mistura a uma temperatura de  $\pm 60^{\circ}\text{C}$ , para a retirada do álcool P.A.. Posteriormente a temperatura do rotavapor foi aumentada para  $80^{\circ}\text{C}$  quando ocorreu a retirada de quase toda água contida na mistura. Os extratos, quando retirados do rotavapor, foram expostos a um secador até a retirada total da água contida nos mesmos.

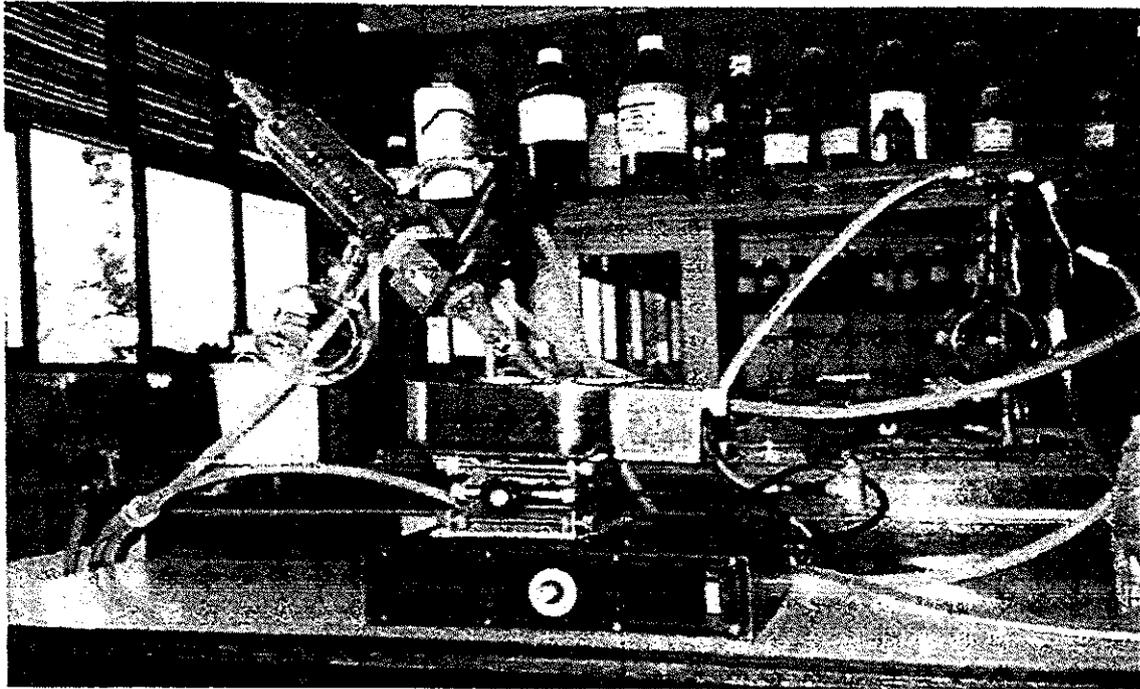


Figura 05 - Rotavapor, a pressão reduzida

#### 4.3.3 - Diluição dos extratos em três concentrações com álcool P.A.

Após a retirada do líquido do rotavapor, os extratos, já em estado sólido, foram diluídos em três concentrações: 800, 1.000 e 1.200 ppm, respectivamente. Utilizou-se um balão volumétrico de 100mL na obtenção das concentrações dos extratos de croton, laranja e pimenta do reino. A obtenção da concentração de cada extrato foi realizada conforme Equação 1, para a concentração de 800 ppm.

$$C = m / V \quad (1)$$

Em que,

$m$  = Massa da solução =  $C \cdot V$  ( mg )

$C$  = Concentração da solução ( mg/L )

$V$  = Volume da solução ( L )

$m = \text{mg} / \text{L} \cdot \text{L}$

$m = 800 \text{ mg} / \text{L} \cdot 0,1\text{L}$

$m = 80 \text{ mg}$  ou  $0,08 \text{ g}$

Esta massa (0,08 g) foi então colocada em um balão volumétrico o qual foi completado com álcool etílico P. A.. Esta solução foi agitada até a dissolução completa da substância (extrato sólido). Tal procedimento foi realizado para cada extrato vegetal separadamente. Para obtenção das concentrações de 1.000 e 1.200 ppm, a mesma regra acima descrita para 800 ppm foi ajustada, com a alteração da massa da solução. Após a diluição estas soluções foram deixadas num freezer, em recipiente fechado, até o momento de sua utilização.

#### **4.3.4. - Diluição dos extratos sólidos em cinco concentrações com álcool P.A. e água destilada numa proporção de 1:1**

Foram testadas as concentrações de 1.200, 1.000, 800, 500 e 100 ppm respectivamente. A metodologia da diluição foi a mesma descrita acima com duas diferenças: o acréscimo das concentrações de 500 e de 100 ppm; e a diluição realizada não somente com álcool P.A., mas numa proporção de 1:1 com álcool P.A. e água destilada respectivamente. Após a diluição, estas soluções foram deixadas num freezer, em recipiente fechado, e posteriormente testadas nos insetos. Os testes indicaram que o extrato vegetal derivado da casca da laranja nas concentrações avaliadas não apresentaram mortalidade significativa frente ao inseto praga. Este extrato derivado da laranja não foi utilizado nas etapas subsequentes deste trabalho.

#### **4.4 - Análise e separação dos extratos em substâncias apolares, polares e aquosas**

A análise e a separação dos extratos em substâncias polares e apolares foram realizadas no Laboratório de Química de Produtos Naturais, da Universidade Federal da Paraíba, Campus I. A mesma metodologia descrita a seguir foi utilizada para os extratos derivados de croton e pimenta do reino.

Para partição de n-hexânico, que, por ser uma substância apolar<sup>1</sup>, carrega substâncias polares contidas nos extratos, pegou-se um funil de separação de 500 mL, acrescentaram 200 mL de extrato bruto, 60 mL de n-hexano e 50 mL de água destilada, agitando ocasionalmente bem lentamente, enquanto a solução era preparada. Essa solução foi deixada por uma hora em repouso, depois retirou-se a solução alcóolica do funil de separação. Como a solução n-hexânica é menos densa que a solução alcóolica, fica aquela depositada na parte de cima do funil de separação, como mostra a Figura 06. Repetiu-se o experimento por três vezes, renovando as partes de n-hexânica e água, para assegurar a retirada de todas as substâncias apolares.

A retirada da partição de clorofórmico foi feita após a retirada de toda a solução da partição de n-hexânica; utilizou-se o mesmo extrato alcóolico, mais água (derivado do processo de partição acima citado). Com o objetivo de separar as substâncias polares<sup>2</sup>, já que o clorofórmio é uma substância polar, foram utilizados 260 mL da solução alcóolica e água, tanto do extrato da pimenta quanto do croton e adicionados a estas soluções, 80 mL de clorofórmio e 60 mL de água destilada, sendo esta solução agitada ocasionalmente durante a primeira hora e deixada em repouso por aproximadamente, 8 horas. Essa prática foi repetida por duas vezes, renovando as partes de clorofórmio e água destilada.

Como o clorofórmio reage, um pouco, com álcool P.A., então o clorofórmio arrasta um pouco do álcool P.A. para si. E, sendo o clorofórmio mais denso que o álcool P.A. e água, ele fica na parte de baixo do funil de separação e na parte de cima fica a partição aquosa. Então temos as partições de n-hexano, clorofórmio e a aquosa.

As partes que compõem os extratos apolar, polar e aquosa foram concentradas e posteriormente diluídas em duas concentrações, antes de serem testadas quanto ao efeito inseticida, no Laboratório de Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas, da Universidade Federal da Paraíba, campus II.

---

<sup>1</sup> Substância apolar é aquela que possui pólos, e se é submetida a um campo elétrico, suas moléculas apolares não se orientam.

<sup>2</sup> Substância polar é aquela que possui polaridade e sua representação é um dipolo, e se é submetida a um campo elétrico, suas moléculas polares se orientam.



Figura 06 - Funil de separação dos extratos em substâncias apolares, polares e aquosas

#### 4.5 - Cromatografia em camada delgada

A cromatografia por ser um método físico-químico de separação dos componentes de uma mistura, realizada através da distribuição desses componentes entre duas fases, uma dela permanece estacionária enquanto a outra move-se através da primeira. Dessa forma cada um dos componentes é seletivamente retido pela fase estacionária, resultando em migrações diferenciais desses componentes, (COLLINS *et al.* 1995).

A cromatografia em camada delgada (Figura 07) foi realizada no Laboratório de Química de Produtos Naturais - João Pessoa-PB. Foram submetidos à análise de cromatografia delgada, os extratos de croton e de pimenta do reino, com as partições de clorofórmico e n-hexânica. Das partições de clorofórmico e n-hexânica de croton e da pimenta do reino, respectivamente, foram retiradas amostras de  $\pm 0,5$  g de cada partição e colocadas num vidro de relógio e só posteriormente, adicionadas a 1 mL do solvente utilizado na composição de cada partição. Por exemplo, a partição croton n-hexânica recebeu 1 mL de n-hexano.



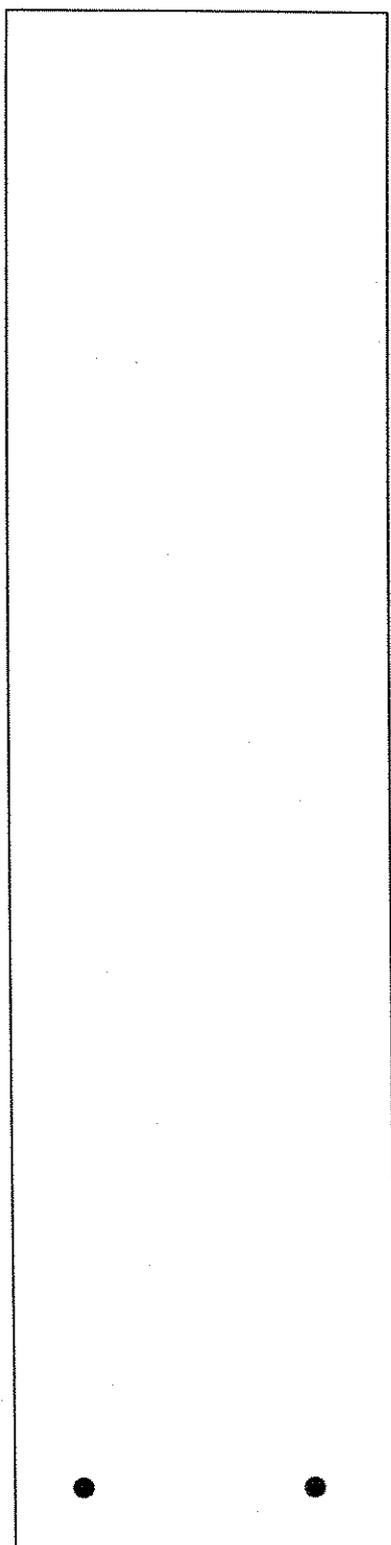
Figura 07 - Cromatografia em camada delgada

Foram realizados dois testes: no primeiro, foram utilizadas quatro cubas de vidro (são depósitos que receberam posteriormente as placas de vidro), usando como elemento metanol. Em duas cubas foram colocados 30 mL de clorofórmio e 9 mL de metanol (30%) para que a cuba ficasse com aproximadamente 1cm desta solução em altura (onde só utilizamos as substâncias de partição clorofórmio). As outras duas cubas foram utilizadas com as partições n-hexano. O meio a ser utilizado foram as substâncias: 30 mL de n-hexano mais 12 mL de clorofórmio (40%) numa proporção de 6:4.

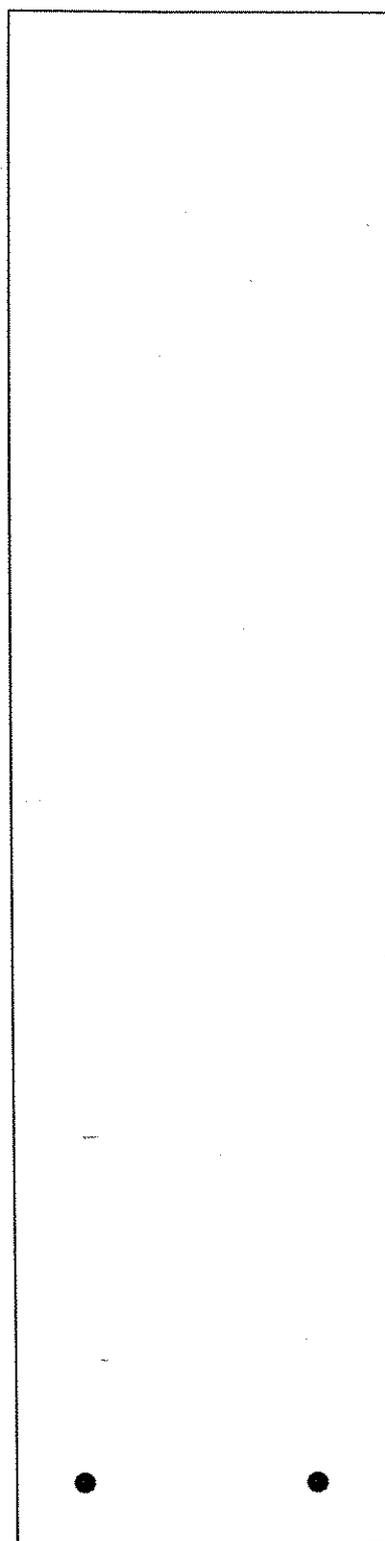
As placas de vidro medindo 5 x 20 cm de largura e altura, respectivamente, com granulometria 230-270mm, são construída da sílica, gesso e cola (todas as placas neste experimento já estavam prontas, para ser utilizadas). A cada placa com sua respectiva partição pimenta clorofórmio; pimenta n-hexano; croton clorofórmio; croton n-hexano ( Figura 8, 9, 10 e 11 ), foram adicionadas três microgotas em dois pontos extremos das placas com auxílio de um capilar diferente para cada placa.

As duas placas contendo partição de pimenta clorofórmico e croton clorofórmico foram mergulhadas em duas cubas onde o meio era constituído de clorofórmio -

metanol. Já as placas da partição pimenta n-hexano e croton n-hexano foram mergulhadas cada uma na sua respectiva cuba onde o meio era constituído de hexano-clorofórmio. Estas quatro placas ficaram em repouso por 30 min. Depois em uma cuba grande foram colocados algumas gotas de Iodo P.A., onde as quatro placas foram colocadas dentro dessa cuba grande e aguardou-se por  $\pm$  1 hora. Tempo necessário para se fazer a revelação das substâncias. Através deste procedimento obtiveram-se as fotografias das substâncias existentes nas partições de clorofórmico e n-hexânica dos extratos de croton e de pimenta do reino.

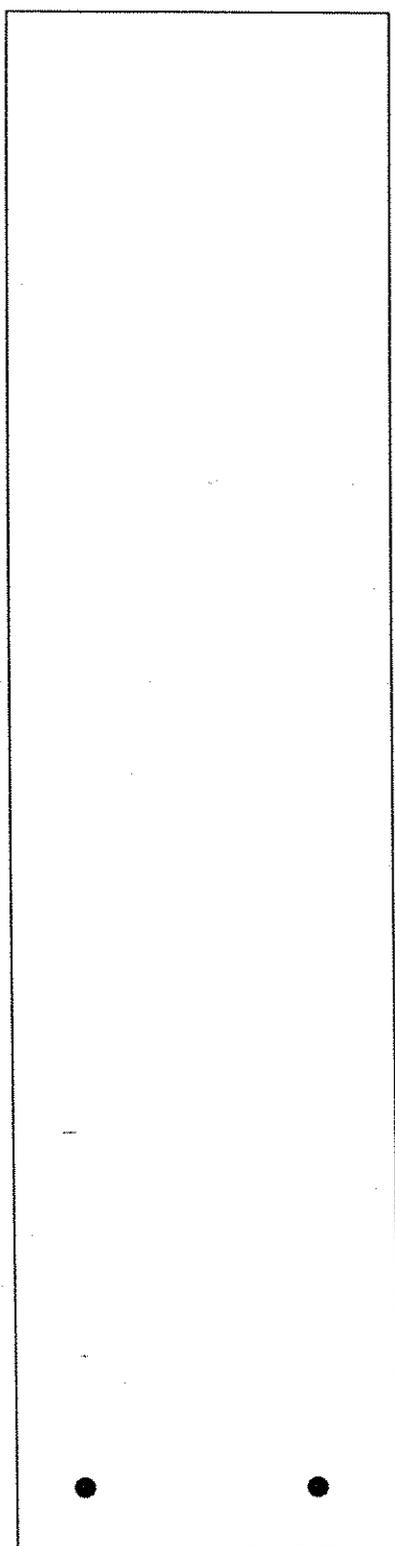


Croton clorofôrmio

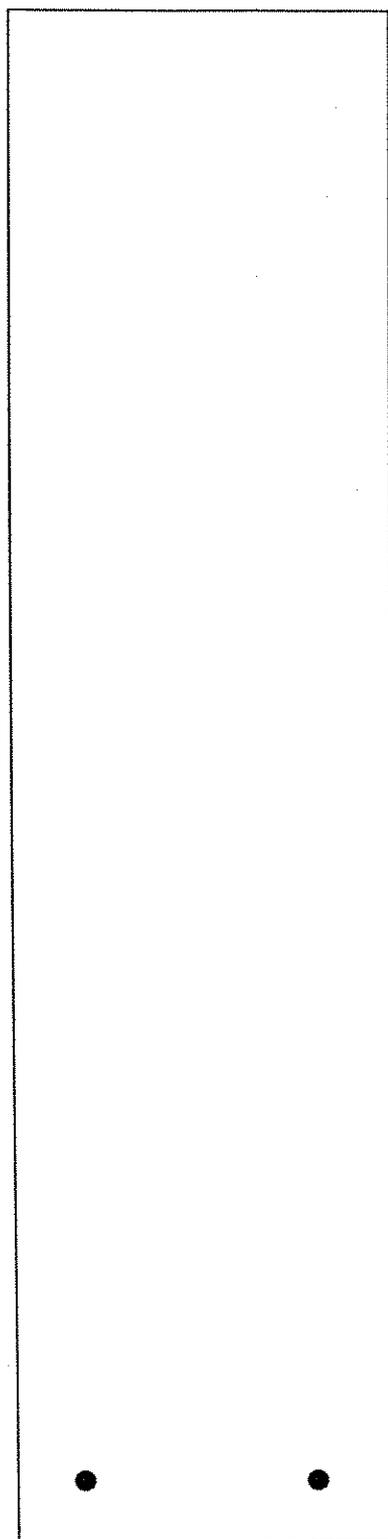


Pimenta do reino clorofôrmio

**Figura 08** - Primeiro teste das cromatografias de camada delgada da partição croton clorofôrmio e pimenta clorofôrmio, com o eluente Clorofôrmio e Metanol



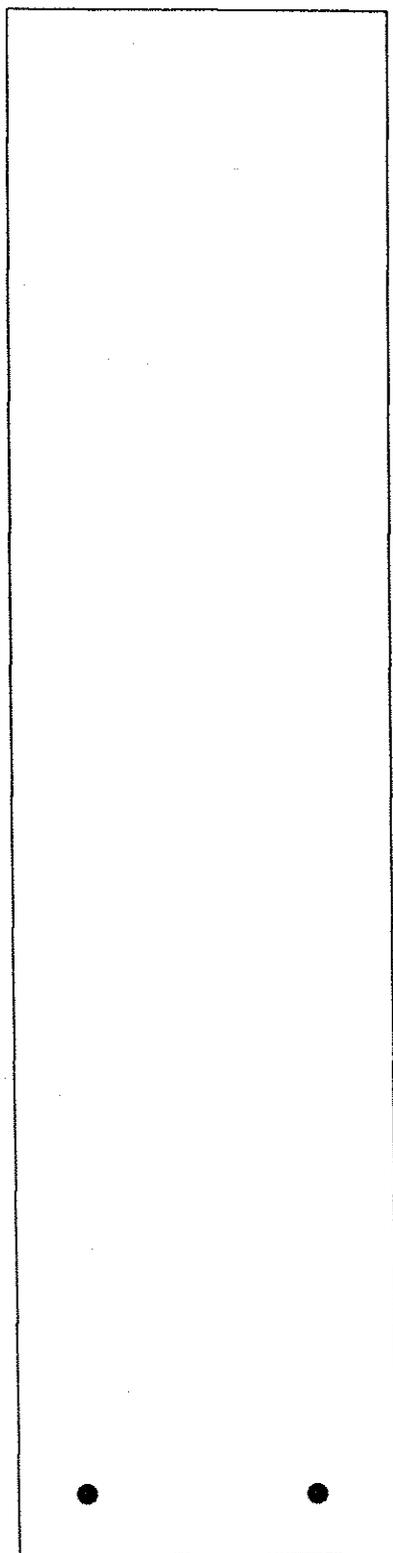
Croton n-hexano



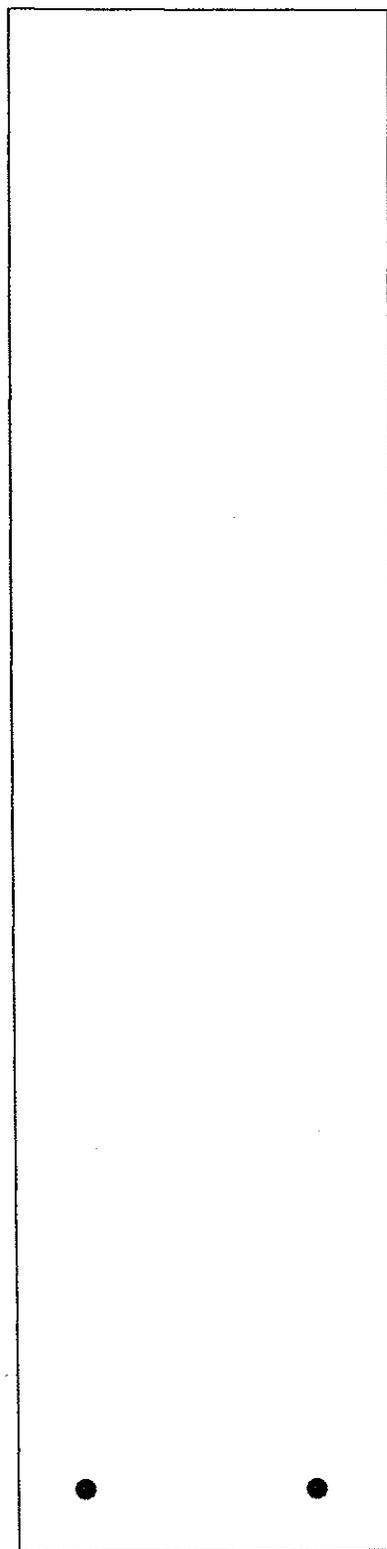
Pimenta do reino n-hexano

**Figura 09** - Primeiro teste das cromatografias de camada delgada da partição croton n-hexano e pimenta n-hexano, com o eluente n-hexano e clorofórmio

Após a realização desse primeiro teste com eluentes: clorofórmio e metanol ; n-hexano e clorofórmio, de cromatografia em camada delgada, foi realizado o segundo teste onde a única diferença com relação ao primeiro acima descrito foi o meio utilizado (substâncias que compõem as cubas) que foi somente o eluente clorofórmio.

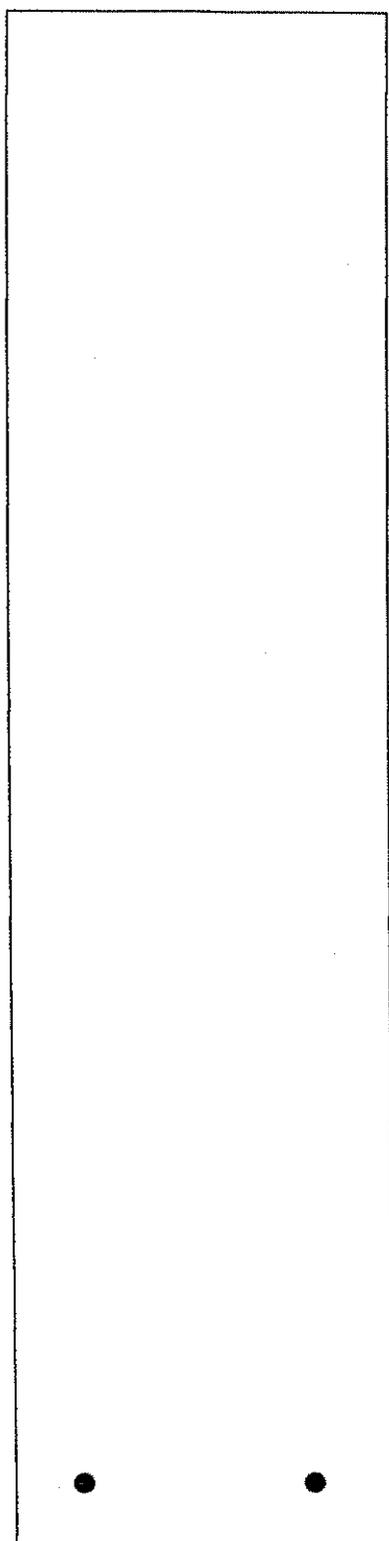


Croton clorofôrmio

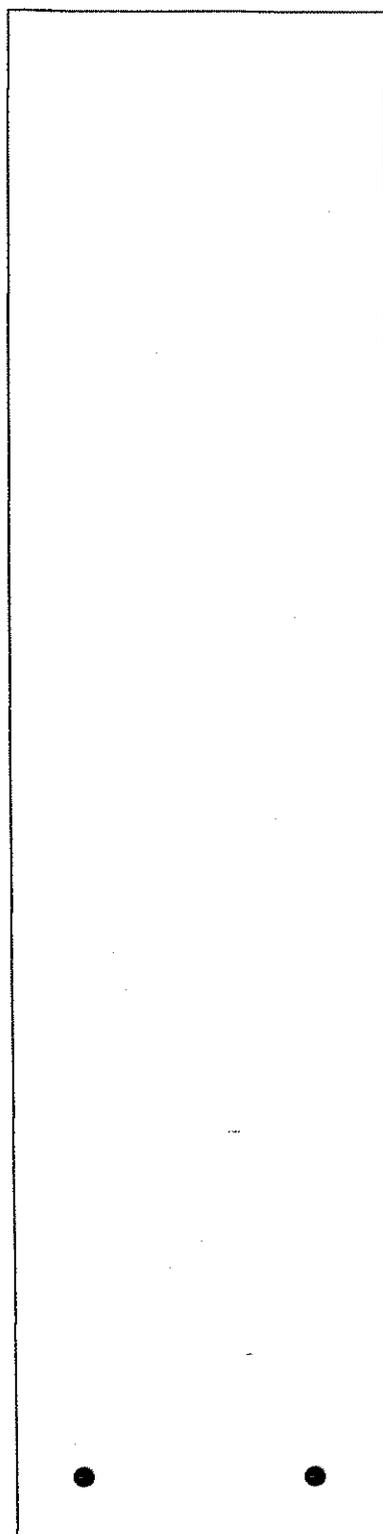


Pimenta do reino clorofôrmio

**Figura 10** - Segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton clorofôrmio e pimenta clorofôrmio, com o eluente Clorofôrmio



Croton n-hexano



Pimenta do reino n-hexano

Figura 11 - Segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton n-hexano e de pimenta n-hexano, com o eluente Clorofórmio

#### 4.6 - Aplicação dos extratos

A forma de aplicação utilizada no decorrer de todo trabalho foi o método do “vapor”, descrita por GOLDFARB, (1997). Essa forma de aplicação baseia-se no princípio de ação fumigante, que se caracteriza como um modo de ação, onde um praguicida age penetrando no organismo animal na forma de vapor, através de suas vias respiratórias. As aplicações foram realizadas, com um nebulizador adaptado para que o ar derivado do nebulizador atravessasse um pequeno depósito onde foi colocado o extrato, levando partículas em forma de vapor deste para dentro de um recipiente, onde serão colocados os insetos. Com o passar de alguns segundos, o ar dentro do recipiente era substituído pelo vapor contendo os extratos. Os insetos adultos acondicionados passam então a respirar o extrato junto com o oxigênio, provocando então a intoxicação ou não desses animais. Os recipientes utilizados foram de vidro, com duas perfurações de 2 cm na parte superior: um por onde entra o vapor derivado do compressor com o extrato e outro por onde sairá o vapor, para evitar que os insetos sejam mortos pela pressão exercida pelo compressor. Foram utilizados 100 insetos adultos por recipiente. Cada tratamento constou de 3 repetições. O milho utilizado na etapa em que foram testados os insetos em estágio ovo não foi o mesmo da criação, milho este expurgado e sem o contato anterior de insetos para evitar a ovoposição e possíveis reinfestações durante o armazenamento do produto.

#### 4.7 - Determinação do teor de umidade do produto milho (*Zea mays*)

Utilizou-se o método padrão de estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  ; onde 4 recipientes metálicos vazios; previamente secos em estufa por 1h, e tampados e colocados em dessecador por 10 - 15 minutos, foram pesados antes e depois de adicionadas 25 g de sementes de milho em cada recipientes. Esses recipientes com as amostras foram abertos e colocados em estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , onde permaneceram durante 24 h. Após esse período, os recipientes foram retirados da estufa, tampados rapidamente e colocados para esfriar em dessecador durante 10 - 15 minutos. Em seguida, os recipientes foram pesados. A percentagem de umidade foi calculada com base no peso úmido, utilizando-se a Equação 2:

$$\% \text{ Umidade (U)} = \frac{(P-p)}{P-t} \times 100 \quad (2)$$

Onde:

P = Peso inicial do produto (peso do recipiente e sua tampa mais o peso da semente úmida).

p = Peso final (peso do recipiente e sua tampa mais o peso da semente seca).

t = Tara (peso do recipiente com sua tampa).

A diferença entre as duas percentagens deverá ser menor que 0,5; caso contrário, refazer todo o teste de determinação. O resultado final será obtido através da média aritmética das percentagens de cada uma das sub-amostras.

#### 4.8 - Testes de germinação e vigor

Os testes de germinação foram realizados conforme prescrevem as Regras para Análise de Sementes (BRASIL, 1992). Foram utilizadas 4 repetições de 50 sementes cada. O substrato foi papel germitest, sendo duas folhas na base e uma na cobertura, umedecidas com água destilada, na proporção de três vezes o peso do papel seco. Os rolos com as repetições foram acomodados em depósitos plásticos, na posição de 45° em relação à vertical, depois foi colocado no germinador de câmara regulado a  $25 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , onde permaneceu até o término do teste. As contagens de plântulas normais foram realizadas no 4<sup>o</sup> dia (germinação) e a última no 7<sup>o</sup> dia após a semeadura (vigor).

Para os testes de vigor foram aproveitados os dados do teste de germinação. Os resultados obtidos na primeira contagem de plântulas normais foram empregados para calcular a percentagem para cada repetição.

#### 4.9 - Avaliação dos resultados

Os resultados foram avaliados, contando-se o número de insetos mortos, em cada tratamento. A descrição do comportamento dos parâmetros a serem avaliados neste trabalho foi realizada com o auxílio do Programa computacional ASSISTAT versão 6.0; para execução da análise estatística dos dados foi utilizado o **delineamento inteiramente casualizado, disposto em fatorial com três repetições**. Teste clássico de germinação e vigor, reinfestação e condições físicas do produto foram avaliados com o armazenamento do milho, após aplicação do extrato (ação fumigante) durante 40 dias.

Para obtenção dos resultados da Dose Letal ( $DL_{50}$ ) e a ( $DL_{90}$ ), procedeu-se ao tratamento estatístico através do modelo PROBIT, mediante utilização do “software” computacional SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) para computador pessoal (PC/IBM). Utilizado especificamente para este fim.

## 5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 - Resultados

#### 5.1.1 - Primeira etapa: Tratamento com extratos diluídos em álcool P.A., em três concentrações

Os resultados de mortalidade de insetos pragas obtidos nessa etapa foram o da aplicação de extratos de pimenta do reino, laranja e croton, com diluição dos extratos em solvente orgânico Álcool P.A., nas concentrações de 800, 1000 e 1200 ppm, respectivamente. Este insetos possuem respiração traqueal, isto é, respiram por meio de traquéias, as quais, em número de 10 pares, abrem-se lateralmente através de pequenos orifícios denominados estigmas (SCAICO *et al.*, 1984). Em função desta estrutura física é que o *Sitophilus spp* absorve e reage tão rápido aos extratos, que quando aplicados na forma de “vapor” estes são absorvidos pelos estigmas, logo após o início da aplicação (LIMA *et al.*, 1987). Em função desta estrutura física é que o *Sitophilus spp* absorve e reage tão rápido aos extratos, que quando aplicados na forma de “vapor” estes são absorvidos pelos estigmas, logo após o início da aplicação (LIMA *et al.*, 1987).

Na Tabela 01, encontra-se a análise de variância da mortalidade do *Sitophilus spp* quando tratados com extrato de a diferentes concentrações, indicando que existem diferenças significativas entre os tratamentos. Na Tabela 02, observa-se que entre as diferentes concentrações testadas não existiu diferenças significativas entre si, no entanto estas concentrações diferem significativamente da testemunha. Esta não apresentou mortalidade significativa, enquanto que a média de mortalidade observada entre as concentrações foi em torno de 99%. Esses resultados estão parcialmente em acordo com os resultados de GERMANO (1997), que, estudando produtos naturais para o controle de praga de grãos de *Vigna unguiculata*, concluiu que o extrato da casca de laranja foi eficiente no controle de pragas de grãos armazenados, resultados este que estão em acordo com os obtidos por ALMEIDA e CAVALCANTI MATA (1994).

**Tabela 01** - Análise de variância da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extrato de pimenta do reino diluído em álcool P.A., em três concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	3	22400.9980	7466.9995	89691.59 **
Resíduo	8	0.6660	0.0833	
Total	11	22401.6641		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 02** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de pimenta do reino diluído em álcool P.A., a diferentes concentrações

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sito-philus spp</i>	Valores estatísticos
1.200 ppm	100.00 a	MG = 74.8333
1.000 ppm	100.00 a	CV(%) = 0.3856
800 ppm	99.33 a	DMS = 0.7546
Testemunha - 0 ppm	0.00 b	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

Os resultados da Tabela 03, indicam diferença significativas entre os resultados testados nas aplicações com os extratos de laranja. Não houve diferença estatística (Tabela 04) entre as concentrações testadas, sendo a diferença observada entre as concentrações testadas e a testemunha. Esta não apresentou mortalidade significativa enquanto que a média de mortalidade observada entre as concentrações foi em torno de 99%. Estes resultados estão, em parte, de acordo com os resultados de GERMANO (1997), que, avaliando a eficiência de produtos naturais em sementes de feijão macassar (*Vigna unguiculata* L.), concluiu que a casca de laranja foi eficaz na manutenção dos níveis de infestação por pragas, quando comparadas com as sementes não tratadas (testemunha).

**Tabela 03** - Análise de variância da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extrato de laranja, diluído em álcool P.A., em três concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	3	22400.3301	7466.7769	4477.80 **
Resíduo	8	1.3340	0.1667	
Total	11	22401.6641		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 04** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de laranja, diluído em álcool P.A. a diferentes concentrações

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sito-philus spp</i>	Valores estatísticos
1.200 ppm	100.00 a	MG = 74.8333
1.000 ppm	99.67 a	CV% = 0.5457
800 ppm	99.67 a	DMS = 1.0680
Testemunha - 0 ppm	0.00 b	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

Nos resultados da Tabela 05, observa-se que houve diferença estatística entre os resultados testados nas aplicações com os extratos de croton, enquanto que não houve diferença estatística entre as concentrações testadas (Tabela 06), sendo a diferença observada entre as concentrações testadas e a testemunha. Esta não apresentou mortalidade significativa, entre as concentrações foi em torno de 99% (Figura 12). Estes resultados estão em acordo com os resultados de GOLDFARB (1997), que concluiu no seu trabalho de mestrado, que extratos de croton quando testados no *Sitophilus spp*, indicaram mortalidade significativa de 100%. Enquanto que estes extratos testados eram brutos, e os extratos testados neste trabalho foram separados em três concentrações 1.200, 1.000 e 800 ppm, respectivamente.

**Tabela 05** - Análise de variância da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extrato de croton, diluído em álcool P.A., em três concentrações

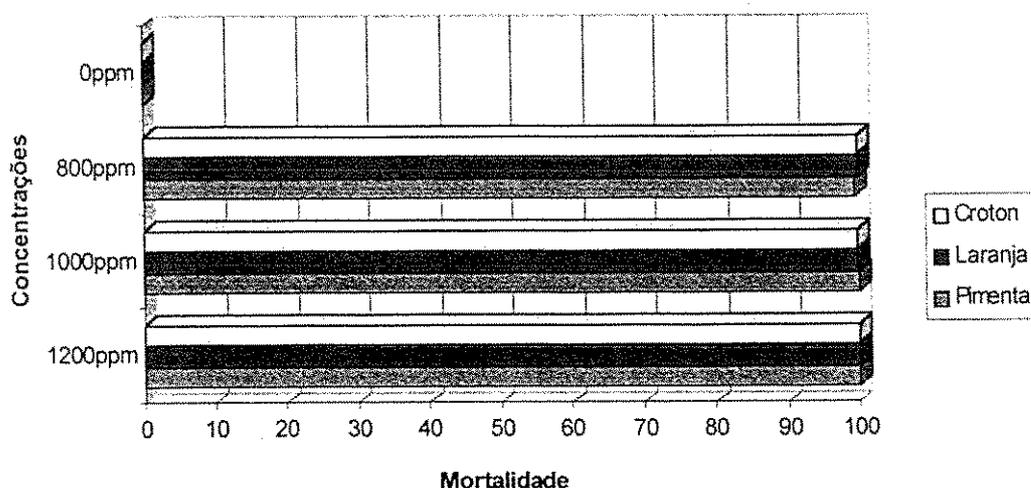
Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	3	22400.3301	7466.7769	44778.80 **
Resíduo	8	1.3340	0.1667	
Total	11	22401.6641		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 06** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de croton, diluído em álcool P.A. a diferentes concentrações

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.200 ppm	100.00 a	MG = 74.8333
1.000 ppm	99.67 a	CV% = 0.5457
800 ppm	99.67 a	DMS = 1.0680
Testemunha - 0 ppm	0.00 b	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si



**Figura 12** - Mortalidade média de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de pimenta do reino, laranja e croton, diluído em álcool P.A., em três concentrações

### 5.1.2 - Segunda etapa: Mortalidade dos insetos tratados com extratos diluídos em álcool P.A. e água destilada, em cinco concentrações

Resultados de mortalidade de insetos pragas obtidos nesta etapa foram derivados de aplicação com extratos de pimenta do reino, laranja e croton. Com diluição dos extratos em solvente orgânico Álcool P.A. e água destilada, nas concentrações de 100, 500, 800, 1.000 e 1.200 ppm, respectivamente.

De acordo com os dados relativos ao extrato de pimenta do reino, observados na Tabela 07, as concentrações de 100, 800, 1.000 e 1.200 ppm, respectivamente, apresentaram diferença significativa entre as concentrações testadas inclusive a testemunha. Como pode ser observado na Tabela 08, não houve diferença estatística entre as concentrações de 1.200, 1000 e 800 ppm, sendo a mortalidade média acima de 99%. A concentração de 500 e 100 ppm diferem entre si e das demais concentrações. A testemunha difere estatisticamente de todas as concentrações, não tendo indicado nenhuma mortalidade. Esses resultados demonstram que o princípio ativo contido nas sementes de pimenta do reino, quanto mais concentrado estiver a solução, maior o índice de mortalidade alcançado nos testes. Inversamente verdadeira a afirmação que quanto menor a concentração menor o índice de mortalidade. Esses resultados estão em acordo com os de FARONI *et al.* (1987), que comprovou em pesquisas realizadas que as sementes de pimenta do reino indicaram bom resultado no controle de praga de grãos para armazenagem a granel, ao longo de oito meses de armazenamento.

Tabela 07 - Análise de variância de mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extrato de pimenta do reino, diluído em álcool P.A. e água destilada, em cinco concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	5	30377.1094	6075.4219	1458.10 **
Resíduo	12	50.0000	4.1667	
Total	17	30427.1094		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 08** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de pimenta do reino, diluído em álcool P.A. e água destilada, a diferentes concentrações

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sito- philus spp</i>	Valores estatísticos
1.200 ppm	100.00 a	MG = 60.7778
1.000 ppm	100.00 a	CV% = 3.3585
800 ppm	99.33 a	DMS = 5.5979
500 ppm	44.67 b	
100 ppm	20.67 c	
Testemunha - 0 ppm	0.00 d	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

O extrato derivado da casca da laranja não demonstrou diferença estatística entre as concentrações testadas nem em relação a testemunha (Tabela 09). Não foram testado as concentrações de 500 e 100 ppm me função dos baixos índices de mortalidade observados na concentração de 800 ppm, como foi colocado na discussão das tabelas anteriores. A concentração está diretamente vinculada aos índices de mortalidade e o maior índice de mortalidade foi de 31,33%, obtida com uma observado uma concentração de 1.200 ppm (Tabela 10). Esses resultados diferem, em parte, dos resultados obtidos por GOLDFARB (1997), que em seu trabalho com extrato bruto, testado na mesma praga, conseguiu índices de mortalidade médio de 99%. A diferença entre os índices de mortalidade deste trabalho e aqueles conseguidos por GOLDFARB (1997), pode ser explicada pelo fato de estes extratos terem sido diluídos em várias concentrações.

**Tabela 09** - Análise de variância da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extrato de laranja, diluído em álcool P.A. e água destilada, em três concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	3	603.67	201.2222	1.66 ns
Resíduo	8	969.33	121.1667	
Total	11	1573.00		

ns Não significativo

**Tabela 10** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de laranja, diluído em álcool P.A. e água destilada, a diferentes concentrações

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.200 ppm	21.67 a	MG = 16.5000
1.000 ppm	23.00 a	CV% = 66.7126
800 ppm	16.33 a	DMS = 28.7892
Testemunha - 0 ppm	5.00 a	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

O extrato de croton indicou índices de mortalidade (Tabela 11), diferente estatisticamente entre as concentrações testadas, sendo que as concentrações de 1.200, 1.000 e 800 ppm não tenham diferido estatisticamente entre si, diferindo apenas das concentrações de 500 e 100 ppm que diferiram entre si e das demais concentrações testadas. A testemunha diferiu estatisticamente dos demais tratamentos não tendo indicado índices de mortalidade, como pode ser observado na Tabela 12. GUERRA (1985) cita os efeitos de algumas plantas e suas propriedades fitossanitárias, entre estas, o croton. Suas sementes, segundo Guerra, têm alto poder inseticida, sendo mais tóxico que o piretro. A mortalidade máxima encontrada foi de 100% na concentração de 1.200 ppm e a mínima foi de 29% na concentração de 100 ppm, como pode ser observado na Figura 13.

**Tabela 11** - Análise de variância de mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extrato de croton, diluído em álcool P.A. e água destilada, em cinco concentrações

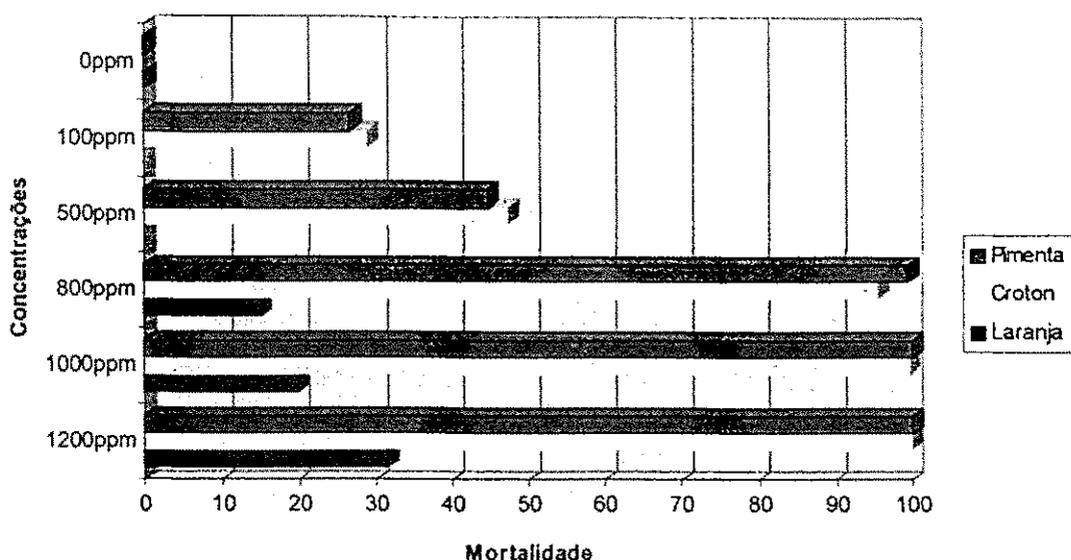
Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	5	27432.9453	5486.5889	484.11 **
Resíduo	12	136.0000	11.3333	
Total	17	27568.9453		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 12** - Valores médios das mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de croton, diluído em álcool P.A. e água destilada, a diferentes concentrações

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sito-philus spp</i>	Valores estatísticos
1.200 ppm	100.00 a	MG = 61.9444
1.000 ppm	99.67 a	CV% = 5.4347
800 ppm	95.67 a	DMS = 9.2323
500 ppm	47.33 b	
100 ppm	29.00 c	
Testemunha - 0 ppm	0.00 d	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si



**Figura 13** - Resultados de mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com extratos de pimenta do reino, laranja e croton, diluídos em álcool P. A. e água destilada, em cinco concentrações

### 5.1.3 - Terceira etapa: Resultados da análise estatística da dose letal para 50% e 90% dos insetos tratados com extratos

A análise das doses letais, foi feita com o tratamento estatístico através do modelo PROBIT, mediante utilização do “software” computacional SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) para computador pessoal (PC/IBM), realizado pelo professor ANTONIO MARCOS MOREIRA, do Departamento de Estatística da Universidade Federal da Paraíba, UFPB.

A dose letal das concentrações, necessária para que se atinja uma mortalidade média de 50%, utilizando-se para tratamento o extrato derivado da pimenta do reino, é de 446,0 ppm (mg/ L); a dose letal necessária para uma mortalidade média de 90% é de 769,6 ppm (mg/ L).

A dose letal das concentrações necessária para que se atinja uma mortalidade média de 50%, utilizando-se para tratamento o extrato derivado do croton, é de

425,8ppm (mg/ L); a dose letal necessária para uma mortalidade média de 90% é de 796,26ppm (mg/ L).

Como pode ser observado nos resultados da média estatística para  $DL_{50}$ , não diferiu muito da dose testada nos tratamentos que foi de 500 ppm (mg/ L). Resultado da  $DL_{90}$  diferiu um pouco da concentração testada, a mais próxima testada neste trabalho foi de 800 ppm (mg/ L). Sendo a diminuição desta concentração (800 ppm) testada foi média necessária para obtenção da dose letal de 90% dos insetos. Esses resultados estão parcialmente de acordo com os resultados encontrados por BARBOSA (1975), que avaliou a quantidade de sais no substrato e, sua inibição na germinação e crescimento das plantas. Avaliando várias doses, concluiu que quanto maior a dose letal aplicada menor a germinação e o crescimento das plantas.

A análise estatística referente aos resultados de pimenta do reino e croton, acima apresentados estão nos Anexo I e Anexo II, respectivamente.

#### **5.1.4 - Quarta etapa: Aplicação das partições apolares, polares e aquosas**

Nessa etapa, os extratos brutos de pimenta do reino e croton utilizados nas etapas anteriores, nas concentrações de 500 ppm e 1.000 ppm foram separados num funil de separação em substâncias apolares, polares e aquosas. Para esta partição foram utilizados os solventes orgânicos clorofórmio e n-hexano e a água destilada para partição aquosa.

Como podem ser observado na Tabela 13, os resultados obtidos da partição pimenta n-hexânica indicaram diferença significativa a nível de 1%, sendo, portanto observado que não houve diferença estatística entre as concentrações de 1.000 e 500 ppm (Tabela 14). A diferença estatística foi observada entre as concentrações e a testemunha, visto que a concentração de 1.000 ppm demonstrou uma mortalidade de 100%, a de 500 ppm de 99,33% e a testemunha não indicou mortalidade alguma.

De acordo com a tabela 15, a diferença significativa a nível de 1% para partição pimenta clorofórmica é observada entre as concentrações de 1.000 ppm que demonstraram uma mortalidade de 98,67%, a de 500 ppm, de 87% e a testemunha não indicou mortalidade (Tabela 16). Esses resultados estão parcialmente em acordo com os resultados de MUSETTI (1991), que obteve mortalidade significativa com extratos de pimenta do reino sobre o inseto praga *Sitophilus spp.* com partições de acetônicas e metanólicas.

**Tabela 13** - Análise de variância dos resultados da mortalidade de *Sitophilus spp.*, tratados com a partição de extrato pimenta n-hexânica, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	2	19867.5566	9933.7783	22356.46 **
Resíduo	6	2.6660	0.4443	
Total	8	19870.2227		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 14** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp.*, tratados com a partição de extrato pimenta n-hexânica, diluídos em álcool P.A. e água destilada

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp.</i>	Valores estatísticos
1.000 ppm	100.00 a	MG = 66.4444
500 ppm	99.33 a	CV% = 1.0032
Testemunha - 0 ppm	0.00 b	DMS = 1.6703

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

**Tabela 15** - Análise de variância dos resultados da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato pimenta clorofórmico, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	2	8720.1123	6075.4219	2802.99 **
Resíduo	6	18.6660	3.1110	
Total	8	17458.8906		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 16** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato pimenta clorofórmico, diluídos em álcool P.A. e água destilada

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.000 ppm	98.67 a	MG = 61.8889
500 ppm	87.00 b	CV% = 2.8500
Testemunha - 0 ppm	0.00 c	DMS = 4.4196

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

A partição pimenta aquosa (Tabela 17), apresentou diferença estatística significativa, mas com índices de mortalidade muito baixos, sendo a concentração de 1.000 ppm indicado numa mortalidade de 19%. A concentração de 500 ppm de 9,33% e a testemunha não apresentou mortalidade. As concentrações apresentaram diferença estatística entre si e entre a testemunha (Tabela 18). Esses resultados indicaram que o princípio ativo presente nas sementes de pimenta do reino é carregado pela partição n-hexânica e clorofórmica mas não pela aquosa, sendo, portanto, esses princípios ativos substâncias apolares e polares.

**Tabela 17** - Análise de variância dos resultados da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato pimenta aquosa, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	2	541.5555	270.7778	24.37 **
Resíduo	6	66.6667	11.1111	
Total	8	608.2222		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 18** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato pimenta aquosa, diluídos em álcool P.A. e água destilada

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.000 ppm	19.00 a	MG = 9.4444
500 ppm	9.33 b	CV% = 35.2941
Testemunha - 0 ppm	0.00 c	DMS = 8.3523

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

Os resultados com a partição croton n-hexânica, demonstram mortalidade significativa a nível de 1% de probabilidade como pode ser observado na tabela 19. Os tratamentos foram significativos. A concentração de 1.000 ppm apresentou uma mortalidade de 100%, a concentração de 500 ppm que se diferenciou estatisticamente da concentração de 1.000 ppm e de testemunha com uma mortalidade média de 77,33%, (Tabela 20).

A partição croton clorofórmico apresentou diferença entre os tratamentos de 1% (Tabela 21), com mortalidade significativa, com média em torno de 92,5 %, sendo a concentração de 1.000 ppm com mortalidade média de 98,67% diferenciando-se estatisticamente da concentração de 500 ppm com 87 %. A testemunha não indicou mortalidade, (Tabela 22).

A partição croton aquosa não indicou diferença estatística significativa, (Tabela 23). Com mortalidade de inseto praga muito baixa. Os índices das concentrações de 1.000 ppm, com mortalidade máxima de 29 % e nas de 500 ppm foi 13,67 %, como pode ser observado na Tabela 24. As médias de tratamentos diferiram entre si, e da testemunha que não apresentou mortalidade alguma.

Como podemos observar na Figura 14 e os resultados acima descritos, podemos afirmar que o princípio ativo presente no extrato de croton e que indicou mortalidade alta nas concentrações testadas. Com a separação das substâncias contidas no extrato em meio clorofórmico, n-hexânico e aquosa, podemos observar que o princípio ativo é uma substância apolar e polar, já que estes solventes orgânicos carregaram substâncias tóxicas que a partição aquosa não carregou, portanto não apresentou mortalidade significativa.

**Tabela 19** - Análise de variância dos resultados da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato croton n-hexânico, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	2	16494.2227	8247.1113	976.64 **
Resíduo	6	50.6660	8.4443	
Total	8	16544.8887		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 20** - Valores médios da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato croton n-hexânico, diluídos em álcool P.A. e água destilada

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.000 ppm	100.00 a	MG = 59.1111
500 ppm	77.33 b	CV% = 4.9160
Testemunha - 0 ppm	0.00 c	DMS = 7.2813

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

**Tabela 21** - Análise de variância dos resultados de mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato croton clorofôrmico, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	2	17440.2246	8720.1123	2802.99 **
Resíduo	6	18.6660	3.1110	
Total	8	17458.8906		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 22** - Valores médios das mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato croton clorofôrmico, diluídos em álcool P.A. e água destilada

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.000 ppm	98.67 a	MG = 61.8889
500 ppm	87.00 b	CV% = 2.8500
Testemunha (0 ppm)	0.00 c	DMS = 4.4196

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

**Tabela 23** - Análise de variância dos resultados da mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato croton aquosa, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	2	1262.8889	631.4445	71.94 **
Resíduo	6	52.6666	8.7778	
Total	8	1315.5555		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 24** - Valores médios das mortalidade de *Sitophilus spp*, tratados com a partição de extrato croton aquosa, diluídos em álcool P.A. e água destilada

Concentrações	Mortalidade média do <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
1.000 ppm	29.00 a	MG = 14.2222
500 ppm	13.67 b	CV% = 20.8317
Testemunha (0 ppm)	0.00 c	DMS = 7.4237

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si



**Figura 14** - Resultado médio de mortalidade de *Sitophilus spp.*, tratados com as partições apolar (n-hexano), polar (clorofórmio) e aquosa de extratos de pimenta do reino e croton, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

### 5.1.5 - Quinta etapa: Avaliação de índice de eclosão dos insetos

Nessa etapa foi avaliado o resultado da eclosão de insetos após 35 dias dos ovos serem tratados com as partições de croton n-hexano, croton clorofórmio, pimenta n-hexano e pimenta clorofórmio, nas concentrações de 500 e 1000 ppm, respectivamente. Como já foi colocado anteriormente, os ovos são postos dentro dos grãos, ou seja, o tratamento é realizado nos grãos com o objetivo de se atingir os ovos do *Sitophilus spp.*

Os resultados da eclosão de insetos adultos, como podem ser observado na Tabela 25, foram significativo a nível de 1 % de probabilidade entre os tratamentos. A partição croton n-hexânico, de 500 ppm, a partição croton clorofórmico de 1.000 ppm e 500 ppm e a partição pimenta clorofórmico 500 ppm se igualaram estatisticamente, sendo os maiores índices de eclosão, diferenciando-se estatisticamente das partições pimenta

n-hexânico 500 ppm que não se diferenciou dos demais tratamentos, sendo estatisticamente igual a partição de pimenta n-hexânico de 1.000 ppm. A testemunha se diferenciou dos demais tratamentos, (Tabela 26).

As partições que melhores controlaram a eclosão de insetos pragas nos grãos tratados pelos tratamentos acima descritos foram o da pimenta n-hexânico de 1.000ppm e croton n-hexânico de 1.000 ppm (Figura 15), sendo, dessa forma, as que melhor controlaram os ovos dessa praga, nas dosagens utilizadas.

**Tabela 25** - Análise de variância dos resultados da eclosão de ovos de *Sitophilus spp.*, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio

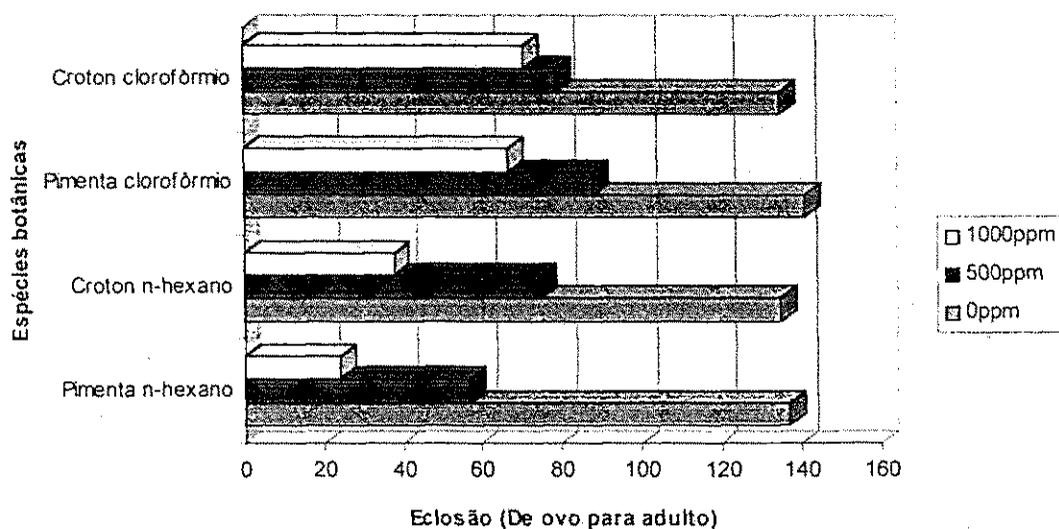
Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	8	23378.0059	2922.2507	38.60 **
Resíduo	18	1362.6660	75.7037	
Total	26	24740.6719		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 26** - Valores médios de eclosão de ovos de *Sitophilus spp*, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações

Concentrações	Média de eclosão de ovos de <i>Sitophilus spp</i>	Valores estatísticos
Croton n-hex. 1000 ppm	37.67 d e	MG = 70.2222
Croton n-hex. 500 ppm	75.00 b c	CV% = 12.3904
Croton clorof. 1000 ppm	71.33 b c	DMS = 24.9161
Croton clorof. 500 ppm	79.00 b c	
Pimen. n-hex. 1000 ppm	24.33 e	
Pimen. n-hex. 500 ppm	56.67 c d	
Pimen. Clorof. 1000 ppm	66.67 b c	
Pimen. Clorof. 500 ppm	87.67 b	
Testemunha - 0 ppm	133.67 a	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si



**Figura 15** - Resultado médio de eclosão de ovos de *Sitophilus spp*, tratados com partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, diluídos em álcool P.A. e água destilada, em duas concentrações

### 5.1.6 - Sexta etapa: Análise da propriedade fisiológica do milho (*Zea mays*)

Como já foi exposto anteriormente essa praga infesta primariamente grãos de milho e a análise da qualidade fisiológica desses grãos se faz necessária. Foi realizado análises de teor de umidade, germinação e vigor de grãos que passaram por tratamentos com extratos e, como testemunha, foram utilizados grãos que não passaram por tratamento algum, para que as possíveis alterações de qualidade fisiológica provocado pelo tratamento com os extratos pudessem ser avaliadas.

Quanto aos resultados do teor de umidade do milho, como podem ser observados na Tabela 27, houve diferença significativa entre os tratamentos a nível de 1 % de probabilidade, sendo o tratamento da partição pimenta clorofórmico 500 ppm que se diferenciou dos demais tratamentos, se igualando, em parte, aos tratamentos da partição croton n-hexânico 1.000 e 500 ppm, da partição croton clorofórmico 1.000 e 500 ppm, e da partição pimenta n-hexânica 500 ppm que diferiram dos tratamentos da partição pimenta n-hexânica 1.000 ppm e da partição pimenta clorofórmico 1.000 ppm, iguados estatisticamente entre si, mas diferenciados dos demais tratamentos.

Pode se observar com estes resultados, que os tratamentos nas sementes de milho afetaram de forma significativa o teor de umidade do produto. Variando o teor de umidade máximo em torno de 11,4 % e o mínimo em torno de 10,2 % em b.u.

Tabela 27 - Análise de variância dos resultados de teor de umidade de grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	9	3.6294	0.4033	3.85 **
Resíduo	20	2.0942	0.1047	
Total	29	5.7236		

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

**Tabela 28** - Valores médios de teor de umidade de grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações

Concentrações	Média do teor de umidade dos grãos de milho	Valores estatísticos
Umidade inicial	10.58 ab	MG = 10.7137
Croton n-hex. 1000 ppm	10.57 ab	CV% = 3.0204
Croton n-hex. 500 ppm	10.60 ab	DMS = 0.9360
Croton clorof. 1000 ppm	10.66 ab	
Croton clorof. 500 ppm	11.19 ab	
Pimen. n-hex. 1000 ppm	10.27 b	
Pimen. n-hex. 500 ppm	10.87 ab	
Pimen. clorof. 1000 ppm	10.38 b	
Pimen. clorof. 500 ppm	11.47 a	
Testemunha 0 ppm	10.56 ab	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

A avaliação da germinação e vigor do milho, depois deste produto ser tratado e armazenado por 40 dias, pode ser observada nos resultados da Tabela 29 e 31, onde os índices não significativos de mortalidade entre os tratamentos, que eram especificamente dos extratos diferenciados em duas concentrações, duas partições e a testemunha em que o produto avaliado não passou por tratamento. De acordo com a Tabela 30 e 32, não houve diferença entre os tratamentos, inclusive a testemunha.

Como pode ser observado na Figura 16, o tratamento dos grãos com os extratos não promoveram alteração na germinação e no vigor do produto, resultados estes, que estão parcialmente de acordo com os trabalhos de GURJÃO (1995), que concluiu nas suas pesquisas, que o tratamento com PCNB 75 % (fungicida), em amendoim favoreceu a preservação da qualidade fisiológica das sementes. GOLDFARB (1997) concluiu, em pesquisas realizadas, que a utilização de extratos vegetais no tratamento de grãos de milho, não altera de forma significativa o teor de umidade dos grãos tratados.

PATRIOTA (1996) indicou, através de pesquisas desenvolvidas em laboratório, que a qualidade fisiológica de sementes de algodão não é afetadas pelo tratamento com planta-col e este decresce significativamente a qualidade fisiológica das sementes no decorrer dos 280 dias de armazenamento.

**Tabela 29** - Análise de variância dos resultados de germinação de grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	9	86.3229	9.5914	0.35 ns
Resíduo	20	553.3333	27.6667	
Total	29	639.6563		

ns Não significativo

**Tabela 30** - Valores médios de germinação grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações

Concentrações	Média da germinação dos grãos de milho	Valores estatísticos
Germinação inicial	95.00 a	MG = 95.3333
Croton n-hex. 1000 ppm	92.67 a	CV% = 5.5174
Croton n-hex. 500 ppm	97.67 a	DMS = 15.2144
Croton clorof. 1000 ppm	95.67 a	
Croton clorof. 500 ppm	93.50 a	
Pimen. n-hex. 1000 ppm	94.17 a	
Pimen. n-hex. 500 ppm	97.00 a	
Pimen. clorof. 1000 ppm	98.00 a	
Pimen. clorof. 500 ppm	95.50 a	
Testemunha 0 ppm	94.1667 a	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

**Tabela 31** - Análise de variância dos resultados da análise de vigor em grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações

Fonte de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Tratamentos	9	11.5000	1.2778	0.35 ns
Resíduo	20	72.5000	3.6250	
Total	29	84.0000		

ns Não significativo

**Tabela 32** - Valores médios de vigor grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, em duas concentrações.

Concentrações	Média do teor de umidade de grãos de milho	Valores estatísticos
Vigor inicial	99.00 a	MG = 98.5000
Croton n-hex. 1000 ppm	97.33 a	CV% = 1.9329
Croton n-hex. 500 ppm	99.17 a	DMS = 5.5072
Croton clorof. 1000 ppm	98.67 a	
Croton clorof. 500 ppm	98.67 a	
Pimen. n-hex. 1000 ppm	98.50 a	
Pimen. n-hex. 500 ppm	98.33 a	
Pimen. clorof. 1000 ppm	99.33 a	
Pimen. clorof. 500 ppm	97.50 a	
Testemunha 0 ppm	98.50 a	

OBS.: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si

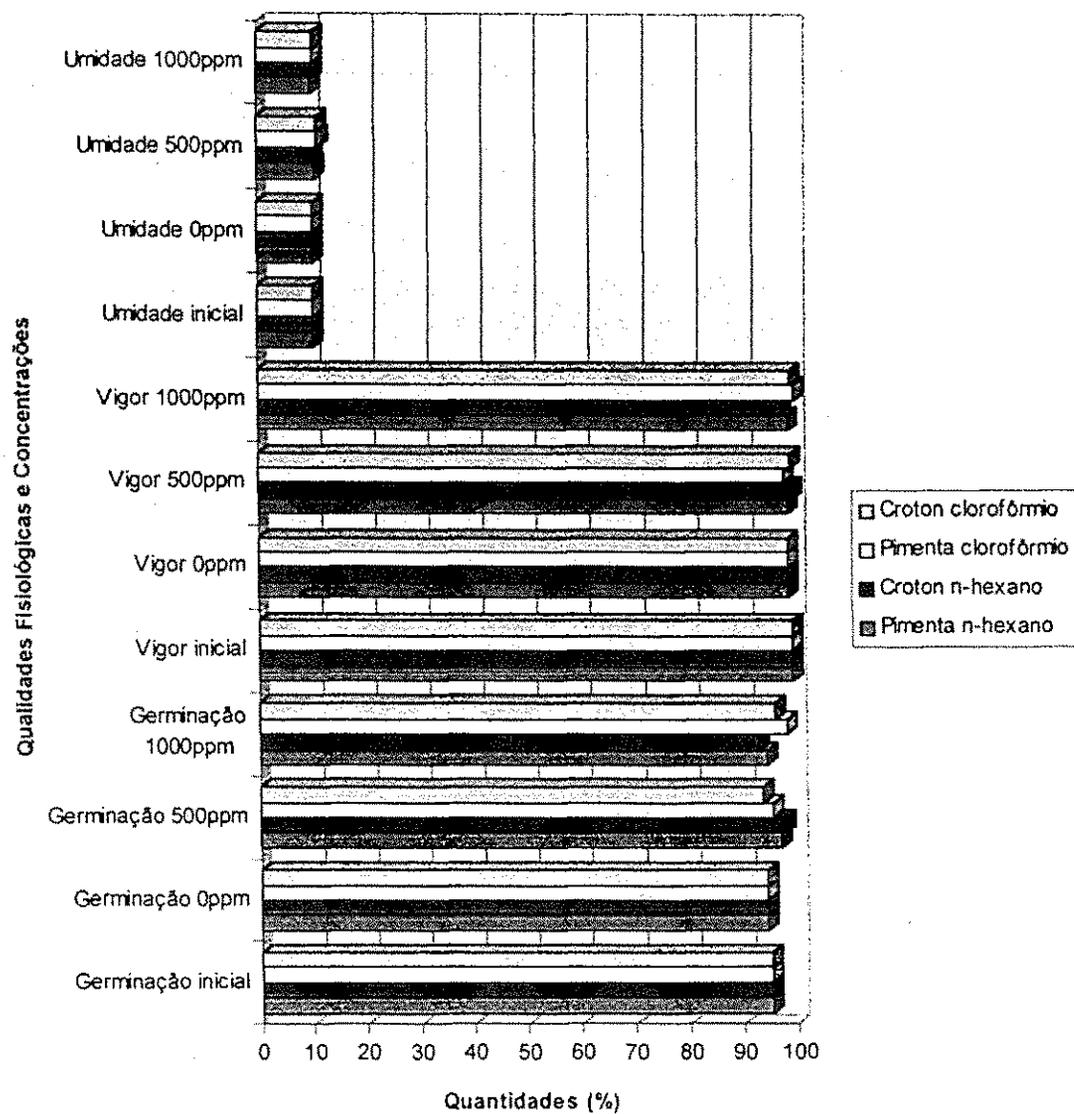


Figura 16 - Resultado médio da análise do teor de umidade, germinação e vigor em grãos de milho, tratados com as partições de extratos de pimenta e croton, com os solventes n-hexano e clorofórmio, diluídos em duas concentrações

## 6 - CONCLUSÕES

01. Extratos de croton, laranja e pimenta do reino apresentaram mortalidade significativa, quando diluídos em álcool P.A. e aplicados nas concentrações de 800, 1.000 e 1.200 ppm.
02. Extrato de croton diluído em álcool P.A. e água destilada, aplicados nas concentrações de 800, 1.000 e 1.200 ppm, apresentaram mortalidade significativa. Nas concentrações de 100 e 500 ppm não apresentaram mortalidade significativa.
03. Extrato de laranja diluído em álcool P.A. e água destilada, aplicados nas concentrações de 800, 1.000 e 1.200 ppm não apresentaram mortalidade significativa.
04. Extrato de pimenta do reino diluído em álcool P.A. e água destilada, aplicado nas concentrações de 800, 1.000 e 1.200 ppm apresentaram mortalidade significativa. Nas concentrações de 100 e 500 ppm, não apresentaram mortalidade significativa.
05. A  $DL_{50}$  do extrato de croton e de pimenta do reino foi de 425,8ppm e 446.0 ppm, respectivamente. E a  $DL_{90}$  dos mesmos extratos foi de 796,26 ppm e 769.6 ppm, respectivamente. Isso significa que o croton é mais tóxico em doses menores ( $DL_{50}$ ) e menos tóxico em doses maiores ( $DL_{90}$ ).
06. A partição **apolar** croton n-hexânico e a **polar** croton clorofórmico, apresentaram mortalidade significativa, nas concentrações de 500 e 1.000 ppm. A partição croton **aquosa** não apresentou mortalidade significativa.
07. A partição **apolar** pimenta n-hexânico e a **polar** pimenta clorofórmico, apresentaram mortalidade significativa, nas concentrações de 500 e 1.000 ppm. A partição pimenta do reino **aquosa** não apresentou mortalidade significativa.

08. A utilização de extratos nos grãos de milho controlou a eclosão de insetos adultos em alguns extratos e concentração, sendo que os extratos de croton n-hexânico 500 ppm, croton clorofórmio 500 ppm, pimenta clorofórmio 500 ppm e croton clorofórmio 1.000 ppm, não controlaram de forma efetiva. Os extratos de pimenta n-hexânico 500 ppm e pimenta clorofórmio 1.000 ppm, controlaram de forma mediana os insetos e os extratos de croton n-hexânico 1.000 ppm e pimenta n-hexânico 1.000 ppm foram as partições e concentração que melhor controlaram a eclosão.
09. O teor de umidade dos grãos de milho não foi alterado, pela aplicação dos extratos, diferindo apenas entre os tratamentos e, estes diferindo parcialmente com a testemunha e a umidade inicial.
10. A germinação e o vigor dos grãos de milho não foram alterados pelo tratamento desses grãos com os extratos.
11. Os dados toxicológicos, juntamente com os resultados dos estudos de umidade, germinação e vigor do milho, tratados com extratos, indicaram a viabilidade do seu uso como inseticida natural de baixo custo, fácil acesso e baixa toxicidade para o homem e o meio ambiente.

## 7 - INDICAÇÕES

01. Os extratos de pimenta e croton devem continuar a ser analisados quimicamente, visto que indicaram bons resultados, quando fracionados.
02. A cromatografia deve ser concluída para que as substâncias tóxicas para os insetos, sejam identificadas e os princípios ativos, conhecidos.
03. Deverá ser realizado o armazenamento do produto por um período maior e verificadas suas conseqüências para o teor de umidade, germinação e vigor.
04. Poderão ser realizados testes organolépticos no produto (milho) a ser tratado com extrato e destinado para o comércio.
05. Fazer testes com alterações de concentrações e doses de extratos a serem aplicadas para comparação dos resultados obtidos.

## 8 - BIBLIOGRAFIAS

ALMEIDA, F. A. C. ; MATA, M. E. R. M.C. Avaliação dos componentes químicos do feijão macassar armazenado com extratos de casca de laranja e de limão. Campina Grande, PB. UFPB-NTA, Boletim Técnico,14. 1994. 18p.

ALMEIDA, F.A.C. ; HARA, T. ; MATA, M.E.R.M.C. Armazenamento de grãos e sementes nas propriedades rurais. Campina Grande-PB : UFPB/SBEA. 1997. 219p.

BARBOSA, L. Efeitos de reguladores do crescimento na germinação de sementes de *Sorohum bicolor* L. Moench semeadas em soluções salinas. Fortaleza : 1975. 49p. (Dissertação de Mestrado).

BASTOS, J.A.M. Principais pragas das culturas e seus controle. 3ª Edição. Editora Nobel. 1985. 223p.

BARRA, T.S. ; HARA, T. Avaliação da armazenagem de grãos utilizando blocos de cerâmica com resistência elétrica como equipamento modificador de atmosfera para o controle de insetos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA AGRÍCOLA, 26., Campina Grande. Anais... Campina Grande: UFPB, 1997. (CD-ROM).

BARRETO, A.J.L. Agroquímicos. Revista Globo Rural, Ano 14. Nº 157. Novembro - 1998. 20p.

BERBERT, P.A.; FARONI, L.R.A. ; CARDOSO, E.G. Efeito de dois métodos de irrigação e três teores de umidade de colheita sobre a infestação do *Acanthoscelides obtectus* no feijão. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA AGRÍCOLA, 26., Campina Grande. Anais... Campina Grande : UFPB, 1997. (CD-ROM).

- BORGES, M. Programa de pesquisa com semioquímicos. CENARGEN. Embrapa. V Siconbiol, Iguapé- PR. 1996.
- BRASIL, Ministério Da Agricultura. Regras para análise de sementes. Brasília : SNDA / LANARV, 1992. 365p.
- CARVALHO, J.E. Especial / Plantas Medicinais. Jornal O Estado de São Paulo. São Paulo-SP. 1996. 19p.
- COLLINS, C.H. ; BRAGA, G.L. ; BONATO, P.S. Introdução a métodos cromatográficos. 6ª ed. Editora Unicamp. Campinas - SP. 1995. 279p.
- CORRÊA, M.P. Dicionário das plantas úteis do Brasil e das exóticas cultivadas. v. III, V, VI. Rio de Janeiro. Ministério da Agricultura, 1981. 707p.
- CRUZ, A.G. Ecologia e sociedade - uma introdução às implicações sociais da crise ambiental. Carlos Eduardo Lins da Silva - Coordenador. Edições Loyola : S. Paulo - S P. 1978.
- FARONI. L.R.D.A. ; HARA, T. ; MATA, M.E.R.M.C. Armazenamento de grãos e sementes nas propriedades rurais. Campina Grande : UFPB / SBEA, 1997. Cap.4 ; p. 189-291.
- FARONI. L.R.D.A. ; CARMO, S.M.; MARTINHO, M.N. Conservação de feijão comum com produtos naturais. Goiânia : EMBRAPA / CNPAF, 1987. 40p.
- GASTON, L.K. ; KAAE, R.S. ; SHOREY, H.H. & SELLERS, D. Controlling the pink bollworm by disrupting sex pheromone communication between adult moths. 1977. Science. v. 196, p.904-905, 1977.

GASTON, L.K ; SHOREY, H.H ; SAARIO, C.A. Insect population control by the use of sex pheromones to inhibit orientation between sexes. 1967. *Nature*. v. 213, p. 1155, 1967.

GASTOXIN<sup>®</sup>. **Manual técnico: procedimentos de aplicação.** São Vicente : Casa Bernardo LTDA. 1995.

GERMANO, L.M.A.R. **Emprego de produtos naturais no tratamento de sementes de feijão macassar (*Vigna Unguiculata (L.) Walp*), acondicionadas e três embalagens e em três microregiões do Estado da Paraíba.** Areia : UFPB, 1997. 105p. ( Dissertação de Mestrado ).

GOLDFARB, A.C. **Controle do inseto *Sitophilus ssp* com extratos naturais de origem vegetal e seus efeitos na qualidade fisiológica em sementes de milho.** Campina Grande : UFPB, 1997. 107p. ( Dissertação de Mestrado ).

GOLDFARB, A.C. ; SILVA, M.G. ; ALMEIDA, F.A.C. **Avaliação da Qualidade fisiológica, em sementes de Milho BR 122, após aplicação de extratos de origem vegetal.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA AGRÍCOLA, 26., Campina Grande. **Anais...** Campina Grande: 1997. (CD-ROM).

GOMES, J.P. **Comportamento da germinação e vigor de sementes de algodão herbáceo em diferentes tipos de embalagens e condições de conservação durante a sua armazenagem.** Campina Grande : UFPB. 1992. 85p. (Dissertação de Mestrado).

GONÇALVES, A.C.A. **Variabilidade espacial de propriedades físicas do solo para fins de manejo da irrigação.** Piracicaba : ESAL, 1997. 150p. ( Tese de Doutorado ).

GUERRA, M.S. Alternativas para controle de pragas e doenças de plantas cultivadas e de seus produtos. Edições : EMBRATER. Brasília - DF. 1985. 165p.

GURJÃO, K.C.O. Qualidade fisiológica, nutricional e sanitária de armazenadas de sementes de amendoim (*Arachis hypogaea* L.), produzidas no semi-árido nordestino. Campina Grande : UFPB, 1995. 103p. ( Dissertação de Mestrado ).

HONÓRIO, S.L. Agrofolha. Jornal Folha de São Paulo. São Paulo-SP. 30.10.96. 1996. 21p.

INSETCENTER. Controle Integrado de Pragas. Campinas. São Paulo-SP. 1997. 23p.

PACHECO, I.A ; PAULA, D.C. Insetos pragas de grãos armazenados - identificação e biologia. FUNDAÇÃO CARGILL, Campinas - S P. 229p. 1995.

PLANTAS medicinais. O Estado de São Paulo. São Paulo. 1996. 19p. c. especial.

KOUL, O. Insect feeding deterrents in plants. Indian Review Life Science. Nandesar, 1982. 125p.

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

MAFRANETO, A. Interação entre animais e plantas e manutenção da biodiversidade. Feromônio sexual de insetos. Imprensa Ijuí R.S. : Universitária 1996.

MARANHÃO, Z.C. Entomologia geral. 2ª ed. São Paulo - SP. Ed. Nobel, 1977. 514p.

MERCH, J.C. O Controle de pragas de grãos armazenados. A Granja. v.32. n. 340, p. 40-42,44-47, 1976.

- MUSETTI, L. Avaliação de efeitos de extratos de *Piper nigrum* L. sobre adultos de *Sitophilus zeamais* Mots., 1885 (Coleoptera, curculionidae). Curitiba : UFPR, 1991. 79p. ( Dissertação de Mestrado ).
- OLIVEIRA, M.M. ; GOLDFARB, A.C. ; OLIVEIRA, E.C.S. Efeito dos extratos etanólicos de *Piper sp* (Piperaceae) e *Camelia sinensis* sobre o inseto praga *Sitophilus zeamais* (coleóptero-curculionidae). In: REUNIÃO ANUAL DA SBPC, 47. Anais... São Luís : SBPC, 1995. p. 478.
- OLIVEIRA, E.L. Efeito do estresse híbrido sobre características da cultura do pimentão ( *Capsicum annuum*, L. ). Campina Grande : UFPB, 1995. 80p. ( Dissertação de Mestrado ).
- PAIVA, R. *Revista Globo Rural*. Brilho rústico, Milho. Editora Globo. Ano 14. Nº 156. Outubro - 1998. 25p.
- PATRIOTA, A.R.T. Avaliação da qualidade fisiológica das sementes de algodão (*Gossypium hirsutum* L. r. *latifolium* HUTCH) armazenadas em função de diferentes tratamentos e teores de umidade. Campina Grande : UFPB, 1996. 104p. ( Dissertação de Mestrado ).
- PERES, M.T.P.; MONACHE, F.D.; CRUZ, A.B.; PIZZOLATTI, M.G. & YUNES, R. A. Chemical composition and antimicrobial activity of *Croton urucurana* Baillon (Euphorbiaceae). Florianapolis-SC : D Q? UFSC. *Brazil. Biol. Abstr.* v. 104, n. 3, p. 1343. 1997.
- PIYACHATURAWAT, P. & CHUMPOL, P. Enhancement of fertilization by piperine in hamsters. Bangkok, Thailand. Mahidol Univ. *Biol. Abstr.* v. 104, n. 10, p. 1368, 1997.

POLTRONIERI, L.S. FERNANDO C.A. & OLINTO, G.R.N. Reaction of *Piper hispidinervium* to isolates of *Fusarium solani* f. sp. *piperis*. Centro de Pesquisa Agroflorestal da Amazonia Oriental, CPATU/EMBRAPA, Belém-PA, Brazil. **Biol. Abstr.** v. 104, n. 4, p. 1211, 1997.

POPINIGIS, F. **Fisiologia da semente**. Brasília : Ministério da agricultura, Agiplan, 1977. 289p.

PUZZI, D. **ABASTECIMENTO E ARMAZENAGEM DE GRÃOS**. INSTITUTO CAMPINEIRO DE ENSINO AGRÍCOLA. Campinas - SP. 603p. 1986.

REY, A.B. **Química tecnológica fundamental**. Física / Química Modernas. Ed. São Paulo : Fortaleza-CE. 1970.

ROSSETO, C. J. O Complexo de *Sitophilus* spp. (Coleoptera curculionidae) no Estado de São Paulo. In : Reunião Anual da Sociedade Brasileira para o Progresso da Ciência. Anais... Rio de Janeiro- RJ : SBPC. 1967.

SCAICO, M.A. ; RODRIGUES, M.D. ; MATA, M.E.R.M.C. **Pragas de grãos armazenados**. Campina Grande - PB : NTA. 1984. 99p.

SILVA, A.C. **Efeitos inseticida, deterrente e supressão alimentar de alguns extratos vegetais sobre *Ceratitis capitata* (Wiedmann, 1824) - (Diptera:Tephritidae) e *Ascia monuste orseis* (Hatrreille, 1819) - (Lepidoptera:Pieridae)**. Lavras : ESAL, 1990. 129p. ( Dissertação de Mestrado ).

SILVA, S.J. **Pré - processamento de produtos armazenados**. Juiz de Fora -MG : Instituto Editorial Maria. 1995. 509p.

SOUSA, J. G. A. Interação entre colheita, beneficiamento e armazenamento na qualidade das sementes de algodão herbáceo (*Gossypium hirsutum* L.). Campina Grande : UFPB, 1994. 66p. ( Dissertação de Mestrado ).

TROVÃO, D.M.B.M. Estudo sobre a forma e os efeitos da fosfina no controle das pragas do milho e do feijão armazenados em alguns municípios da região polarizada por Campina Grande. Campina Grande-PB : UFPB, 1994. 105p. ( Dissertação de Mestrado ).

**9 - ANEXOS**

## ANEXO 01

### Extrato de Pimenta - Dose Letal

**Quadro 02** - Extrato de pimenta do reino diluídos em álcool P.A. e água destilada, em quatro concentrações

n	ppm	Nº Mortes			Média mortes
		1ª Rep.	2ª Rep.	3ª Rep.	
100	0	0	0	0	0
100	100	18	24	20	20,67
100	500	42	49	43	44,67
100	800	100	98	100	99,33
100	1000	100	100	100	100
<b>DL<sub>50</sub></b>		<b>443,9ppm</b>	<b>415,2 ppm</b>	<b>435,3 ppm</b>	<b>431,1 ppm</b>
<b>DL<sub>90</sub></b>		<b>754,9ppm</b>	<b>753,9 ppm</b>	<b>753,7 ppm</b>	<b>753,3 ppm</b>

n - número total de observações ( insetos )

**Quadro 03** - Doses Letais obtidas através das interações entre as doses e as repetições do extrato de pimenta do reino

	16-INT. $X^2 = 145,981$ $P = 0,000$	18-INT. $X^2 = 194,048$ $p = 0,000$
1ª rep	DL <sub>50</sub> =446,0 ppm ( 272,22 à 630,68 ) DL <sub>90</sub> =769,6 ppm ( 589,53 à 1.028,40 )	DL <sub>50</sub> = 313,68 ppm DL <sub>90</sub> =1.253,87 ppm
2ª rep	DL <sub>50</sub> =413,05 ppm ( 242,38 à 593,41 ) DL <sub>90</sub> =736,67 ppm ( 560,03 à 990,78 )	DL <sub>50</sub> = 273,58 ppm DL <sub>90</sub> =1.093,58 ppm
3ª rep	DL <sub>50</sub> =436,14 ppm ( 2263,41 à 619,74 ) DL <sub>90</sub> =759,75 ppm ( 580,57 à 1.017,59 )	DL <sub>50</sub> = 301,83 ppm DL <sub>90</sub> =1.206,51 ppm
4ª rep	DL <sub>50</sub> =430,65 ppm ( 258,56 à 613,18 ) DL <sub>90</sub> =754,27 ppm ( 575,92 à 1.010,84 )	DL <sub>50</sub> = 294,62 ppm DL <sub>90</sub> =1.177,70 ppm

1ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800, 1.000 e 1.200 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 437,94$  I.C. ( 227,48 ; 670,11 )  
 $DL_{90} = 737,54$  I.C. ( 546,05 ; 1.299,48 )  
CHI - SQUARE = 41,072 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 16

C / Transf  $DL_{50} = 284,92$   
 $DL_{90} = 805,51$   
CHI - SQUARE = 90,458 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 16

1ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 438,34$  I.C. ( 78,80 ; 884,4 )  
 $DL_{90} = 738,89$  I.C. ( 497,43 ; 224,21 )  
CHI - SQUARE = 40,791 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 15

C / Transf  $DL_{50} = 291,3$   
 $DL_{90} = 887,7$   
CHI - SQUARE = 77,531 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 14

1ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 443,95$   
 $DL_{90} = 754,89$   
CHI - SQUARE = 37,687 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

C / Transf  $DL_{50} = 315,94$

$DL_{90} = 1.168,04$

CHI - SQUARE = 53,630 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

1ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100 e 500 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 553,93$

$DL_{90} = 1.000,87$

CHI - SQUARE = 13,527 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 10

1ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 422,07$

$DL_{90} = 749$

CHI - SQUARE = 31,828 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 14

C / Transf  $DL_{50} = 291,3$

$DL_{90} = 887,7$

CHI - SQUARE = 77,53 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 14

1ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 427,94$

$DL_{90} = 775,47$

CHI - SQUARE = 28,011 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

2ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800, 1.000 e 1.200 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 408,19$  I.C. ( 209,7 ; 620,03 )

$DL_{90} = 732,53$  I.C. ( 543,41 ; 1.234,91 )

CHI - SQUARE = 36,221 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 14

C / Transf  $DL_{50} = 245,81$

$DL_{90} = 781,10$

CHI - SQUARE = 73,156 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 14

2ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 408,77$  I.C. ( 89,14 ; 779,82 )

$DL_{90} = 734,58$  I.C. ( 496,13 ; 1.901,13 )

CHI - SQUARE = 35,892 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 20

C / Transf  $DL_{50} = 250,78$

$DL_{90} = 872,02$

CHI - SQUARE = 61,148 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

2ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 415,20$

$DL_{90} = 753,86$

CHI - SQUARE = 32,989 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

C / Transf  $DL_{50} = 270,04$

$DL_{90} = 1.183,59$

CHI - SQUARE = 39,535 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

2ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 379,48$

$DL_{90} = 749,84$

CHI - SQUARE = 22,773 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

C / Transf  $DL_{50} = 250,78$

$DL_{90} = 872,02$

CHI - SQUARE = 61,048 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

2ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 385,54$

$DL_{90} = 785,31$

CHI - SQUARE = 18,864 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 10

C / Transf  $DL_{50} = 270,04$

$DL_{90} = 1.183,59$

CHI - SQUARE = 39,535 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

3ª Repetição: Extrato de pimenta, em concentrações de 100 e 500 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 435,30$

$DL_{90} = 753,67$

CHI - SQUARE = 39,649 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

C / Transf  $DL_{50} = 302,55$

$DL_{90} = 1.181,94$

CHI - SQUARE = 53,243 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

Médias das repetições: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 424,79$  I.C. ( 83,98 ; 835,49 )

$DL_{90} = 739,06$  I.C. ( 497,40 ; 2.075,84 )

CHI - SQUARE = 38,768 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 17

C / Transf  $DL_{50} = 271,58$

$DL_{90} = 886,69$

CHI - SQUARE = 70,401 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

Médias das repetições: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 431,05$

$DL_{90} = 757,25$

CHI - SQUARE = 35,660 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

C / Transf  $DL_{50} = 294,21$

$DL_{90} = 1.190,77$

CHI - SQUARE = 47,278 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

Médias das repetições: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 402,66$

$DL_{90} = 752,24$

CHI - SQUARE = 27,870 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

C / Transf  $DL_{50} = 271,58$

$DL_{90} = 886,69$

CHI - SQUARE = 70,401 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

Médias das repetições: Extrato de pimenta, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 409,00$

$DL_{90} = 783,32$

CHI - SQUARE = 23,889 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

C / Transf  $DL_{50} = 294,21$

$DL_{90} = 1.190,77$

CHI - SQUARE = 47,278 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

## ANEXO 02

### Extrato de Croton - Dose Letal

**Quadro 04** - Extrato de croton diluídos em álcool P.A. e água destilada, em quatro concentrações

n	ppm	Nº Mortes			Média mortes
		1ª Rep.	2ª Rep.	3ª Rep.	
100	0	0	0	0	0
100	100	23	28	36	29
100	500	48	45	49	47,33
100	800	100	96	91	95,67
100	1000	100	99	100	100
<b>DL<sub>50</sub></b>	-	<b>411,8 ppm</b>	<b>419,4 ppm</b>	<b>413,1 ppm</b>	<b>416,6 ppm</b>
<b>DL<sub>90</sub></b>	-	<b>734,6 ppm</b>	<b>781,7 ppm</b>	<b>849,4 ppm</b>	<b>791,9 ppm</b>

n - número total de observações ( insetos )

**Quadro 05** - Doses Letais obtidas através das interações entre as doses e as repetições do extrato de croton

	INT.=14 $X^2 = 164,121$ $P = 0,000$	INT.=15 $X^2 = 194,048$ $p = 0,000$
1ª rep	DL <sub>50</sub> = 419,76 ppm ( 217,10 à 636,62 ) DL <sub>90</sub> = 796,26 ppm ( 586,08 à 1.177,94 )	DL <sub>50</sub> = 260,31 ppm DL <sub>90</sub> =1.470,96 ppm
2ª rep	DL <sub>50</sub> = 425,8 ppm ( 225,99 à 639,85 ) DL <sub>90</sub> = 802,3 ppm ( 594,27 à 1.121,86 )	DL <sub>50</sub> = 267,84 ppm DL <sub>90</sub> =1.513,48 ppm
3ª rep	DL <sub>50</sub> = 406,03 ppm ( 209,49 à 614,20 ) DL <sub>90</sub> = 782,53 ppm ( 578,97 à 1.095,02 )	DL <sub>50</sub> = 243,52 ppm DL <sub>90</sub> =1.376,05 ppm
4ª rep	DL <sub>50</sub> = 416,81 ppm ( 217,21 à 629,91 ) DL <sub>90</sub> = 793,31 ppm ( 586,03 à 1.111,39 )	DL <sub>50</sub> = 256,84 ppm DL <sub>90</sub> =1.451,34 ppm

1ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 406,74$  I.C. (44,16 ; 865,37)

$DL_{90} = 719,54$  I.C. ( 473,11 ; 2.305,24 )

CHI - SQUARE = 40,806 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 14

C / Transf  $DL_{50} = 253,95$

$DL_{90} = 845,85$

CHI - SQUARE = 68,890 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

1ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 411,82$

$DL_{90} = 734,62$

CHI - SQUARE = 38,087 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

C / Transf  $DL_{50} = 272,27$

$DL_{90} = 1.115,90$

CHI - SQUARE = 46,750 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

1ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100 e 500 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 496,24$

$DL_{90} = 940,81$

CHI - SQUARE = 18,145 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 10

1ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 381,34$

$DL_{90} = 733,61$

CHI - SQUARE = 28,375 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

C / Transf  $DL_{50} = 253,95$

$DL_{90} = 845,85$

CHI - SQUARE = 68,890 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

1ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 386,37$

$DL_{90} = 761,21$

CHI - SQUARE = 24,636 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

C / Transf  $DL_{50} = 272,27$

$DL_{90} = 1.115,90$

CHI - SQUARE = 46,750 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

2ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500, 800, 1.000 e 1.200 ppm  
e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 417,97$  39 I.C. ( 179,46 ; 657,66 )

$DL_{90} = 776,47$  I.C. ( 564,97 ; 1.380,25 )

CHI - SQUARE = 42,928 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 20

C / Transf  $DL_{50} = 240,16$

$DL_{90} = 858,85$

CHI - SQUARE = 80,059 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

2ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 419,39$  I.C. ( 1,63 ; 879,35 )

$DL_{90} = 781,66$  I.C. ( 512,51 ; 2.497,68 )

CHI - SQUARE = 42,156 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

C / Transf  $DL_{50} = 246,04$

$DL_{90} = 1.000,65$

CHI - SQUARE = 65,113 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

2ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 380,73$

$L_{90} = 801,74$

CHI - SQUARE = 25.854 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

C / Transf  $DL_{50} = 246,04$

$DL_{90} = 1.000,65$

CHI - SQUARE = 65,113 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

3ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500, 800 e 1.000 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 397,70$  I.C. ( - 227,85 ; 1.014,36 )

$DL_{90} = 798,14$  I.C. ( 498,25 ; 4.047,87 )

CHI - SQUARE = 47,800 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 12

C / Transf  $DL_{50} = 207,60$

$DL_{90} = 1.087,14$

CHI - SQUARE = 54,718 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

3ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 413,14$

$DL_{90} = 849,44$

CHI - SQUARE = 41,415 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 10

C / Transf  $DL_{50} = 225,65$

$DL_{90} = 2.027,40$

CHI - SQUARE = 28,262 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

3ª Repetição: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500 e 800

S / Transf  $DL_{50} = 335,05$

$DL_{90} = 827,83$

CHI - SQUARE = 22,901 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

C / Transf  $DL_{50} = 207,60$

$DL_{90} = 1.087,14$

CHI - SQUARE = 54,718 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

Médias das repetições: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm e, testemunha

S / Transf  $DL_{50} = 406,80$  I.C. ( -27,95 ; 901,32 )

$DL_{90} = 761,54$  I.C. ( 492,02 ; 2.690,92 )

CHI - SQUARE = 43,528 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 13

C / Transf  $DL_{50} = 236,04$

$DL_{90} = 955,30$

CHI - SQUARE = 64,462 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

Médias das repetições: Extrato de croton, em concentrações de 100, 500 e 800 ppm

S / Transf  $DL_{50} = 367,18$

$DL_{90} = 781,26$

CHI - SQUARE = 26,170 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 15

C / Transf  $DL_{50} = 236,04$

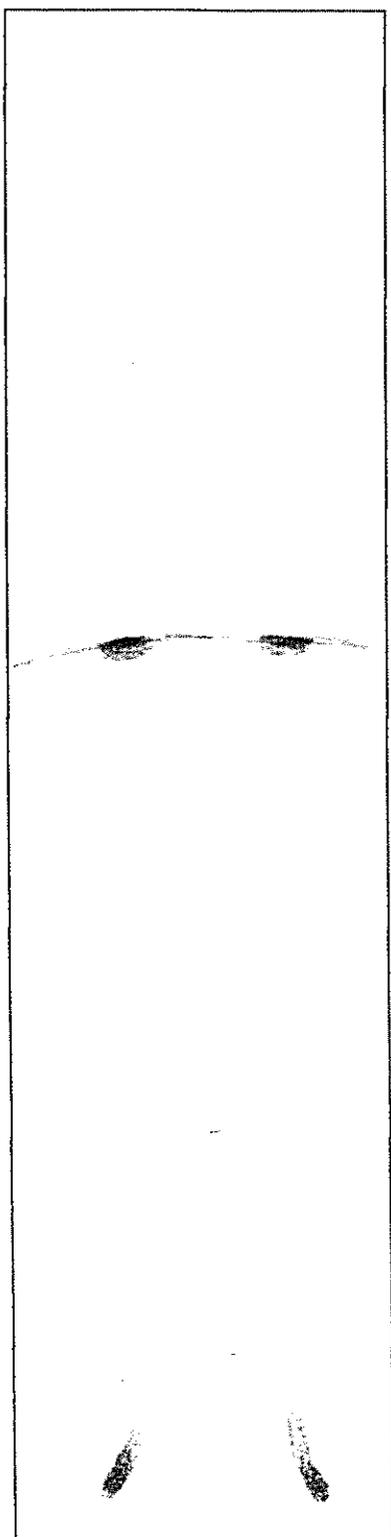
$DL_{90} = 955,30$

CHI - SQUARE = 64,462 P = 0,000 N° INTERAÇÕES = 11

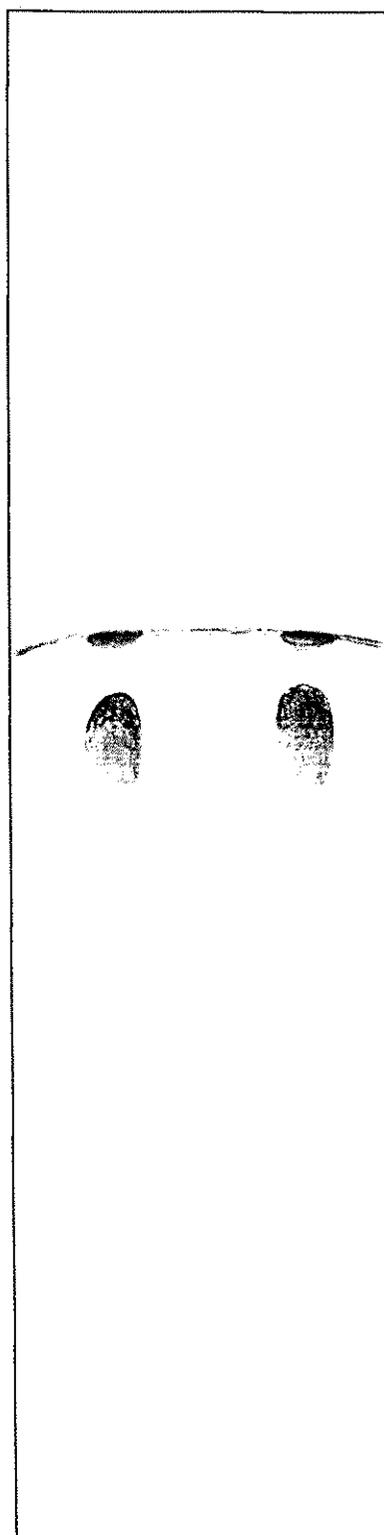
## RESULTADOS DA CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA

O resultado do primeiro teste, para os extratos de croton clorofórmio e pimenta clorofórmio apresentaram duas substâncias cada extrato, como mostra a Figura 17 e com relação ao extrato de croton n-hexano apresentou três substâncias e o extrato de pimenta n-hexano apresentou seis substâncias (Figura 18).

O resultado do segundo teste, identificaram as quantidades de substâncias existente para os seguintes extratos: de croton clorofórmio apresentaram duas substâncias e o de pimenta clorofórmio apresentaram quatro substâncias, como mostra a Figura 19 e com relação aos extratos croton n-hexano e pimenta n-hexano apresentaram cinco substâncias cada extrato (Figura 20).

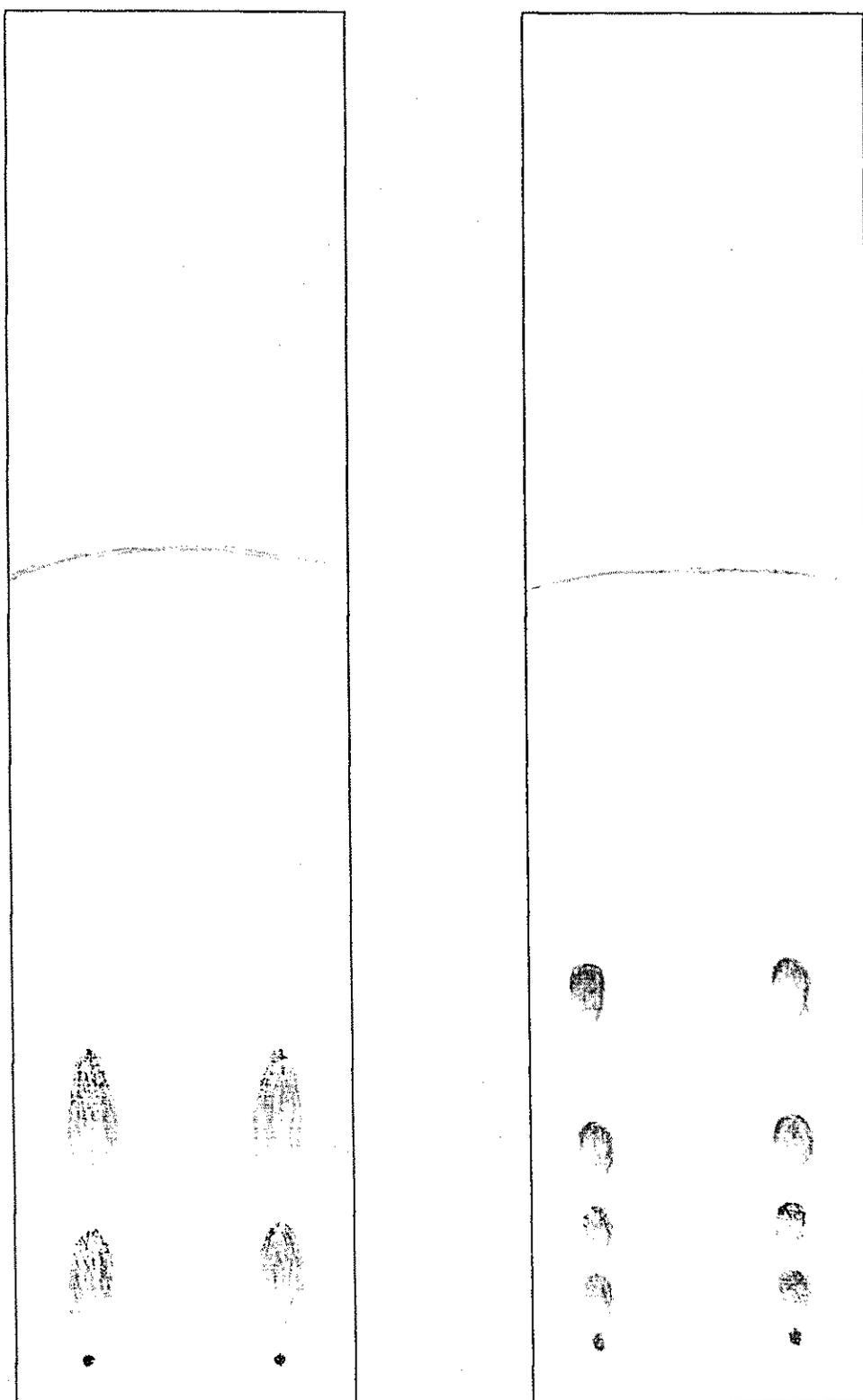


Croton cloroformio



Pimenta do reino cloroformio

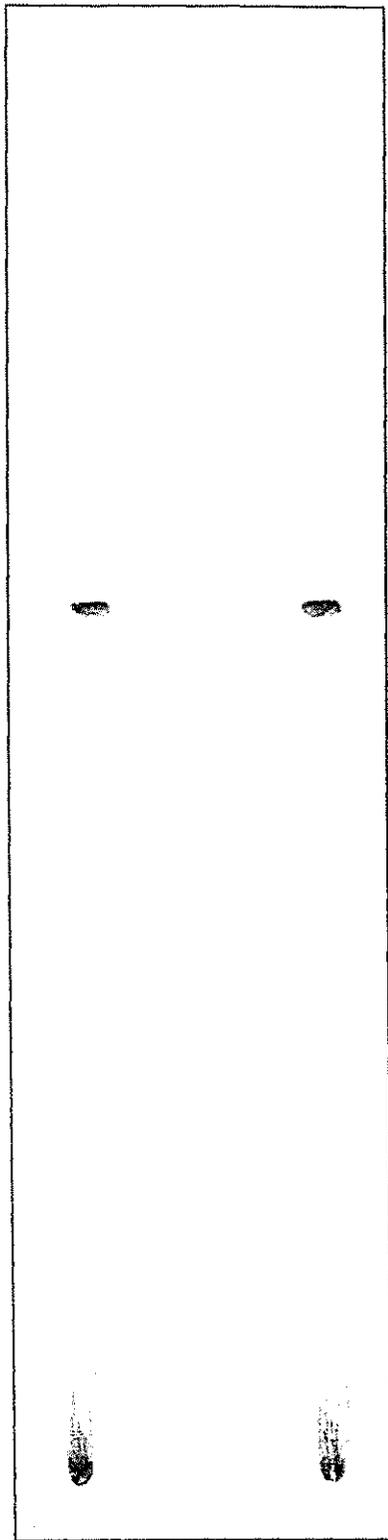
**Figura 17** - Resultado do primeiro teste das cromatografias de camada delgada da partição croton cloroformio e pimenta cloroformio, apresentando as substâncias migratórias (eluente Cloroformio e Metanol)



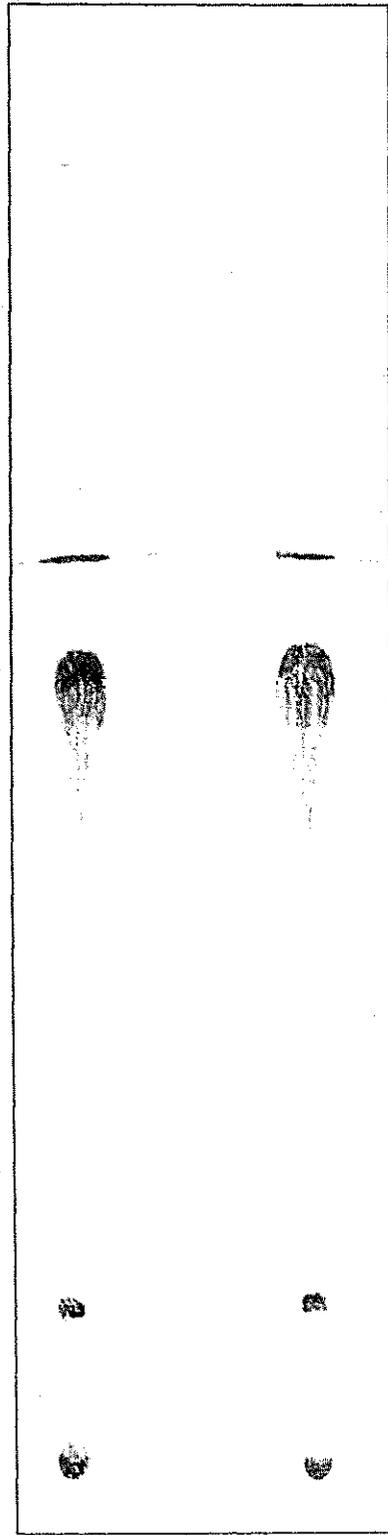
Croton n-hexano

Pimenta do reino n-hexano

**Figura 18** - Resultado do primeiro teste das cromatografias de camada delgada da partição croton n-hexano e pimenta n-hexano, apresentando as substâncias migratórias (eluente n-hexano e cloroformio )



Croton clorofôrmio



Pimenta do reino clorofôrmio

**Figura 19** - Resultado do segundo teste das cromatografias de camada delgada da partição croton clorofôrmio e pimenta clorofôrmio, apresentando as substâncias migratórias (eluente Clorofôrmio)

## NOMENCLATURA

<b>Símbolo</b>	<b>Nome</b>	<b>Unidade</b>
C =	Concentração da solução	mg / L ou ppm
m =	Massa da solução	mg
V =	Volume da solução	L
G.L. =	Grau de liberdade	
S.Q. =	Soma dos quadrados	
Q.M. =	Quadrados médios	
F. =	Teste de F ( Teste de Snedecor )	
MG =	Média geral	
CV(%) =	Coefficiente de variação	
DMS =	Desvio médio padrão	
DL =	Dose letal	mg / L ou ppm