



**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO DE PÓS-GRADUAÇÃO
COORDENADORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
NÚCLEO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA/PRODUÇÃO
VEGETAL**

RODRIGO DE CARVALHO BRITO

USO DE ÓLEOS ESSENCIAIS NO MANEJO DE *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera:Chrysomelidae, Bruchinae), EM GRÃOS DE CAUPI.

TERESINA, PIAUÍ – BRASIL

2015

RODRIGO DE CARVALHO BRITO

(Biólogo)

USO DE ÓLEOS ESSENCIAIS NO MANEJO DE *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera:Chrysomelidae, Bruchinae), EM GRÃOS DE CAUPI.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - Graduação em Agronomia da Universidade Federal do Piauí, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Agronomia, Área de Concentração: Produção Vegetal.

Orientadora: Prof.^a Dra. Lúcia da Silva Fontes

Coorientador: Dr. Paulo Henrique Soares da Silva

TERESINA, PIAUÍ – BRASIL

2015

FICHA CATALOGRÁFICA
Universidade Federal do Piauí
Biblioteca Setorial do Centro de Ciências Agrárias
Serviço de Processamento Técnico

B862u Brito, Rodrigo de Carvalho
Uso de óleos essenciais no manejo de *Callosobruchus maculatus*
Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae), em grãos de caupi. /
Rodrigo de Carvalho Brito – 2015.
60 f.: il.

Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Federal do
Piauí, Teresina, 2015.

Orientação: Prof^a. Dr^a.Lúcia da Silva Fontes

1 .Inseticidas botânicos 2. Caruncho de feijão 3.Grãos armaze-
nados I.Título


CDD 632.951

USO DE ÓLEOS ESSENCIAIS NO MANEJO DE *Callosobruchus maculatus* (FABR.) (COLEOPTERA: CHRYSOMELIDAE, BRUCHINAE), EM GRAÕES DE CAUPI.

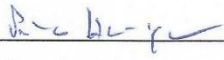
Rodrigo de Carvalho Brito
Ciências Biológicas

Aprovada em 26 / 03 / 2015

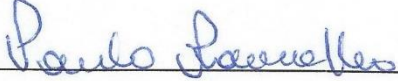
Comissão Julgadora:



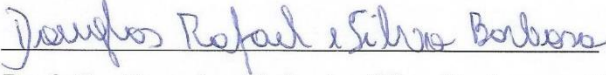
Profa. Dra. Lúcia da Silva Fontes – Presidente
CCN/UFPI



Dr. Paulo Henrique Soares Silva – Membro Externo
Embrapa Meio-Norte



Prof. Dr. Paulo Roberto Ramalho Silva – Membro Interno
FITO/CCA/UFPI



Prof. Dr. Douglas Rafael e Silva Barbosa – Membro Externo
IFPI

AGRADECIMENTOS

À Deus, por ser meu provedor, por estar sempre ao meu lado, por me dar sabedoria, paciência e coragem para enfrentar os obstáculos.

À minha família, em especial a minha mãe Paula Bráulio, por sempre acreditarem no meu potencial e me apoiarem nos meus estudos.

À Universidade Federal do Piauí, ao Centro de Ciências Agrárias e ao Centro de Ciências da Natureza, pelas oportunidades e experiências vividas.

À CAPES, pela bolsa concedida.

À minha orientadora Prof.^aDr.^a Lúcia da Silva Fontes, pela amizade, pela orientação e apoio ao longo das disciplinas, experimentos e estágio.

Aos professores do Programa de Pós - Graduação em Agronomia/ Produção Vegetal da Universidade Federal do Piauí, em nome do ilustre professor Dr. Edson Bastos, pelo valioso aprendizado ao longo do curso.

Ao Dr. Paulo Henrique, pelas valiosas orientações desde o projeto até a escrita da dissertação.

Ao Dr. Douglas, pela paciência e disposição em sanar minhas dúvidas ao longo de todo o trabalho.

À professora Dr.^a Graça Citó e as técnicas de laboratório Cherley Viana e Iara Silva pela análise química dos óleos.

À minha querida e estimada amiga e “mãe da pesquisa” Prof.^a Dr.^a Maria da Conceição Sampaio Alves, por sempre acreditar no meu potencial e pelo incentivo a busca de novos horizontes dentro da pesquisa acadêmica.

Aos amigos do Mestrado, pela amizade e companheirismo ao longo do curso, pelos grupos de estudo, pelos momentos de descontração, pelo incentivo a persistir quanto tudo parecia não ter solução. Keyla Cosme, Nayara Moraes, Rphael Lira, Chico Porto, Manoel Junior, André Rocha, Miryan Grazielle, João Silvestre, Luciano Moura, José Eduardo, José Ribamar, Paulo Dalton, Antônio Guaraná, Hygor Barreira, Raimundo Brito, Bruno Karvand, Diléia Rocha e José Roberto, o meu muito obrigado.

À minha amiga e companheira de curso Carolina Santana, pela sua amizade e cumplicidade ao longo desses anos.

À bolsista do Laboratório de Entomologia, minha amiga Karen Veloso, pelos apoio, amizade e disposição para ajudar nos experimentos.

Aos meus amigos biólogos Antônio Marcos, Wélida Flávio, Placiano Lima, Rafael Azevedo, Wesley Colombo, Junior Pereira e Roger Bagliano, pela grande amizade, pelos momentos de alegria e pela presença, ainda que virtualmente ao longo dessa jornada.

Ao secretário do programa, Sr. Vicente de Sousa Paulo, pelo apoio.

Muito obrigado a todos que direta ou indiretamente contribuíram para que eu chegasse até aqui e realizasse meu sonho de ser mestre.

“They laugh at me because I'm different; I laugh at they because they're all the same”

(Kurt Cobain)

USO DE ÓLEOS ESSENCIAIS NO MANEJO DE *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera:Chrysomelidae, Bruchinae), EM GRÃOS DE CAUPI.

Autor: Rodrigo de Carvalho Brito

Orientadora: Dr.^a Lúcia da Silva Fontes

RESUMO

O caruncho do feijão [*Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera:Chrysomelidae, Bruchinae)] é a mais importante praga do feijão-caupi armazenado. O seu controle tem sido feito principalmente com uso de fosfina, porém o uso de óleos essenciais tem sido pesquisado e recomendado como meio alternativo no controle de pragas de grãos armazenados. Assim, o presente trabalho teve por objetivo investigar os efeitos de óleos essenciais de *Betula lenta*, *Cinnamomum cassia*, *Citrus aurantium* var. *Amara* e *Acorus calamus* no tratamento de grãos de feijão-caupi [*Vigna unguiculata* (L.) Walp.] em condições de armazenamento, para o manejo de *Callosobruchus maculatus*. Foram realizadas análises de cromatografia gasosa e espectrometria de massas dos óleos essenciais. O efeito dos óleos essenciais sobre *Callosobruchus maculatus* foram avaliados com base nos testes de contato, fumigação e repelência. Os compostos majoritários encontrados foram Saliciato de metila (99%) para o óleo de *B. lenta*; Aldeído cinâmico (95%), Álcool cinâmico (2%), Cumarina (1,7%) e Benzaldeído (1%) para óleo de *C. cassia*; Limonene (99,9%) para o óleo de *C. aurantium* var. *Amara* e β -asarone (95%), α -asarone (5,0%) para o óleo de *A. calamus*. As CL₅₀ encontradas no teste de contato foram de 0,61; 0,63; 0,64 e 22,98 μ L/20g de feijão para os óleos de *A. calamus*, *B. lenta*, *C. cassia* e *C. aurantium* var. *Amara*, respectivamente. De acordo com os dados, o número de ovos e insetos emergidos diminuíram com o aumento das concentrações dos óleos essenciais. As CL₅₀ estimadas no teste de fumigação foram de 5,16; 8,24; 25,84 e 35,31 μ L/L de ar para os óleos de *A. calamus*, *B. lenta*, *C. aurantium* var. *Amara* e *C. cassia*, respectivamente. Com base nos dados do teste de repelência, todos os óleos se comportaram como antagonista à biologia de *C. maculatus*, sendo que estes exerceram atividade de deterrência contra a oviposição e emergência de adultos, principalmente nas maiores concentrações.

Palavras-chave: Inseticidas botânicos; Caruncho do feijão; Grãos armazenados.

ESSENTIAL OILS FOR USE IN MANAGEMENT *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae), IN COWPEA GRAINS.

Author: Rodrigo de Carvalho Brito

Guiding: Dr.^a Lúcia da Silva Fontes

ABSTRACT

The bean weevil [*Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae)] is the most important pest of the stored cowpea. Your control has been done mainly with the use of phosphine, but the use of essential oils has been researched and recommended as an alternative method in control of stored grain pests. Thus, the present study aimed to investigate the effects of essential oils of *Betula lenta*, *Cinnamomum cassia*, *Citrus aurantium* var. *Amara* e *Acorus calamus*, in the treatment of cowpea beans [*Vigna unguiculata* (L.) Walp.] in storage conditions, for the management of *Callosobruchus maculatus*. Gas chromatography and mass spectrometry analyzes of essential oils were made. The effect of essential oils on *Callosobruchus maculatus* were evaluated based on the contact testing, fumigation and repellent. The major compounds were found were Methyl salicylate (99%), for the oil of *B. lenta*; Cinnamic aldehyde (95%), Cinnamic alcohol (2%), Coumarin (1.7%) and benzaldehyde (1%) to the oil of *C. cassia*; Limonene (99.9%) to the oil of *C. aurantium* var. *Amara* e β -asarone (95%), α -asarone (5,0%) to the oil of *A. calamus*. The LC₅₀ found in the patch test were 0,61; 0,63; 0,64 e 22,98 μ L/20g of bean for oil of *A. calamus*, *B. lenta*, *C. cassia* e *C. aurantium* var. *Amara*, respectively. According to the data, the number of eggs and emerged insects decreased with increasing concentrations of the essential oils. The LC₅₀ estimated in the fumigation test were 5,16; 8,24; 25,84 e 35,31 μ L/L of air for the oils of *A. calamus*, *B. lenta*, *C. aurantium* var. *Amara* e *C. cassia*, respectively. Based on the repellency test data, all oils behaved as antagonistic to *C. maculatus* biology, and these exercised deterrence activity against oviposition and adult emergence, especially in higher concentrations.

Keywords: Botanical insecticides; Cowpea weevil; Stored grains.

LISTA DE FIGURAS

	Página
1. Adultos de <i>Callosobruchus maculatus</i> (a - macho) e (b - fêmea) e representação ilustrada de (BROWN e DOWNHOWER, 1988)	18
2. Teste de contato, com grãos tratado com óleo essencial.....	27
3. Teste de fumigação.....	28
4. Teste de repelência feito com arena do tipo olfatômetro.....	29
5. Número total de ovos de <i>Callosobruchus maculatus</i> em grãos de feijão-caupi tratados com óleos essenciais: (1) <i>Betula lenta</i> ; (2) <i>Cinnamomum cassia</i> ; (3) <i>Citrus aurantium</i> var. <i>Amara</i> ; (4) <i>Acorus calamus</i>	35
6. Número total de adultos emergidos de <i>Callosobruchus maculatus</i> em grãos de feijão-caupi tratados com óleos essenciais: (1) <i>Betula lenta</i> ; (2) <i>Cinnamomum cassia</i> ; (3) <i>Citrus aurantium</i> var. <i>Amara</i> ; (4) <i>Acorus calamus</i>	36

LISTA DE TABELAS

	Página
Tabela 1 - Constituintes majoritários dos óleos essenciais de <i>Acorus calamus</i> , <i>Betula lenta</i> , <i>Cinnamomum cassia</i> e <i>Citrus aurantium</i>	30
Tabela 2 - Toxicidade por contato de óleos essenciais sobre adultos de <i>Callosobruchus maculatus</i>	32
Tabela 3 - Efeito fumigante de óleos essenciais sobre adultos de <i>Callosobruchus maculatus</i>	37
Tabela 4 - Número de ovos e adultos emergidos de <i>Callosobruchus maculatus</i> em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de <i>Betula lenta</i> em teste de repelência.....	39
Tabela 5 - Número de ovos e adultos emergidos de <i>Callosobruchus maculatus</i> em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de <i>Cinnamomum cassia</i> em teste de repelência	40
Tabela 6 - Número de ovos e adultos emergidos de <i>Callosobruchus maculatus</i> em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de <i>Citrus aurantium</i> var. <i>Amara</i> em teste de repelência.....	41
Tabela 7 - Número de ovos e adultos emergidos de <i>Callosobruchus maculatus</i> em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de <i>Acorus calamus</i> em teste de repelência.....	42

SUMÁRIO

RESUMO	vii
LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS.....	x
1. INTRODUÇÃO	12
2. REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1 Feijão-caupi: Características gerais.....	14
2.2 Armazenamento inadequado de grãos.....	15
2.4 Controle químico	19
2.5 Meios alternativos à redução da utilização de produtos químicos no controle de insetos-pragas	19
2.6 <i>B. lenta</i>, <i>C. cassia</i>, <i>C. aurantium</i> var. <i>Amara</i> e <i>A. calamus</i>: Características e uso.....	22
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	24
3.1 Criação de <i>Callosobruchus maculatus</i>	24
3.2 Eliminação da infestação e equilíbrio da umidade dos grãos	24
3.3 Óleos essenciais	25
3.4 Cromatografia gasosa e espectrometria de massas	25
3.5 Testes preliminares	25
3.6 Teste de toxicidade por contato	26
3.7 Teste de toxicidade por fumigação	27
3.8 . Teste de repelência	28
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	29
4.1 Análise Cromatográfica	29
4.2 Teste de contato	32
4.3 Teste de fumigação	37
4.4 Teste de repelência	38
5. CONCLUSÃO.....	44
6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	45
7. ANEXOS	55

1. INTRODUÇÃO

O feijão-caupi [*Vigna unguiculata* (L.) Walp] representa um alimento básico para as populações de baixa/média renda, é amplamente cultivado em países em desenvolvimento, por ser fonte de proteína, carboidratos, vitaminas, minerais e baixa quantidade de gordura.

No Brasil, o feijão-caupi tem sua produção mais concentrada nas regiões Norte e Nordeste e sua comercialização é feita na forma de grãos secos ou verdes para consumo humano, porém pode ser empregado como forragem verde, na fabricação de ração animal, farinhas, dentre outros alimentos.

Muitas perdas por ataque de pragas são observadas ao longo das diferentes fases fenológicas do cultivo do feijão-caupi, assim como, no período de armazenamento.

O caruncho *Callosobruchus maculatus*, é a principal praga do feijão-caupi armazenado, pois, se trata de uma praga primária que tem alta capacidade de infestação cruzada (GALLO et al., 2002). A contaminação inicial pode ocorrer no campo ou no armazém, pela introdução de adultos, larvas e ovos, que juntamente com material proveniente do campo (grãos, vagens, máquinas e/ou sacarias), chegam aos armazéns, contaminando também os grãos já armazenados. Por outro lado, grãos aparentemente sadios provenientes do campo podem ser contaminados nos armazéns quando medidas preventivas, tais como, limpeza e desinfestação a cada safra, não são tomadas (GALLO et al., 2002; EMBRAPA, 2015).

O armazenamento inadequado, sem nenhuma prevenção em termos de defesa fitossanitária, tem sido responsável por grandes perdas no período do armazenamento.

Geralmente o controle dessa praga é feito com o uso de fosfina, por meio de expurgo, porém esse tipo de controle químico tem suas ineficiências relatadas, tais como: resistência de insetos, riscos à saúde humana, ação sobre organismos não-alvos, dentre outros.

Diante de tantos efeitos negativos para com o meio ambiente e a saúde, provocados pelo uso indiscriminado desse produto, várias pesquisas têm sido feitas em busca de meios alternativos a redução do uso de produtos químicos. Dentre as possibilidades, têm-se estudado o uso de produtos bioativos

proveniente do metabolismo secundário das plantas, que tenham ação efetiva contra pragas e que não causem maiores danos a natureza e ao homem.

Assim, o presente trabalho teve por objetivo investigar os efeitos de óleos essenciais de *Betula lenta*, *Cinnamomum cassia*, *Citrus aurantium* var. *Amara* e *Acorus calamus* no tratamento de grãos de feijão-caupi [*Vigna unguiculata* (L.) Walp.] em condições de armazenamento, para o manejo de *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae).

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Feijão-caupi: Características gerais

O feijão-caupi [(*Vigna unguiculata* (L.) Walp.)] é uma planta pertencente à Divisão das Dicotiledôneas; Ordem Fabales (VERDCOURT, 1970), à Família Fabaceae, subfamília Papilonoidea, gênero *Vigna* (ALMEIDA et al., 2005). Distribuídas no mundo inteiro, as espécies do gênero *Vigna* são cultivadas em regiões de clima tropical e subtropical (ALMEIDA et al., 2009), com grande produção na África Ocidental, Brasil e Índia. Além disso, é produzida no sul dos Estados Unidos, sendo este o único país desenvolvido envolvido na produção em massa (FERY, 1981; RACHIE, 1985). No Brasil é conhecida por vários nomes, e, de acordo com a região do país, essa leguminosa é chamada de feijão miúdo (Região Sul), feijão fradinho (Estado do Rio de Janeiro), feijão catador e feijão gurutuba no norte de Minas Gerais e em algumas regiões da Bahia. No Nordeste é conhecido como feijão macassar e feijão-de-corda, na Região Norte, feijão praia e feijão de estrada (FREIRE FILHO et al., 2005).

Plantas do gênero *Vigna* apresentam porte trepador, semiereto ou ereto, com caules estriados e glabrescentes, ou seja, tendem a perder os pelos que estão dispostos nas suas hastes. Suas folhas são trifoliadas, apresentam poucas flores que formam pequenos grupos semelhantes a cachos partindo da base dos pecíolos das folhas. Cada flor apresenta cinco estames e suas pétalas variam em cores que podem ser amarelas, brancas e violetas. Apresentam vagens cilíndricas, lineares e lisas, com inúmeras sementes, que apresentam uma variedade de cores, sendo que a maioria é de cor branca amarelada com hilo escuro, de horla castanha ou negra, tornando-o evidente e de fácil identificação. As vargens são do tipo deiscentes, uma vez secas, se abrem facilmente pela sutura, permitindo que as sementes saiam (LIBERATO, 1999).

Em meados do século XVI, durante o processo de colonização, acredita-se que o feijão-caupi chegou ao Brasil. A espécie foi se adaptando ao longo do tempo através de um processo de seleção natural feita pelas novas condições de habitat, principalmente nas Regiões Nordeste e Norte do Brasil (FREIRE FILHO, 1981).

Segundo Bezerra et al., (2008) no Brasil, em especial nas regiões Norte e Nordeste, o feijão-caupi tem uma participação significativa nas questões sociais e econômicas, porque sua atividade de produção gera e fixa mão de obra no campo, e proporciona um grande impulso para o comércio local em muitos países desenvolvidos onde é produzido, favorecendo aumento de emprego, alimentando a força econômica destas regiões (GBAYE e HOLLOWAY, 2011).

Essa leguminosa se destaca como uma das principais personagens dentro da agricultura de subsistência para os pequenos/médios produtores rurais (AZEVEDO et al., 2007), por ser utilizada em dietas como fonte de proteínas em vários países subdesenvolvidos, uma vez que a proteína animal é bastante onerosa nesses países (GBAYE e HOLLOWAY, 2011).

A composição química do feijão-caupi é semelhante a outras leguminosas quanto às reservas de proteínas, sendo excelente fonte de aminoácidos, rica em açúcares, lipídeos, ferro, fósforo, cálcio, potássio e vitaminas. Além disso, é considerado um dos grãos com maior teor de ácido fólico e vitaminas do complexo B (HALL et al., 2003; MOUSINHO, 2005), tornando-o indispensável na mesa de muitos no mundo inteiro.

Essa espécie é bem difundida nas Regiões Norte e Nordeste em decorrência de sua produção rústica com baixos custos. Além de ser considerado um alimento básico para as populações de baixa renda, apresenta boa adaptação as condições do semiárido (FIGUEIRAS et al., 2009).

2.2 Armazenamento inadequado de grãos

Segundo Quirino (2011) após a colheita e beneficiamento de produtos agrícolas, o produtor pode optar pelo armazenamento destes para utilizá-los em períodos de escassez ou então na espera por preços mais rentáveis e que gere maiores lucros. O armazenamento de produtos agrícolas tem por objetivo manter as características quantitativas e qualitativas dos mesmos, observadas assim que são beneficiados e durante períodos prolongados de tempo.

O baixo rendimento do feijão-caupi está diretamente ligado ao nível de tecnologia empregada e as perdas ocorrem não só em condições de campo na época da colheita, mas principalmente após o beneficiamento, no período de armazenamento (BRACCINI e PIKANÇO, 1995). Contudo, fatores internos e

externos podem comprometer a qualidade do produto armazenado, dentre esses fatores externos podemos citar a presença de insetos-pragas (SCHEEPENS et al., 2011). Pragas de grãos armazenados são tidas como severas, pois sua densidade populacional está sempre acima do dano econômico, isto porque se trata geralmente de uma praga primária e as perdas que já poderiam ser aceitas já ocorreram no campo e, desta forma, não é mais permitida perdas no período de armazenamento. Conseqüentemente, o nível de controle para estas pragas é igual a zero, o que significa que a presença de um único indivíduo no grão armazenado, por si só já se cogita a aplicação de métodos de controle (UFLA, 2011).

A venda do feijão-caupi é feita de forma artesanal através dos mercados varejistas e atacadistas, onde grande parte do armazenamento, geralmente, ocorre no próprio local de distribuição, sem qualquer tratamento contra pragas, em termos de tratamentos exigidos pela vigilância sanitária (SOUSA et al., 2008), pois é neste momento que os grãos são mais susceptíveis ao ataque de insetos-praga, o que acarreta perda da qualidade dos grãos e conseqüentemente seu valor de mercado (LOPES et al., 2000).

O grão de feijão contém uma grande quantidade de água livre presente em suas moléculas, o que caracteriza-o como um alimento com alto índice perecível, tornando-o susceptível ao ataque de microrganismos, insetos e fungos (EMBRAPA, 2012).

Perdas de grãos devido à infestação de insetos durante o armazenamento podem atingir valores de 5-10% na zona temperada e 20-30% ou mais nas regiões tropicais e subtropicais, especialmente em países em desenvolvimento (RAJENDRAN e SRIRANJINI, 2008; PHILLIPS e THRONE, 2010).

2.3 Insetos pragas e a qualidade do feijão-caupi: *Callosobruchus maculatus*

Perdas causadas por insetos incluem não só o consumo direto de grãos, mas também a acumulação de exúvias, insetos vivos e mortos, produtos de insetos, tais como excreções químicas ou seda, além de fragmentos do corpo de insetos. Alta infestação podem resultar num grão de baixo potencial

alimentar, impróprio para o consumo humano em termos de quantidade e qualidade (PHILLIPS et al., 2014).

Faroni e Sousa (2006) enumeram algumas espécies que podem causar essas perdas em grãos de feijão durante o período do armazenamento, sendo os principais: *Zabrotes subfasciatus* (Boh.), *Plodia interpunctella* (Hübner), *Acanthoscelides obtectus* (Say), e *Callosobruchus maculatus* (Fabr., 1775).

O caruncho *C. maculatus* é a mais importante praga do feijão-caupi armazenado, por ser uma praga que inicia seu ataque no campo e se prolonga da colheita até o armazenamento (OLIVEIRA et al., 1984).

Ao consumir parte dos grãos, os insetos causam redução no peso da massa, reduzindo significativamente o valor nutritivo e o potencial germinativo das sementes, além de facilitar a entrada e instalação de patógenos secundários (SANTOS e VIEIRA, 1971).

Características estéticas dos grãos podem afetar o valor comercial e restringir o consumo humano, por exemplo, a simples presença de insetos adultos ou ovos nos grãos, e até mesmo a constatação do odor característico que estes exalam caracterizam o produto como sendo de baixa qualidade (BASTOS, 1973).

A espécie *C. maculatus* é originária da África e é considerada dominante (DOBIE et al., 1984; HAINES, 1989), por ser um inseto cosmopolita distribuído no continente Africano, América do Sul e América Central, no Mediterrâneo, na região Norte, Sul e Sudeste da Ásia, no continente Europeu, Canadá e Estados Unidos da América (PADIL, 2010).

Os adultos de *C. maculatus* tem seu corpo dividido em cabeça, tórax e abdome com élitros assinalados com três manchas mais escuras, de tamanhos diferentes (GALLO et al., 2002). O macho e a fêmea de *C. maculatus* são facilmente distinguidos um do outro quando observa-se sua aparência geral. A coloração dos élitros que cobrem o abdômen é considerada a característica mais marcante. Na fêmea o élitro é alargado de cor escura em ambos os lados. No macho, o élitro é menor com poucas listras. Geralmente as fêmeas são maiores que os machos. Em algumas linhagens, as fêmeas são de coloração preta e os machos de coloração marrom, mas em outras, ambos os sexos são marrons (Figura 1) (BECK e BLUMER, 2014).

As fêmeas fixam seus ovos na superfície das sementes. No período de 3-5 dias as larvas eclodem e perfuram o tegumento da semente, danificando os cotilédones subjacentes à medida que se alimentam. As fases seguintes (larval e pupal) ocorrem no interior das sementes. Ainda sob a superfície das sementes, as larvas demarcam as saídas chamadas “janelas de emergência”, por onde mais tarde emergirão os novos adultos (EDDE e AMATOBI, 2003; MESSINA e JONES, 2009).

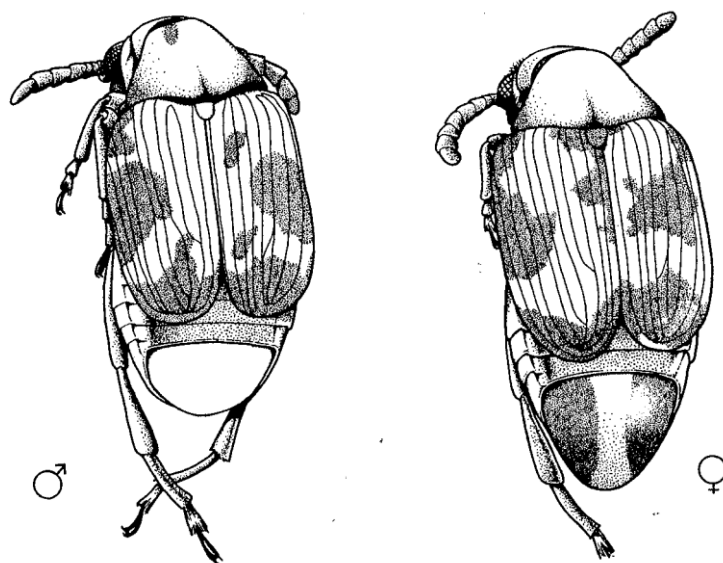


Figura 1: Adultos de *Callosobruchus maculatus* (a - macho) e (b - fêmea) e representação ilustrada de (BROWN e DOWNHOWER, 1988).

A fase larval dura cerca de catorze dias e a pupal dezesseis. Os adultos apresentam longevidade de sete a nove dias e a razão sexual de 1:1 (GALLO et al., 2002). Os adultos estarão maduros sexualmente entre 24 e 36 horas

após a emergência e durante o seu tempo de vida, relativamente curto, não necessitam de água e comida para sobreviver (BECK e BLUMER, 2014).

2.4 Controle químico

O controle de insetos-praga de grãos e sementes armazenados com produtos químicos é geralmente feito com a fosfina (PH₃) na forma de expurgo de grãos a granel: 2 pastilhas chatas/m³ e expurgo de grãos em sacaria: 10 comprimidos/m³, que ocorre pela liberação dos gases da decomposição do produto comercial e não deve exceder a 0,3 ppm no ambiente de armazenamento (ANVISA, 2013).

Segundo Bogamuwa et al., (2002) *C. maculatus* tem sido relatado como resistente a certos tratamentos, tais como a fosfina fumigante, inseticidas a base de dimetoato, permetrina e carbossulfano.

Embora os produtos químicos sintéticos como organofosforados, carbamatos, piretróides, neonicotinóides e fumigantes como fosfina estão aparentemente disponíveis para uso como métodos de controle de insetos, ainda assim o controle dessas pragas não é uma tarefa fácil. Em um mundo cada vez mais regulamentado, a excessiva dependência de inseticidas químicos e fumigantes está sob crescentes restrições. Isso por causa de riscos de toxicidade já documentado para organismos não-alvo, incluindo usuários, o alto custo de aplicação e os impactos ambientais causados por inseticidas químicos (BELL e WILSON, 1995; BUGHIO e WILKINS, 2004; BOYER et al., 2012).

2.5 Meios alternativos à redução da utilização de produtos químicos no controle de insetos-pragas

Fumigantes sintéticos e inseticidas de ação residual, tem sido os mais sugeridos em protocolos atuais para o controle de coleópteros, mesmo sabendo que esses são produtos potenciais a criar riscos ao meio ambiente e à saúde humana (FAO, 1994).

A fosfina é de uso restrito a aplicadores de inseticidas autorizados pois, requer precauções e habilidade específicas. A manipulação desses produtos em residências, onde a maioria dos grãos são frequentemente armazenados, é tida como inexecutável e potencialmente perigosa (FAO, 1994).

Pesquisas apontam que em alguns casos a perda de viabilidade em sementes pode ser causada pelo efeito residual de fumigantes sintéticos (FAO, 1994). A exposição acidental a alguns inseticidas tem sido associada com má formação fetal, disfunções imunes e até mesmo câncer (NIGAM e VENKATAKRISHNA, 2001).

Diante de tantos efeitos negativos, surge então uma crescente atenção para as ditas “estratégias alternativas à redução do uso de produtos químicos” no manejo de pragas de grãos. Os “bioinseticidas” representam uma das melhores estratégias para o desenvolvimento de alternativas eco-amigável e relativamente segura para o manejo de pragas (ISMAN, 2006).

Os produtos derivados de plantas provaram ser eficientes, livres de resíduos, baixo custo e biodegradável. Portanto, a utilização desses produtos chamou a atenção de cientistas e formuladores de políticas em países menos desenvolvidos (GAHUKAR, 2010, 2014), onde a biodiversidade vegetal tenha fornecido uma fonte excelente de substâncias biologicamente ativas (VIR, 2007). Como tal, mais de 2500 espécies de plantas pertencentes a 235 famílias possuem atividade biológica contra várias pragas (SAXENA, 1998).

Conforme Regnault-Roger et al., (2012) os “bioinseticidas” representam a melhor opção para o controle de insetos pragas inclusive em grãos armazenados em países em desenvolvimento, por serem de baixo custo, eficiente, seguro e de fácil processamento e aplicação.

Produtos à base de vegetais são uma fonte potencialmente importante de inseticidas botânicos, no entanto, eles têm várias desvantagens em termos de comercialização: abrangendo a produção em massa de um extrato ativo ou composto, a deliberação de uma metodologia de teste padrão para o controle de produtos finais, a preparação de testes de segurança ou de toxicidade para o registro do produto em uma agência de elegíveis qualidade, e a atividade relativamente baixa quando comparada com os inseticidas sintéticos.

Considerando as desvantagens dos produtos desenvolvidos como inseticidas, a utilização de óleos essenciais podem oferecer uma chance para superar estes problemas, porque pode ser obtido em grandes quantidades e há muitos exemplos de uso empírico e com segurança em alimentos, cosméticos e produtos farmacêuticos. De fato, com algumas exceções, óleos essenciais

têm, em grande parte baixa toxicidade ou não são tóxicos para os mamíferos, aves e peixes (STROH et al., 1998).

Óleos essenciais de plantas contêm metabólitos secundários com componentes aromáticos fortes que dão às plantas um distinto odor, sabor ou aroma. São líquidos à temperatura ambiente, de natureza lipofílica, têm densidade menor que a água e contém uma série de componentes bioativos (ADEBAYO et al., 1999; BOUMAIL et al., 2013; CHAUBEY, 2007; LIU et al., 2011).

A maioria das plantas possuem cerca de 1-2% de óleos essenciais, mas podem conter quantidades que variam de 0,01 a 10% desses compostos (KOUL et al., 2008). Esses óleos apresentam atividade inseticida (TRIPATHI et al., 2002; KIM et al., 2003a; ABDEL-SATTAR et al., 2010), e contém numerosos produtos químicos bioativos contra uma variedade de pragas de insetos de grãos armazenados (KIM et al., 2010; LIU et al., 2011; CHU et al., 2012).

A atividade inseticida dos óleos essenciais é atribuída a compostos secundários ricos em terpenos, como os monos e sesquiterpenos, ou dos fenilpropanos, além de outros grupos menores (PRATES e SANTOS, 2002).

Com bastante diversidade e riqueza, e a flora brasileira, tem fornecido substâncias que podem ser exploradas, isoladas e compostos com atividade inseticida, que contribui para a produção de alimentos saudáveis, orgânicos livres de agroquímicos (ROEL, 2001). A maioria destas substâncias provém do metabolismo secundário das plantas que atuam contra a ação de microrganismos, vírus, insetos, e outros patógenos ou predadores (WALLER, 1999).

Os inseticidas botânicos são referenciados como promissores para o manejo integrado de *C. maculatus* nas unidades de armazenamento, atuando por contato, ingestão e fumigação (ALMEIDA et al., 2005; BRITO et al., 2006; SOUSA et al., 2005). Seus efeitos podem ser vistos em variáveis como mortalidade, efeitos no crescimento, repelência, redução na oviposição e na emergência de adultos (BOEKE et al., 2004; KET OH et al., 2005; LALE e ABDULRAHMAN, 1999; PASCUAL-VILLALOBOS e BALLESTA-ACOSTA, 2003).

Zandi-Sohani et al., (2012) testaram o efeito repelente e fumigante do óleo essencial de *Lantana camara* sobre *C. maculatus* onde os resultados mostraram que a concentração de 0,4 $\mu\text{L cm}^{-2}$ causou repelência de 97,4 e 100% após 2 e 4 h de exposição, respectivamente, além disso o óleo foi mais tóxico para adultos quando aplicado por fumigação, onde as respostas variaram de acordo com o gênero do inseto e o tempo de exposição.

Pereira et al., (2008) testaram 10 tipos de óleos, sendo 5 essenciais e 5 fixos e observaram que óleos essenciais provocaram alta mortalidade por contato, reduzindo significativa no número de ovos e de adultos emergidos de *C. maculatus*, já os óleos fixos, apresentaram menor ação por contato.

2.6 *B. lenta*, *C. cassia*, *C. aurantium* var. *Amara* e *A. calamus*: Características e uso.

As famílias botânicas Apiaceae, Asteraceae, Cupressaceae, Lamiaceae, Lauraceae, Myrtaceae, Piperaceae, Poaceae, Rutaceae, Zingiberaceae tem tido seus compostos do metabolismo secundário estudados e aprontados como tendo propriedades inseticidas sobre uma gama de insetos-pragas (RAJENDRAN e SRIRANJINI, 2008).

Plantas como *Betula lenta*, *Cinnamomum cassia*, *Citrus aurantium* var. *Amarae* e *Acorus calamus* tem tido os seus efeitos inseticida comprovados sobre diferentes tipos de pragas. Estas espécies apresentam características peculiares, em especial nos seus óleos essenciais, por serem ricos em compostos que apresentam atividade tóxica sobre uma diversidade de pragas, em especial as de grãos armazenados (JUNIOR et al., 2010; IŞIKBER et al., 2009; KIM et al., 2003b).

O gênero *Betula* possui cerca de 50 espécies de plantas que apresentam porte de árvore ou arbusto, ocorrendo nas partes mais frias do hemisfério norte (WEAVER, 1978). *B. lenta* é uma planta ornamental pertencente à família das Betulaceae, conhecida popularmente por Bétula Doce, que geralmente ocorre no nordeste dos Estados Unidos. Suas folhas e galhos quando macerados liberam um odor caraterístico do tipo doce, fazendo referência ao seu nome popular. A sua denominação específica, *lenta*, é derivado a partir dos ramos flexíveis, o que caracterizam a espécie (LAMSON, 2015).

C. cassia é uma espécie de planta originária e amplamente cultivada no sul da China, e no sul e leste da Ásia (Índia, Indonésia, Laos, Malásia, Taiwan, Tailândia e Vietnã), pertencente à família das Lauraceae. O óleo de canela pode ser obtido a partir da hidrodestilação das folhas e de ramos novos; ele é usado como agente aromatizante. A planta tem uso medicinal como um carminativo (aquele que evita a formação de gases na região intestinal) e a casca quando seca é fonte de um importante tempero, a canela em talo ou pó (LI et al., 2015).

C. aurantium var. *Amara* é uma variedade de planta pertencente à família Rutaceae, conhecida popularmente como Laranja Amarga. O gênero *Citrus* reúne plantas que são verdes durante o ano todo, não apresentando período de repouso e podem viver vários séculos (ALVES e MELO, 2015). A Laranja amarga tem uso medicinal como estimulante e inibidor de apetite. Muitas variedades de laranjas amarga são utilizadas para a produção de óleo essencial empregado na fabricação de perfume e aromatizantes. *C. aurantium* var. *Amara* é uma árvore perene e espinhosa nativa do sul do Vietnã, mas é amplamente cultivada em outras regiões. É usada com enxerto para outros Citros, na fabricação de licores e na obtenção de óleos essenciais extraídos a partir das flores e dos frutos pelo processo de hidrodestilação (EXPLOREAGRI, 2015; WIKIPEDIA, 2011).

Acorus calamus é uma planta pertencente à família das Araceae, conhecida popularmente por Cálamo, de porte herbáceo, encontrada em ambientes aquáticos e/ou semi-aquáticos de regiões de clima temperado. Suas flores são de cor esbranquiçada e exalam um agradável aroma com cheiro de citros, embora tenha um sabor amargo. A partir de seu rizoma é obtido um óleo essencial bastante utilizado na medicina popular, na produção de perfumes e óleos sagrados. Seu óleo essencial tem sido empregado como antifúngico, antibacteriano e inseticidas, o que tem sugerido uma investigação mais aprofundada para descoberta de novos compostos orgânicos a serem utilizados na medicina e na agricultura moderna (MOTLEY, 1994).

Materiais vegetais das espécies anteriormente descritas têm sido testados com sucesso, apresentando resultados promissores. A espécie *Betula lenta* quase não é citada na literatura com propriedades inseticidas, porém Işıkber et al., (2009) obtiveram resultados satisfatórios ao testarem diversos

óleos, dentre eles o de *Betula lenta*, contra ovos de três tipos de insetos-pragas, sendo este o mais tóxico para ovos de *Ephestia kuehniella* e *Plodia interpuctela*.

Diversos experimentos feitos com espécies pertencentes aos gêneros *Cinnamomum* e *Citrus* comprovaram a atividade inseticida a *C. maculatus*, tais como, *Cinnamomum canfora* (L.), (RAJAPKSE e VAN EMDEN, 1977), *Cinnamomum zeylanicum* e *Cinnamomum tamala* (MAHDI et al., 2008), *Cinnamomum aromaticum* (ISLAM et al., 2009), *Citrus aurantifolia*, *Citrus limonium*, *Citrus sinensis* e *Citrus paradisi* (ROTIMI e EKPERUSI, 2012).

Extratos a base de *A. calamus* tem tido seu efeito inseticida comprovado sobre insetos-pragas como *Prostephanus truncatus* (SCHMIDT e STRELOKE, 1994), *Sitophilus oryzae* e *Callosobruchus chinensis* (KIM et al., 2003b), *Spodoptera litura* (SHARMA, 2008) e *Coptotermes curvignathus* (ADFA et al., 2015).

3. MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi desenvolvido no Laboratório de Entomologia do Departamento de Biologia da Universidade Federal do Piauí, Teresina – Piauí, sob condições controladas com temperatura de 30 ± 2 °C, umidade relativa de $60 \pm 5\%$ e fotofase de 12 h.

3.1 Criação de *Callosobruchus maculatus*

Os insetos foram criados por várias gerações em grãos de feijão caupi, cv. Guariba, acondicionados em recipientes de vidro e/ou plásticos de cinco litros cada, fechados com tampa perfurada e revestida internamente com tecido fino e/ou papel toalha para permitir as trocas gasosas. A infestação era feita com adultos de *C. maculatus* deixados para postura por cinco dias, e em seguida eram retirados e os recipientes estocados até a emergência da nova geração.

3.2 Eliminação da infestação e equilíbrio da umidade dos grãos

Grãos de feijão-caupi limpos e secos, foram utilizados para a criação e experimentos. Os mesmos foram obtidos direto com um produtor de sementes certificadas, acondicionados em garrafas plásticas e mantidas em freezer sob temperatura de -10°C , por pelo menos sete dias, para eliminação de eventuais infestações de insetos provenientes do campo. Após à retirada, os grãos foram

transferidos para frascos de vidro e mantidos no laboratório durante dez dias com a finalidade de atingirem o equilíbrio higroscópico.

3.3 Óleos essenciais

Os óleos essenciais foram adquiridos da empresa FERQUIMA® Indústria e Comércio Ltda. Foram escolhidos os óleos essenciais de *Betula lenta* (Bétula), *Cinnamomum cassia* (Canela), *Citrus aurantium* var. *Amara* (Laranja amarga) e *Acorus calamus* (Cálamo).

A empresa FERQUIMA® Indústria e Comércio Ltda. forneceu relatórios de análise de todos os óleos, contendo informações sobre: Aparência, cor, impurezas, odor, densidade (20°C), refração (20°C), rotação ótica e principais componentes (Anexos 1; 2; 3; 4) além dos resultados de análise cromatográfica referente aos óleos de canela e bétula. (Anexos 5; 6).

3.4 Cromatografia gasosa e espectrometria de massas

A análise química dos óleos essenciais foi realizada no Laboratório de Análises de Combustível - LAPETRO do Departamento de Química da Universidade Federal do Piauí (UFPI). Os compostos foram identificados por cromatografia gasosa acoplado a espectrômetro de massas (CG-EM), utilizando-se um Perkin Elmer modelo Clarus 500 com coluna HP-5MS (30 m x 250 µm x 0,25 µm), gás de arraste: He, (1 mL min⁻¹). Programou-se a temperatura da coluna para 50 °C por 2 minutos, variando de 200 a 5 °C min⁻¹(4 min). As temperaturas do injetor e detector foram de 250 °C e 100 °C, respectivamente. Utilizou-se o hélio com carreador gasoso, com um fluxo de 1,0 mL min⁻¹, (1:50). A identificação dos compostos majoritários foi realizada com base na comparação dos índices de retenção (VAN DEN DOLL e KRATZ, 1963), bem como por comparação computadorizada do espectro de massa obtido com aqueles contidos na biblioteca de espectro de massas do NIST (Instituto Nacional de Padrões e tecnologia) do banco de dados GC/MS (ADAMS, 2005).

3.5 Testes preliminares

Sempre que necessário foram feitos testes preliminares para obtenção de concentrações que provocassem mortalidade em torno de 5 e 95%, para que por meio de extrapolação se obtivessem concentrações intermediárias a partir da seguinte fórmula:

$$q = \sqrt[n+1]{an/a1}$$

Onde q = razão da progressão geométrica (p.g); n =número de concentrações a extrapolar; an =limite superior da p.g (concentração que provocou mortalidade de cerca de 95% determinada por meio do teste preliminar; $a1$ = limite inferior da p.g (concentração que provocou mortalidade de cerca de 5%, determinada por meio do teste preliminar (FINNEY et al., 1971).

3.6 Teste de toxicidade por contato

Para definir as concentrações de cada óleo, foram feitos testes preliminares em feijão-caupi, cv. Guariba. Foram testados, individualmente, os óleos de *B. lenta* (0,1; 0,4; 0,5; 1; 1,5; 2,0; 3,0 $\mu\text{L}/20\text{g}$), *C. cassia* (0,3; 0,5; 1; 1,5; 3,0 $\mu\text{L}/20\text{g}$), *C. aurantium* var. *Amara* (20,0; 30,0; 40,0; 45,0 $\mu\text{L}/20\text{g}$) e *A. calamus* (0,1; 0,3; 0,4; 0,5; 0,8; 1,0; 2,0 $\mu\text{L}/20\text{g}$) e uma testemunha para cada um dos óleos, no delineamento inteiramente casualizado com quatro repetições. Cada repetição constava 20 g de feijão-caupi, cv. Guariba, acondicionada em recipiente plástico de 100 mL com tampa perfurada com alfinete, para permitir as trocas gasosas com o exterior, e infestada com 4 casais de *C. maculatus* com 0-24h de idade (Figura 2). Os óleos foram adicionados aos grãos com micropipetador automático, e submetidos a agitação manual durante 20 segundos. Após 48 horas da montagem do experimento os insetos foram retirados e avaliou-se os percentuais de mortalidade. Os ovos foram contabilizados aos 7 dias e os insetos emergidos do 19° ao 21° dia após o confinamento. A concentração letal (CL_{50}) dos óleos foram calculadas pelo programa SAS® version 8.02 pela análise de próbit. As Razões de Toxicidade (RT) foram avaliadas, através da seguinte fórmula: $RT = CL_{50}$ do óleo de menor toxicidade / CL_{50} dos demais óleos, individualmente. Os dados de mortalidade, número de ovos e insetos emergidos submetidos à análise de regressão, mediante o programa SigmaPlot®.

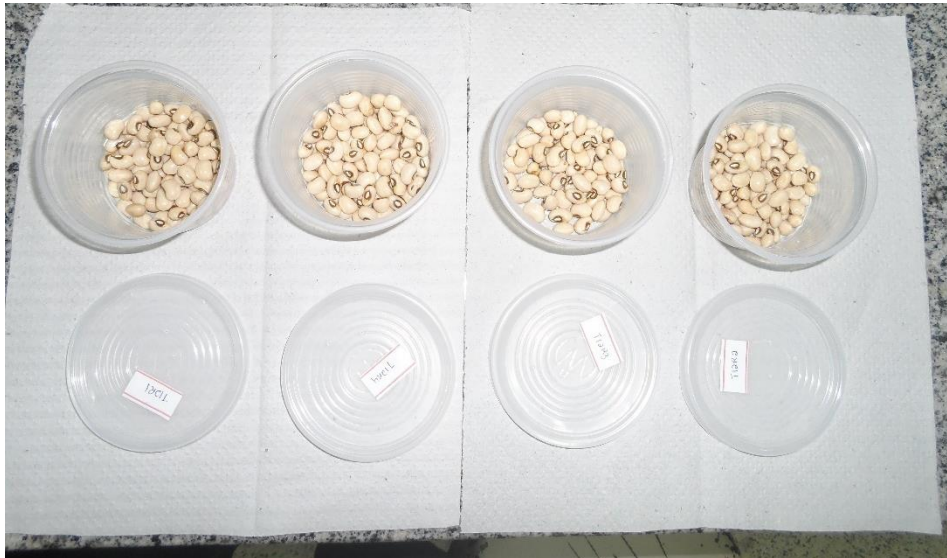


Figura 2: Teste de contato, com grãos tratado com óleo essencial (BRITO, 2015).

3.7 Teste de toxicidade por fumigação

Na avaliação do efeito fumigante dos óleos essenciais sobre adultos de *C. maculatus*, utilizou-se potes plásticos transparente de polipropileno com tampa, de volume de 100 mL, onde colocou-se 20 indivíduos não sexados de 0-24 horas de idade para cada repetição. Os óleos foram utilizados nas concentrações obtidas em testes preliminares e uma testemunha para cada um no delineamento inteiramente casualizado, com quatro repetições. Foram testados, individualmente, os óleos de *B. lenta* (1,0; 3,0; 10,0; 15,0; 25,0; 35,0 $\mu\text{L/L}$), *C. cassia* (13,0; 19,0; 25,0; 40,0; 70,0; 100,0 $\mu\text{L/L}$), *C. aurantium* var. *Amara* (18,0; 26,0; 30,0; 36,0; 40,0; 52,0 $\mu\text{L/L}$) e *A. calamus* (1,0; 5,0; 15,0; 30,0; 50,0 $\mu\text{L/L}$). Os mesmos foram impregnados com auxílio de micropipetador automático, em tiras de papel de filtro de 2 x 2 cm, fixadas na superfície inferior da tampa dos recipientes. Para evitar o contato direto dos insetos com os óleos, utilizou-se um tecido poroso (telinha), entre a tampa e o recipiente propriamente dito. Os recipientes foram rosqueados e vedados com fita adesiva, visando evitar a saída dos vapores (Figura 3). Decorridas 48 horas após a montagem dos experimentos, avaliou-se a porcentagem de mortalidade. Os resultados foram submetidos à análise de próbit, através do programa SAS® version 8.02 para obtenção da concentração letal (CL_{50}). Determinou-se também as razões de toxicidade, através da seguinte fórmula: $\text{RT} = \text{maior } \text{CL}_{50} \text{ dos óleos} / \text{menor } \text{CL}_{50} \text{ dos demais}$, individualmente.



Figura 3: Teste de fumigação (BRITO, 2015).

3.8. Teste de repelência

Na avaliação do teste de repelência sobre adultos de *C. maculatus*, utilizou-se arenas do tipo olfatômetro de seis vias, confeccionadas manualmente com seis recipientes plásticos de 100 mL distribuídos lateralmente e interligados simetricamente por tubos de polietileno a um recipiente central de 250 ml (Figura 4). Foram testados, individualmente, os óleos de *B. lenta* (0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 $\mu\text{L}/20\text{g}$), *C. cassia* (0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,8 $\mu\text{L}/20\text{g}$), *C. aurantium* var. *Amara* (16,0; 19,0; 22,0; 25,0; 30,0 $\mu\text{L}/20\text{g}$) e *A. calamus* (0,2; 0,4; 0,6; 1,0; 1,5 $\mu\text{L}/20\text{g}$), no delineamento inteiramente casualizado com quatro repetições e uma testemunha.

Cada repetição constava 20 g de feijão-caupi, cv. Guariba, acondicionada nos recipientes laterais do olfatômetro previamente identificados. Os óleos foram adicionados aos grãos com micropipetador automático, e submetidos a agitação manual durante 20 segundos. No recipiente central liberaram-se 60 adultos não sexados de idade entre 24 e 48 horas que tiveram livre acesso aos tratamentos. Após 48 horas, os adultos foram retirados de todas as arenas. Aos 7 dias os ovos foram contabilizados e os insetos emergidos aos entre o 19° e 23° dia após o confinamento.

A análise de variância foi feita através do teste F e as médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade pelo programa Assistat®.

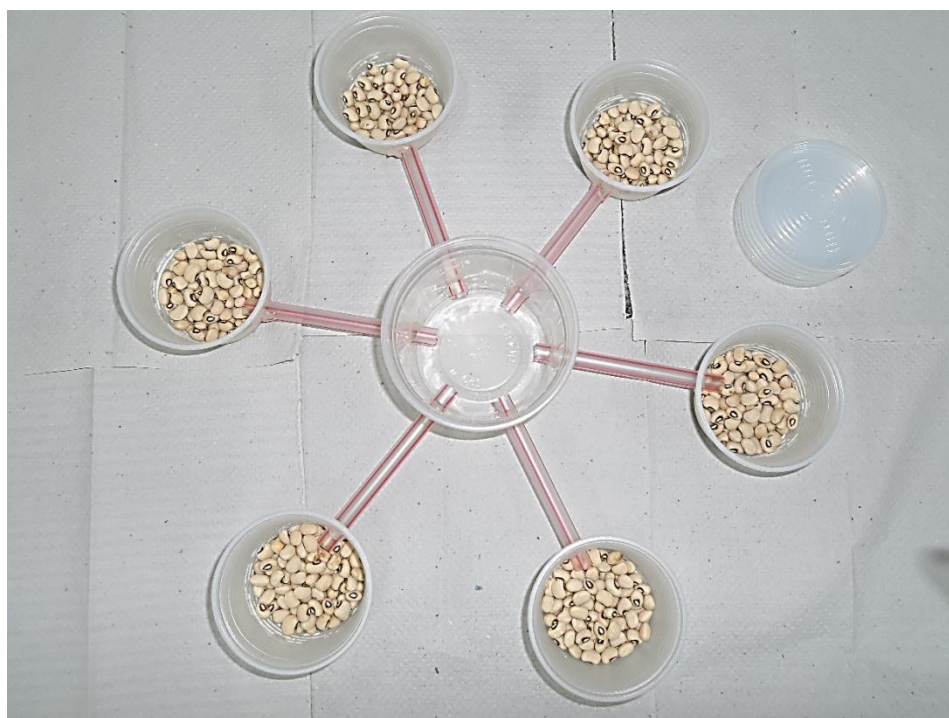


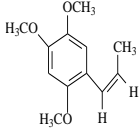
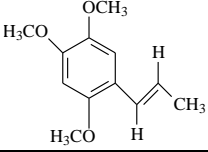
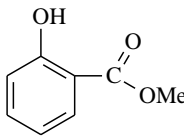
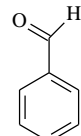
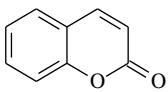
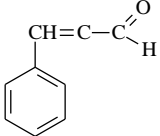
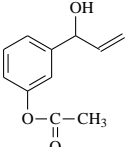
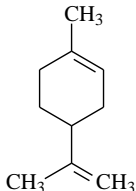
Figura 4: Teste de repelência feito com arena do tipo olfatômetro (BRITO, 2015).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise Cromatográfica

Após a análise individual de cada óleo essencial identificou-se os seguintes compostos majoritários: ASARONE (IR – 969 - β -asarone) \cong 95,0% e ASARONE (IR – 972 - α -asarone) \cong 5,0% para o óleo de *A. calamus*; BENZOIC ACID, 2-HYDROXY-, METHYL ESTER (IR-910 - Salicilato de metila; Ácido salicílico) \cong 99,9% para o óleo de *B. lenta*; 2-PROPENAL, 3-PHENYL (IR – 962 - Aldeído cinâmico) \cong 95,0%, 2-PROPEN-1-OL, 3-PHENYL-,ACETATE (IR – 924 - Álcool cinâmico) \cong 2,0%, 2H-1-BENZOPYRAN-2-ONE (IR – 961 - Cumarina) \cong 1,7% e BENZALDEHYDE (IR – 968 - Benzaldeído) \cong 1,0% para óleo de *C. cassia*; D-LIMONENE (IR – 909- Limonene) \cong 99,9% para o óleo de *C. aurantium* var. *Amara*; (Tabela 1).

Tabela 1. Constituintes majoritários dos óleos essenciais de *Acorus calamus*, *Betula lenta*, *Cinnamomum cassia* e *Citrus aurantium*.

Óleos essenciais	Composto	Área (%)	Estrutura	Índice de Similaridade (%)
<i>Acorus calamus</i>				
1	β -asarona	95		97
2	α -asarona	5		97
<i>Betula lenta</i>				
1	Hidroxi; benzoato de metila	99,9		91
<i>Cinnamomum cassia</i>				
1	Benzaldeído	1		97
2	2-H-1-benzopiran-2-one	1,7		96
3	3-fenil-propen-2-al	95,2		96
4	(3-acetoxifenil) prop-2-en-1-ol	2,0		92
<i>Citrus aurantium</i>				
1	D - Limoneno	99,9		91

Estes resultados conferem, em parte, com os laudos técnicos, análises química, cromatográfica e de espectrometria de massas fornecidos pela empresa FERQUIMA®.

A composição química de um mesmo óleo essencial pode variar, influenciado diretamente no efeito potencial de toxicidade sobre pragas de produtos armazenados. Essas propriedades podem mudar de acordo com a estação do ano, fonte, condições ecológicas, método, tempo de extração e a parte da planta utilizada para obtenção do óleo (DON-PEDRO, 1996; LEE et al., 2001).

Vários trabalhos têm sido desenvolvidos com o uso de compostos majoritários isolados a partir de óleos essenciais, na busca de inseticidas alternativos. Na maioria das pesquisas, os resultados têm sido satisfatórios.

Rahman e Schmidt (1999), em testes com óleo essencial de *A. calamus* contra larvas e adultos de *Callosobruchus phaseoli* (Gyllenhal) verificaram que o óleo de cálcamo de origem Indiana contendo 66% de beta-asarone era mais tóxico do que o de origem Iugoslava e Russa, que continham 6 e 7 % de beta-asarone, respectivamente.

Ajayi et al., (2014) testaram o efeito fumigante de oito componentes isolados de óleos essenciais em frascos contendo 20g de feijão-caupi infestados com 4 casais adultos de *C. maculatus* com 1 dia de vida e observaram uma diferença significativa na mortalidade, sendo que o 1-8-cineole, carvacrol e o eugenol causaram mortalidade $\geq 90\%$ dos adultos com doses abaixo de 5 $\mu\text{L/L}$ de ar dentro de 24 horas, já os compostos (-)-Menthone, (-)-linalool, S-(-)-limonene e outros dois isômeros estruturais de pineno (β -Pinene e α -Pinene) causaram 100% de mortalidade dos adultos, porém com doses significativamente maiores ($\geq 20 \mu\text{L/L}$) no mesmo período de tempo. Calcularam-se também as CL_{50} que apresentaram doses de 0,24; 0,66; 1,73; 1,2; 8,9; 13,2; 31,0 e 31,4 $\mu\text{L/L}$, respectivamente.

A maioria dos óleos essenciais apresentam quantidades variadas de diferentes constituintes químicos, o que torna quase impossível atribuir o efeito inseticida a um componente ou a um composto especificamente. Testes usando compostos já isolados são de grande importância para que se possa elucidar quais componentes realmente tem ação de toxicidade direta sobre insetos alvos.

4.2 Teste de contato

De acordo com os dados apresentados na Tabela 2, as CL_{50} dos óleos essenciais variaram de 0,61 a 22,98. O óleo essencial de *A. calamus* apresentou CL_{50} de 0,61 μ L/20g e a maior razão de toxicidade, no entanto, sua toxicidade não diferenciou dos óleos de *C. cassia* e *B. lenta* pelo seu intervalo de confiança.

Tabela 2. Toxicidade por contato de óleos essenciais sobre adultos de *Callosobruchus maculatus*.

Tratamentos	N	GL	Inclinação \pm EP	CL_{50} (IC95%)	RT50	χ^2
<i>Betula lenta</i>	224	5	2,93 \pm 0,66	0,63 (0,33-1,0)	36,47	19,33
<i>Cinnamomum cassia</i>	160	3	4,66 \pm 0,59	0,64 (0,55-0,74)	35,90	2,80
<i>Citrus aurantium</i> var. <i>Amara</i>	128	2	6,45 \pm 1,09	22,98 (19,7-25,52)	--	0,02
<i>Acorus calamus</i>	224	5	2,64 \pm 0,59	0,61 (0,39-1,03)	37,67	15,73

N = número de insetos usados no teste, GL = grau de liberdade, EP = erro padrão da média, IC = intervalo de confiança, RT = razão de toxicidade, χ^2 = Qui-quadrado.

A curva de concentração-resposta (Análise de Probit) do óleo de *C. aurantium* var. *Amara* foi a que exibiu maior valor de inclinação \pm EP, demonstrando que pequenos aumentos na concentração proporcionaram grandes respostas na mortalidade. As razões de toxicidade (RT) para os óleos de *C. cassia*, *B. lenta* e *A. calamus* foram respectivamente 35,90; 36,47; 37,67, em relação ao óleo de *C. aurantium* var. *Amara*.

Houve redução no número de ovos em todos os óleos testados (Figura 5). Destacaram-se os óleos de *A. calamus* e *C. cassia* que reduziram 100% a oviposição nas concentrações 0,8; 1,0; 2,0 e 1,0; 3,0 μ L/20g, respectivamente. Já os óleos de *C. aurantium* var. *Amara* e *B. lenta* não permitiram a oviposição nas concentrações 40 e 3 μ L/20g, respectivamente. Porém, a linha de tendência da regressão (concentração-resposta) do óleo de *A. calamus* foi a que exibiu maior declinação, demonstrando que a medida que a concentração

aumentava o número de ovos diminuía consideravelmente quando comparado com a tratamento controle.

Esse comportamento está de acordo com o descrito por Don Pedro (1989), quando supôs que a toxicidade direta, a impregnação de metabólitos e a falta da atividade respiratória, eram resultantes da penetração dos óleos ou de parte de seus constituintes no interior do ovo, justificando o efeito ovicida e larvicida.

Os ovos de *Callosobruchus* spp. quando cimentados na superfície da semente deixam um espaço interno entre o mesmo, fazendo ligação com o meio externo através de uma abertura denominada “funil”, uma vez que, essa abertura é oclusa por algum óleo essencial poderia causar efeito ovicida (CREDLAND, 1992).

Gusmão et al., (2013) testaram 4 óleos de essenciais (*Eucalyptus citriodora*, *Eucalyptus staigeriana*, *Cymbopogon winterianus* e *Foeniculum vulgare*) sobre *C. maculatus* e concluíram que o óleo de *F. vulgare* mostrou menor CL₅₀ e maior razão de toxicidade, porém o óleo de *E. staigeriana* teve maior inclinação, demonstrando que pequenas variações nas concentrações induziam ótimas respostas na mortalidade. Em geral, o número de ovos e de emergidos, diminuía a medida em que a mortalidade aumentava em resposta ao aumento da concentração dos óleos.

Resultados satisfatórios também foram descritos por Işıkber et al., (2009) quando investigaram a suscetibilidade de ovos de *Tribolium confusum* du Val. (Coleoptera: Tenebrionidae), *Ephestia kuehniella* (Zell.) (Lepidoptera: Phycitidae) e *Plodia interpunctella* (Hübner) (Lepidoptera: Pyralidae) para vapores de óleo essencial de alho (*Allium sativum* L.), bétula (*Betula lenta* L.), canela (*Cinnamomum zeylanicum* (Blume)) e anis (*Pimpinella anisum* L.). Testes preliminares indicaram que os bioensaio do vapor de óleos essenciais tiveram um efeito significativo sobre os ovos de espécies de insetos testadas quando exposto a uma concentração de 20 µL/L⁻¹ ar durante 24 h. Os óleos essenciais de alho ebétula foram mais tóxicos para os ovos destes insetos, que do que os óleos de canela e anis, com exceção dos ovos de *T. confusum*. Dados de toxicidade indicam que os ovos de *T. confusum* foram mais sensíveis aos óleos essenciais testados, com valores de CL₉₀ que variaram de 3,11 a 33,49 µL/L⁻¹ ar, do que as de *E. kuehniella* e *P. interpunctella*; ovos de *P.*

interpunctella foram os mais tolerantes aos óleos essenciais, com valores que variam LC90 22,02 a 72,42 $\mu\text{L}/\text{L}^{-1}$ ar.

Todos os óleos essenciais reduziram o número de insetos imergidos (Figura 6), porém observou-se um comportamento diferenciado nos tratamentos com óleo de *B. lenta*, onde nas maiores concentrações notou-se uma queda na emergência de adultos quando se levado em consideração o número de ovos viáveis contados anteriormente, sendo este óleo essencial um potencial ovicida e/ou larvicida.

Sousa et al., (2005) testaram pós de *Piper nigrum* L., *Eugenia caryophyllata* Thunb. e *Cinnamomum zeylanicum* sobre *C. maculatus* que causaram mortalidade de 100, 100 e 80,9%, respectivamente. Ainda reduziram a oviposição entre 98,21 a 100% e ambos não permitiram a emergência de adulto.

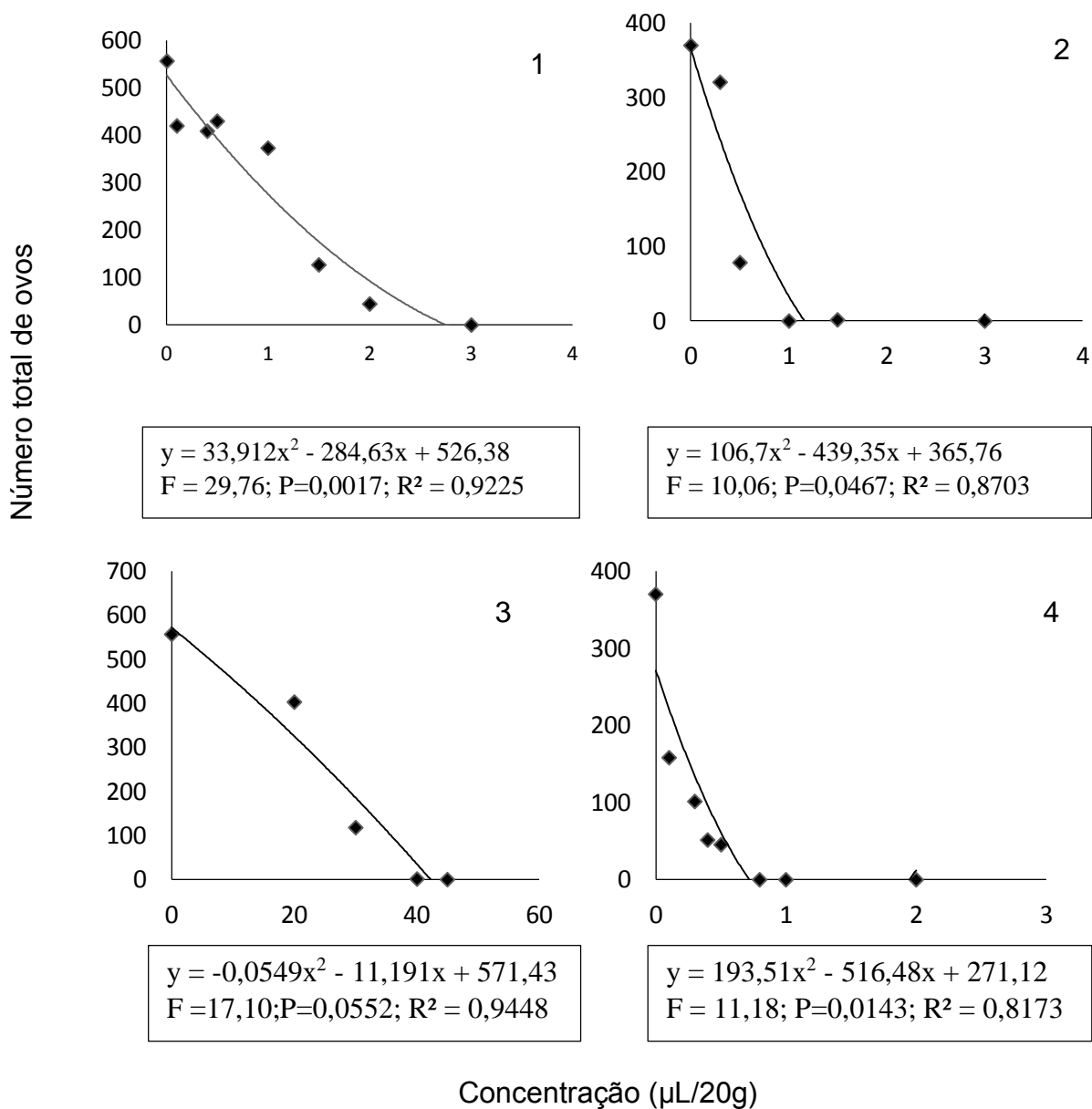


Figura 5: Número total de ovos de *Callosobruchus maculatus* em grãos de feijão-caupi tratados com óleos essenciais: (1) *Betula lenta*; (2) *Cinnamomum cassia*; (3) *Citrus aurantium* var. *Amara*; (4) *Acorus calamus*.

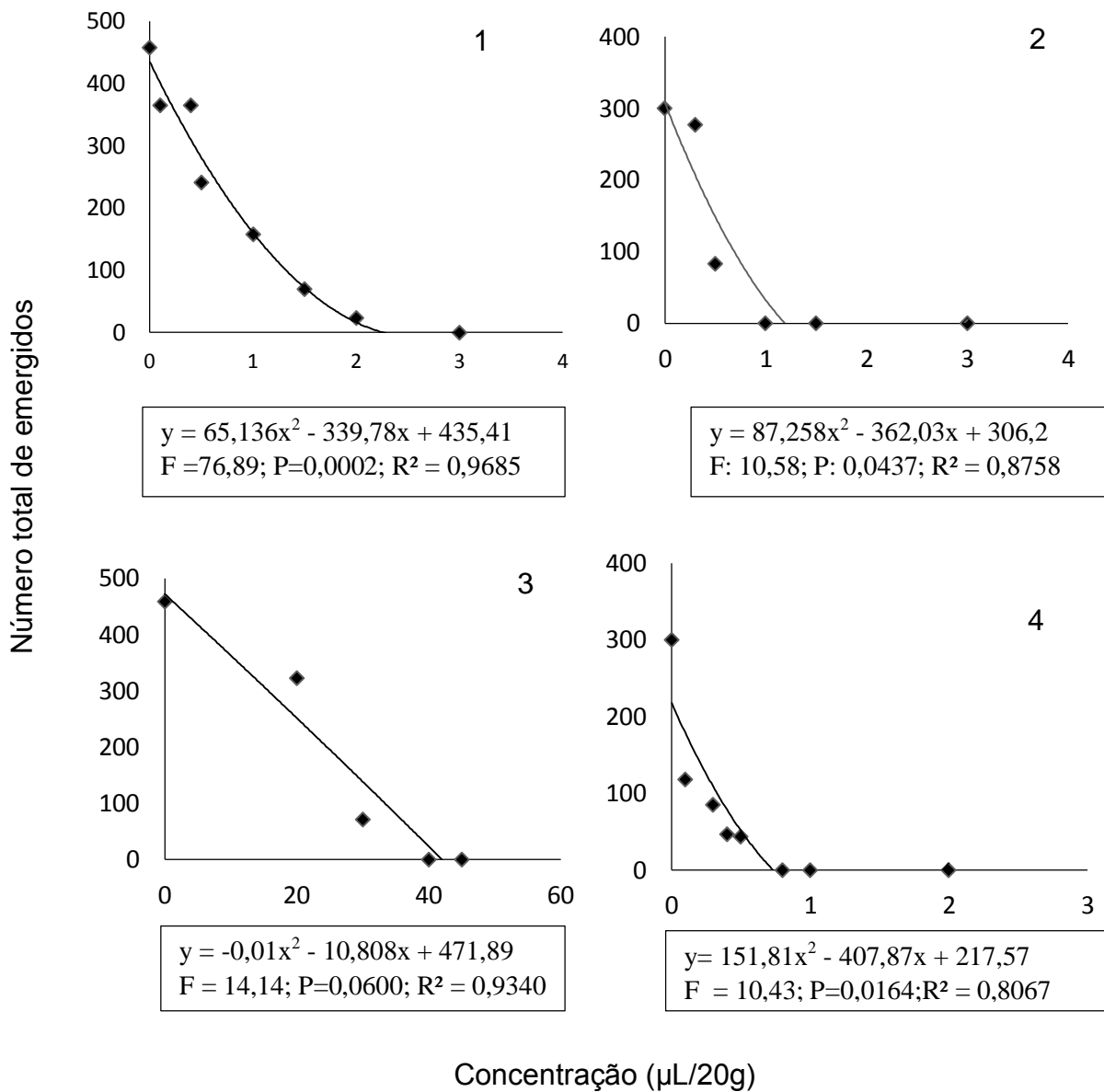


Figura 6: Número total de adultos emergidos de *Callosobruchus maculatus*, em grãos de feijão-caupi tratados com óleos essenciais: (1) *Betula lenta*; (2) *Cinnamomum cassia*; (3) *Citrus aurantium* var. *Amara*; (4) *Acorus calamus*.

4.3 Teste de fumigação

A toxicidade dos óleos de *A. calamus* e *B. lenta* não diferem pelo intervalo de confiança, no entanto, este foi maior que *C. aurantium* var. *Amara* e *C. cassia*. A curva de concentração-resposta (Análise de Probit) de óleo de *C. aurantium* var. *Amara* foi a que apresentou maior inclinação, demonstrando que pequenas variações nas concentrações promovem grandes respostas na mortalidade. O óleo de *A. calamus* foi 6,48 vezes mais tóxico que o óleo de *C. cassia*. (Tabela 3).

Tabela 3. Efeito fumigante de óleos essenciais sobre adultos de *Callosobruchus maculatus*.

Tratamentos	N	GL	Inclinação ± EP	CL ₅₀ (IC95%)	RT50	χ ²
<i>Betula lenta</i>	480	4	1,90±0,36	8,24 (3,99-14,83)	4,28	23,03
<i>Cinnamomum cassia</i>	480	4	2,28±0,21	35,31 (31,19-40,10)	--	2,12
<i>Citrus aurantium</i> var. <i>Amara</i>	480	4	6,39±1,08	25,84 (21,14-29,59)	1,36	15,30
<i>Acorus calamus</i>	400	3	1,15±0,12	5,16 (3,72-6,81)	6,84	6,04

N = número de insetos usados no teste, GL = grau de liberdade, EP = erro padrão da média, IC = intervalo de confiança, RT = razão de toxicidade, χ²= Qui-quadrado.

O óleo essencial de *A. calamus* tem sido relatado como tendo propriedades inseticidas (SCHMIDT e STRELOKE, 1994; RAHMAN e SCHMIDT, 1999), uma vez que, a atividade do óleo essencial de *A. calamus* contra o pulgão do caupi (*Aphis craccivora*) (TEWARY et al., 2005) era comparável com a de um inseticida a base de óleo essencial ativo contra pulgões (ISMAN, 2000).

Diversos estudos comprovaram as potencialidades de vários materiais vegetais quando aplicado contra pragas de grãos armazenados e outros insetos-pragas pela via de fumigação. Motaghi et al., (2014) estudaram os efeitos de *Artemisia* contra *C. maculatus* e obtiveram resultados que indicavam toxicidade por inalação do óleo. Os valores achados para CL₅₀ e CL₉₅ para o período de 24 horas foram de 37,99 e 220,74 µL/L de ar, e por um período de

48 horas de 33,24 e 174,44 μ L/L de ar. A mortalidade de adultos aumentou significativamente com o aumento da concentração do óleo, logo estes resultados mostram que o óleo essencial de *Artemisia* pode ser aplicado no manejo de *C. maculatus*.

Junior Araújo et al., (2010) testaram os óleos essenciais da casca de três citros (*Citrus sinensis* var. *pêra*, *C. sinensis* var. *mimo* (LM) e *C. aurantium*) cultivados no Nordeste do Brasil, contra o inseto – praga conhecido como acaro rajado (*Tetranychus urticae*). A toxicidade por fumigação mais potente foi encontrada para o óleo de *C. aurantium*, com um valor de CL₅₀ de 1,63 μ L/L de ar, seguido pelos óleos de *C. sinensis* var. *mimo* e *Citrus sinensis* var. *pêra* com valores de CL₅₀ de 2,22 μ L/L de ar e 4,63 μ L/L de ar, respectivamente.

Ahmed, (2010) testou os óleos essenciais de *Cinnamomum zeylanicum*, *Melaleuca alternifolia* e *Thymus vulgaris*, onde ambos provocaram mortalidade de 100% nas concentrações 8,0, 16,0 e 16,0 μ L/50 mL de ar, respectivamente, após um período de exposição de 24 horas para *C. maculatus*. O óleo de *C. zeylanicum* apresentou CL₅₀ de 0,87 μ L/50ml de ar e CL₉₅ 4,7 μ L/50 ml de ar para um período de exposição de 72 horas para *C. maculatus*.

O efeito fumigante de óleos essenciais são de grande utilidade, podendo ser aplicados isoladamente, ou associação com o fumigante fosfina, no controle curativo de ovos, larvas, pupas e adultos de *C. maculatus* (GUSMÃO, 2013).

4.4 Teste de repelência

Foi constatado que todos os óleos reduziram a oviposição e consequentemente a emergência de adultos quando comparados com a testemunha, sugerindo então, a existência de um fator inibitório de oviposição (efeito de deterrência) nos grãos certamente proporcionada pela adição dos óleos essenciais. (Tabelas 4, 5, 6 e 7).

Castro et al., (2010) obtiveram resultados promissores ao testarem pós vegetais sobre a oviposição de *C. maculatus*, onde foi constatada a inibição de postura de ovos nos tratamentos com os pós de *Piper tuberculatum* (frutos), *Lippia sidoides* (folhas), e *Sapindus saponaria* (folhas e sementes) em relação a testemunha. Com base neste resultado, observa-se que em uma mesma planta podem existir diferenças quanto a alocação dos aleloquímicos podendo

estes serem mais concentrados em determinadas partes da planta do que em outras.

Na presente pesquisa, o óleo de *B. lenta* nas concentrações 0,6; 0,8 e 1,0 µL/20g proporcionaram oviposição média de 49,75; 45,0 e 42,75 ovos respectivamente, porém não diferiram estatisticamente entre si no teste de Tukey ($p < 0,01$) (Tabela 4).

Tabela 4. Número de ovos e adultos emergidos de *Callosobruchus maculatus* em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de *Betula lenta* em teste de repelência.

Tratamento	Nº de ovos (F=48,25**)	Nº de adultos emergidos (F=65,52**)
Testemunha	121,50 a	120,00 a
0,2µL/20g	105,50 a b	93,00 b
0,4µL/20g	95,25 b	79,00 b
0,6µL/20g	49,75 c	32,25 c
0,8µL/20g	45,00 c	32,75 c
1,0µL/20g	42,75 c	31,75 c
CV	13,07%	14,44%

Medias na mesma coluna, seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si a 1% de probabilidade ($p < 0,01$) pelo Teste de Tukey; F: Significância do teste F; CV: coeficiente de variância em porcentagem.

Baldin et al., (2009) ao testarem 11 tipos de pós vegetais sobre *Acanthocelides obtectus*, observaram que os pós de *Baccharis trimera* Less., *Mentha pulegium* L. e *Coriandrum sativum* L. reduziram a oviposição de *A. obtectus*, mas não afetaram o desenvolvimento das larvas evidenciando um efeito repelente, já os grãos de feijão tratados com pó de *Leonurus sibiricus* L. foram os mais ovipositados, indicando que não houve efeito repelente. Com base no baixo peso de adultos provenientes de grãos contendo o pó de *Azadirachta indica* sugeriu-se a ocorrência de deterrência na alimentação das larvas de *A. obtectus*.

No presente teste o óleo de *C. cassia* na concentração 1,8µL/20g proporcionou oviposição média de 44,50 ovos e emergência de 33,75 adultos (Tabela 5).

Tabela 5. Número de ovos e adultos emergidos de *Callosobruchus maculatus* em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de *Cinnamomum cassia* em teste de repelência.

Tratamento	Nº de ovos ¹ (F=5,64**)	Nº de adultos emergidos (F=25,13**)
Testemunha	153,25 a	113,00 a
0,3µL/20g	101,25 a b	91,25 a b
0,5µL/20g	86,75 a b	69,75 b c
0,7µL/20g	44,25 b	36,75 d
1,0µL/20g	56,25 b	53,00 c d
1,8µL/20g	44,50 b	33,75 d
CV	20,10%	18,88%

Medias na mesma coluna, seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si a 1% de probabilidade ($p < 0,01$) pelo Teste de Tukey; F: Significância do teste F; CV: coeficiente de variância em porcentagem; ¹ Dados para médias transformados pela fórmula $\sqrt{x} + 0,5$.

Espécies pertencente ao gênero *Cinnamomum* tem tido seus materiais vegetais testados com bons resultados contra *C. maculatus*: Pó de *Cinnamomum canfora* (L.), reduziu, significativamente, o número de ovos e de adultos emergidos de *C. maculatus* (RAJAPKSE e VAN EMDEN, 1977); Pós de *Cinnamomum zeylanicum* e *Cinnamomum tamala* reduziram a taxa de oviposição e na emergência de adultos de *C. maculatus* quando comparados com o tratamento controle (MAHDI et al., 2008). Óleo essencial de *Cinnamomum aromaticum* causou 94% de mortalidade em adultos de *C. maculatus*, além de apresentar efeito protetor contra ovos e emergência de adultos, tendo a sua eficiência correlacionada com a dose e tempo de exposição (ISLAM et al., 2009) o que mostra esse gênero promissor como possível inseticida alternativo.

No presente trabalho o óleo essencial de *C. aurantium* var. *Amara* na concentração 30 µL/20g proporcionou deterrência de oviposição e emergência de adultos, sendo estas 18,50 e 15,0, respectivamente (Tabela 6).

Tabela 6. Número de ovos e adultos emergidos de *Callosobruchus maculatus* em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de *Citrus aurantium* var. *Amara* para o teste de repelência.

Tratamento	Nº de ovos ¹ (F=84,51**)	Nº de adultos emergidos (F=65,52**)
Testemunha	148,75 a	119,75 a
16,0µL/20g	43,50b	37,00 b
19,0µL/20g	29,75 b c	27,25 b c
22,0µL/20g	28,75 b c	24,75 b c
25,0µL/20g	24,50 c	18,00 c
30,0µL/20g	18,50 c	15,00 c
CV	9,04%	19,23%

Medias na mesma coluna, seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si a 1% de probabilidade ($p < 0,01$) pelo Teste de Tukey; F: Significância do teste F; CV: coeficiente de variância em porcentagem. ¹Dados para médias transformados pela fórmula $\sqrt{x} + 0,5$.

Plantas pertencente ao gênero *Citrus* tem sido bastante citado na literatura por possuírem compostos provenientes do metabolismo secundário, eficiente contra pragas de grãos armazenados.

Rotimi e Ekperusi (2012) concluíram em sua pesquisa que os óleos essenciais de *Citrus aurantifolia*, *Citrus limonium*, *Citrus sinensis* e *Citrus paradisi* tinham atividade de proteger a grãos de caupi contra danos causados por *C. maculatus*. Os níveis de proteção segundo estes mesmos autores variaram de 90,12 a 92,0% para *C. limonium*, 92,0 a 93,87% em *C. aurantifolia* e de 97,87% em *C. sinensis* e *C. paradisi*.

Ekeh et al., (2013) testaram o efeito do óleo essencial da casca de *Citrus sinensis* sobre *C. maculatus* em alguns grãos de leguminosas, e observaram atividade máxima de deterrência contra oviposição e emergência de adultos para concentrações de 1,5-2,0 ml/40g, sugerindo que este óleo pode ser usado

para suprir populações de *C. maculatus* por períodos curtos/moderados de armazenamento de algumas leguminosas.

Com base nos dados da tabela 7, o óleo de cálamo foi um dos mais promissores por ser repelente e apresentar alta inibição da oviposição, bem como baixa emergência de adultos, quando comparados com a testemunha, sendo este um óleo com atividade de proteção a grãos de caupi.

Tabela 7. Número de ovos e adultos emergidos de *Callosobruchus maculatus* em sementes de feijão-caupi tratados com óleo de *Acorus calamus* em teste de repelência.

Tratamento	Nº de ovos (F=48,25**)	Nº de adultos emergidos ¹ (F=84,33**)
Testemunha	173,25 a	111,75 a
0,2µL/20g	37,75 b	29,50 b
0,4µL/20g	9,00 c	8,25 c
0,6µL/20g	9,00c	8,75 c
1,0µL/20g	2,25c	1,25 d
1,5µL/20g	1,25c	1,25 d
CV	13,07%	18,61%

Medias na mesma coluna, seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si a 1% de probabilidade ($p < 0,01$) pelo Teste de Tukey; F: Significância do teste F; CV: coeficiente de variância em porcentagem; ¹Dados para médias transformados pela fórmula $\sqrt{x} + 0,5$.

Neste trabalho, o óleo essencial de *A. calamus* com 95% de β -asarone e 5% de α -asarone permitiu oviposição média de 1,25 ovos e emergência de 1,25 de adultos na concentração 1,5 µL/20g (Tabela 7).

O óleo de cálamo tem sido referido por possuir atividade “antigonadal” contra insetos, de ambos os sexos, de vários dípteros, heterópteros, coleópteros e himenópteros (MATHUR e SAXENA, 1975; KOUL et al., 1977a, b; SAXENA et al., 1977; SCHMIDT e BROCHERS, 1981). Essa atividade “antigonadal” é atribuível ao fenilpropeno cis-asarone (SAXENA et al., 1977), que reduz a produção de ovos e causa outras disfunções das gônadas através da suspensão de células intersticiais e trofócitos.

Vários trabalhos mostram a eficiência de produtos vegetais a base de cálamo sobre adultos, ovos e larvas de diferentes pragas de grãos armazenados. Kim et al., (2003b) observaram que os extratos de *Acorus calamus* var. *angustatus*, *Acorus gramineus*, *Agastache rugosa* e *Foeniculum vulgare* causaram mortalidade de 100%, para *Sitophilus oryzae* após o 72h de exposição, porém, quando a espécie alvo era *Callosobruchus chinensis*, observou-se 100% de mortalidade em 24h quando expostos aos extratos de *Acorus calamus* var. *angustatus*, *Aquillaria agallocha*, *Cinnamomum cassia*, *Cinnamomum sieboldii*, *Eugenia caryophyllata*, *Foeniculum vulgare*, *Illicium verum*, *Thymus mandschuricus* e aos óleos essenciais de *Allium scorodoprasm*, *Brassica juncea*, *Cinnamomum cassia* e *Cochleria aroracia*.

5. CONCLUSÃO

De acordo com o presente estudo todos os óleos apresentam efeitos adversos contra *C. maculatus*, porém óleo de *A. calamus* apresenta alta toxicidade nos testes de contato e fumigação. O óleo de *B. lenta* apresenta efeito ovicida e/ou larvicida e o óleo de *A. calamus* é o mais protetor, para o teste de contato e repelência, respectivamente. Tais resultados admitem que esses óleos essenciais podem ser utilizados no manejo de *C. maculatus* em grãos de caupi armazenados pela via de contato e fumigação, além de atuarem como protetores desses grãos.

6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABDEL-SATTAR, E.; ZAITOUN, A. A.; FARAG, M. A.; GAYED, S.H.; Harraz, F.M. Chemical composition, insecticidal and insect repellent activity of *Schinus molle* L. leaf and fruit essential oils against *Trogoderma granarium* and *Tribolium castaneum*. **Natural Product Research**. v. 24, p. 226–235, 2010.

ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by gas chromatography quadrupole mass spectroscopy. **Journal of the American Society for Mass Spectrometry**.v. 16, p. 1902-1903, 2005.

ADEBAYO, T. A.; GBOLADE, A. A.; OLAIFA, J. J. Comparative study of toxicity of essential oils to larvae of three mosquito species. **Nigerian Journal of Natural Products and Medicine**. v. 3, p. 74-76, 1999.

ADFA, M.; LIVANDRI, F.; MEITA, N. P.; MANAF, S.; NINOMIYA, M., GUSTIAN, I.; PUTRANTO, A. M. H.; SUPRIATI, R.; KOKETSU, M. Termiticidal activity of *Acorus calamus* Linn. rhizomes and its main constituents against *Coptotermes curvignathus* Holmgren. **Journal of Asia-Pacific Entomology**. v. 18, p. 47–50, 2015.

AHMED, M. E. A. Fumigant toxicity of seven essential oils against the cowpea weevil, *Callosobruchus maculatus* (F.) and the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L.). **Egyptian Academic Journal of Biological Sciences**. v. 2, n. 1, p. 1-6, 2010.

AJAYI, O. E.; APPEL, A. G.; FADAMIRO, H. Y. Fumigation Toxicity of Essential Oil Monoterpenes to *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae). **Journal of Insects**. v. 2014, p.7, 2014.

ALMEIDA, F. A. C.; ALMEIDA, S. A.; SANTOS, N. R.; GOMES, J. P.; ARAÚJO, M. E. R. Efeito de extratos alcoólicos de plantas sobre o caruncho do feijão vigna (*Callosobruchus maculatus*). **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 9, n. 4, p. 585-590, out. 2005.

ALMEIDA, F. A. C.; CAVALCANTI, M. F. B. S.; SANTOS, J. F.; GOMES, J. P.; NETO, J.J.S.B. Viabilidade de sementes de feijão macassar tratadas com extrato vegetal e acondicionadas em dois tipos de embalagens. **Acta Scientiarum Agronomy**. v. 31, p. 345-351, 2009.

ALMEIDA, I. P.; DUARTE, M. E. M.; RANGEL, M. E.; MATA, M. C.; FREIRE, R.M.M.; GUEDES, M. A. Armazenamento de feijão macassar tratado com mamona: estudo da prevenção do *Callosobruchus maculatus* e das alterações nutricionais do grão. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**. v. 7, p. 133-140, 2005.

ALVES, P.R B.; MELO, B. CULTURA DOS CITROS. **Núcleo de estudo de fruticultura no cerrado – UFU**. Disponível em: <<http://www.fruticultura.iciag.ufu.br/citros2.htm>> acesso dia 21 de janeiro 2015.

ANVISA. **SIA - Sistema Integrado de Informações sobre Agrotóxicos - ANVISA, IBAMA e MAPA.** Disponível em: <
<http://www4.anvisa.gov.br/agrosia/asp/default.asp>>. Acesso em 18 de dezembro de 2013.

ARAÚJO JÚNIOR, C. P.; CAMARA, C.A.G.; NEVES, I. A.; RIBEIRO, N. C.; GOMES, C. A.; MORAES, M. M.; BOTELHO, P.S. Acaricidal activity against *Tetranychus urticae* and chemical composition of peel essential oils of three Citrus species cultivated in NE Brazil. **Natural Product Communications.** v. 5, p. 471-476, 2010.

AZEVEDO, F. R.; LEITÃO, A. C. L.; LIMA, M. A. A.; GUIMARÃES, J. A. Eficiência de produtos naturais no controle de *Callosobruchus maculatus* (Fab.) em feijão caupi (*Vigna unguiculata* (L.) Walp) armazenado. **Revista Ciência Agrônômica.** v. 38, p. 182-157, 2007.

BALDIN, S. L. L.; PRADO, J. P. M.; CHRISTOVAM, R. S.; POGETTO, M. H. F. A D.Uso de Pós de Origem Vegetal no Controle de *Acanthoscelides obtectus* Say (Coleoptera: Bruchidae) em Grãos de Feijoeiro. **BioAssay.** v. 4, n. 2, sepag. 2009.

BASTOS, J. A. M. Avaliação dos prejuízos causados pelo gorgulho, *Callosobruchus maculatus*, em amostras de feijão-de-corda, *Vigna sinensis*, colhidos em Fortaleza, Ceará. **Pesquisa Agropecuária Brasileira,** v.8, n.7, p.131-132, 1973.

BECK, C. W.; BLUMER, L. S. **A Handbook on Bean Beetles, Callosobruchus maculatus. The National Science Foundation, 2014.** Disponível em: <
<http://www.beanbeetles.org/handbook/handbook.pdf>> Acessado em: 22 de dez. 2014.

BELL, C.; WILSON, S., Phosphine tolerance and resistance in *Trogoderma granarium* Everts (Coleoptera: Dermestidae). **Journal of Stored Products Research.** v. 31, p. 199–205, 1995.

BEZERRA, A. A. C.; TÁVORA, F. J. A. F.; FREIRE FILHO, F. R.; RIBEIRO, V. Q. Morfologia e produção de grãos em linhagens modernas de feijão caupi submetidas a diferentes densidades populacionais. **Revista de Biologia e Ciências da Terra.** v.8, n.1, p.85-93, 2008.

BOEKE, S. J.; BAUMGART, I. R.; LOON, J. J. A.; HUIS, A.; DICKE, M.; KOSSOU, D.K. Toxicity and repellence of African plants traditionally used for the protection of stored cowpea against *Callosobruchus maculatus*. **Journal of Stored Products Research.** Oxford, v. 40, n. 4, p. 423-438, 2004.

BOGAMUWA, M. M. S.; WEERAKOON, K. C.; KARUNARATNE, S. H. P. P. Insecticide resistance in the bruchid *Callosobruchus maculatus*, a storage pest of legumes. **Ceylon Journal Science (Biological Sciences).** v. 30, p. 55-66, 2002.

BOUMAIL, A.; SALMIERI, S.; KLIMAS, E.; TAWEMA, P. O.; BOUCHARD, J., LACROIX, M. Characterization of trilayer antimicrobial diffusion films (ADFs)

based on methylcellulose-polycaprolactone composites. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 61, p. 811-821, 2013.

BOYER, S.; ZHANG, H., LEMPÉRIÈRE, G. A review of control methods and resistance mechanisms in stored-product insects. **Bulletin of Entomological Research**. v. 102, n. 2, p. 213–229, 2012.

BRACCINI, A. L.; PIKANÇO, M. Manejo integrado de pragas do feijoeiro no armazenamento. **Revista Brasileira de Armazenamento**. v. 20, n. 1/2, p. 37-43, 1995.

BRITO, J. P.; OLIVEIRA, J. E. M.; BORTOLI, S. A. Toxicidade de óleos essenciais de *Eucalyptus* spp. Sobre *Callosobruchus maculatus* (Fabr., 1775) (Coleoptera: Bruchidae). **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, Campina Grande, v. 6, n. 1, p. 96-103, 2006.

BROWN, L.; DOWNHOWER, J. F. **Analyses in Behavioral Ecology: A Manual for Lab and Field**. Sinauer Associates, 1988, 194p.

BUGHIO, F. M.; WILKINS, R., Influence of Malathion resistance status on survival and growth of *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae), when fed on flour from insect-resistant and susceptible grain rice cultivars. **Journal of Stored Products Research**. v. 40, p. 65–75, 2004.

Callosobruchus maculatus (F.) cause cross-adaptation to other legume hosts? **Journal of Stored Products Research**. v 45, p. 215–219, 2009.

CASTRO, M. J. P.; SILVA, P. H.; SANTOS, J. R.; SILVA, J. A. Efeito de Pós Vegetais sobre a Oviposição de *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Bruchidae) em Feijão-Caupi. **BioAssay**. v. 5, n. 4, sem pag. 2010.

CHAUBEY, M. K. Toxicity of essential oils from *Cuminum cyminum* (Umbelliferae), *Piper nigrum* (Umbelliferae) against stored-product beetle *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae). **Electronic Journal of Environmental, Agricultural and Food Chemistry**. v.6, p. 1719-1727, 2007.

CHU, S. S.; LIU, Z. L.; DU, S. S.; DENG, Z.W. Chemical composition and insecticidal activity against *Sitophilus zeamais* of the essential oils derived from *Artemisia giraldii* and *Artemisia subdigitata*. **Molecules**. v. 17, p. 7255–7265, 2012.

DOBIE, P.; HAINES, C. P.; HODGES, R. J; PREVETT, P. F. **Insects and arachnids of tropical stored products, their biology and identification: a training manual**. UK, Tropical Development and Research Institute, 1984. 273p.

DON PEDRO, K. N. Mode of action of fixed oils against eggs of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). **Pesticide Science**. Oxford, v. 26, n. 2, p. 107-116, 1989.

DON-PEDRO, K. N., Investigation of single and joint fumigant insecticidal action of citruspeel oil components. **Pesticide Science**. v. 46 p. 79–84, 1996.

EDDE, P. A.; AMATOBI, C. I. Seed coat has no value in protecting cowpea seed against attack by *Callosobruchus maculatus* (F). **Journal of Stored Products Research**. v. 39, p. 1–10, 2003.

EKEH, F. N.; OLERU, K. I.; IVOKE, N.; NWANI, C. D.; EYO, J. E. Effectiveness of citrus oils as cowpea seed protect ant against damage by the Cowpea Bruchid *Callosobruchus maculatus*(F) (Coleopteran: Bruchidae). **Pakistan Journal of Zoology**. v. 45, n.4, p. 967-974, 2013.

EMBRAPA. **Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias - Cultivo de Feijão-Caupi**. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Feijao/FeijaoCaupi/importancia.htm>>. Acesso em: 18 de ago. 2014.

EMBRAPA. **Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias - Cultivo de Feijão-Caupi**. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Feijao/FeijaoCaupi/pragas.htm>>. Acesso em: 09 de mar. 2015.

EXPLOREAGRI. **Bitter Orange**. Disponível em: <<https://exploreagri.files.wordpress.com/2011/06/bitter-orange.pdf>> acesso dia 22 de janeiro de 2015.

FAO. Grain storage techniques e evolution and trends in developing countries. In: **Proctor**, D.L. (Ed.), FAO Agricultural Services Bulletin. n.109, 1994.

FARONI, L. R. A.; SOUSA, A. H. Aspectos biológicos e taxonômicos dos principais insetos praga de produtos armazenados, p. 371-402. In: ALMEIDA, F. A. C.; DUARTE, M. E. M.; MATA, M. E. R. M. C. (eds.). **Tecnologia de armazenagem em sementes**. Campina Grande, UFCG, 402p. 2006.

FERY, R. L., Cowpea production in the United States. **HortScience**. v. 16, p. 473-474. 1981.

FILGUEIRAS, G. C.; SANTOS, M. A. S.; HOMMA, A.K. O.; REBELLO, F. K.; CRAVO, M. S. Aspectos Socioeconômicos. In: ZILLI, J. E.; VILARINHO, A. A.; ALVES, J. M. A. (Org.) **A cultura do feijão-caupi na Amazônia Brasileira**. 1. ed. Boa Vista: Embrapa Roraima, v.1, p. 19-58, 2009

FREIRE FILHO, F. R. et al. Melhoramento genético. In: FREIRE FILHO, F. R.; LIMA, J. A. A.; RIBEIRO, V. Q. (Ed.). **Feijão-caupi: avanços tecnológicos**. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica, p. 29-92, 2005.

FREIRE FILHO, F. R.; MILTON, J.C.; ARAÚJO, A.G.; SANTOS, A.A.; SILVA, P.H.S. **Características Botânicas e agronômicas de cultivares de feijão macassar *Vigna unguiculata* (L.) Walp**. EMBRAPA-UEPAE, Teresina. (Boletim de Pesquisa 4), 1981. 45p.

GAHUKAR, R. T. Potential and utilization of plant products in pest control. In: ABROI, D.P. (Ed.), **Integrated Pest Management: Current Concepts and Ecological Perspective**. Elsevier Inc, p. 125-139. New York, NY, USA, 2014, 576p.

GAHUKAR, R. T. Role and perspective of phytochemicals in pest management in India. **Current Science**. v. 98, p. 897-899, 2010.

GALLO, D.; NAKANO, O.; SILVEIRA, N.S.; CARVALHO, R. P. L.; BATISTA, G. C.; BERTI, F.E.; PARRA, J. R. P.; ZUCCHI, R. A.; ALVES, S.B.; VENDRAMIM, J. D.; MARCHINI, L.C.; LOPES, J.R.S.; OMOTO, C. **Entomologia agrícola**. Piracicaba: FEALQ, 2002. 920p.

GBAYE, O. A.; HOLLOWAY G. J. Varietal effects of cowpea, *Vigna unguiculata*, on tolerance to malathion in *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae) **Journal of Stored Products Research**. v. 47, p. 65-371, 2011.

GUSMÃO, N. M. S.; OLIVEIRA, J. V.; NAVARRO, M. A. F.; DUTRA, K. A.; SILVA, A. S.; WANDERLEY, M. J. A. Contact and fumigant toxicity and repellency of *Eucalyptus citriodora* Hook., *Eucalyptus staigeriana* F., *Cymbopogon winterianus* Jowitt and *Foeniculum vulgare* Mill. essential oils in the management of *Callosobruchus maculatus* (FABR.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae). **Journal of Stored Products Research**. v. 54, p. 41-47, 2013.

HAINES, C. P. Observation on *Callosobruchus analis* (F.) in Indonesia, including a key to storage *Callosobruchus* spp. (Col.: Bruchidae). **Journal of Stored Products Research**, n. 25, n. 1, p. 9-16, 1989.

HALL, A. E.; CISSE, N.; THIAW, S.; ELAWAD, H. O. A; EHLERS, J. D.; ISMAIL, A. M.; FERY, R. L, ROBERTS, P. A.; KITCH, L. W; MURDOCK, L. L.; BOUKAR, O.; PHILLIPS, R. D.; MCWATTERS, K.H. Development of cowpea cultivars and germplasm by the Bean/Cowpea CRSP. **Field Crops Research**, v. 82, n. 2, p. 103-134, 2003.

IŞIKBER, A. A.; ÖZDER, N.; SAĞLAM, O. Susceptibility of eggs of *Tribolium confusum*, *Ephestia kuehniella* and *Plodia interpunctella* to four essential oil vapors. **Phytoparasitica**.v 37, 3 ed., p. 231-239, 2009.

ISLAM, R.; KHAN, R. I.; AL-REZA, S. M.; JEONG, Y. T.; KHALEQUZZAMAN, M. Chemical composition and insecticidal properties of *Cinnamomum aromaticum* (Nees) essential oil against the stored product beetle *Callosobruchus maculatus* (F.). **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 89, 7 ed., p. 1241–1246, May 2009.

ISMAN, M.B. Plant essential oils for pest and disease management. **Crop Protection**. v. 19, p. 603–608, 2000.

KETOH, G. K.; KOUMAGLO, H. K.; GLITHO, I. A. Inhibition of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae) development with essential oil extracted from *Cymbopogon schoenanthus* L. Spreng. (Poaceae), and the wasp

Dinarmus basalis (Rondani) (Hymenoptera: Pteromalidae). **Journal of Stored Products Research**. Oxford, v. 41, n. 4, p. 363-371, 2005.

KIM, S. I.; PARK, C.; OHH, M. H.; CHO, H.C.; AHN, Y. J. Contact and fumigant activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Lasioderma serricorne* (Coleoptera: Anobiidae). **Journal of Stored Products Research**. v. 39, p. 11–19, 2003a.

KIM, S. I.; ROH, J.; KIM, D.; LEE, H. AHN, Y. Insecticidal activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Sitophilus oryzae* and *Callosobruchus chinensis*. **Journal of Stored Products Research**.v. 39, p. 293–303, 2003b.

KIM, S. I.; YOON, J. S.; JUNG, J. W.; HONG, K.; AHN, Y. J.; KWON, H. W. Toxicity and repellency of origanum essential oil and its components against *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae) adults. **Journal of Asia-Pacific Entomology**. v. 13, p. 369–373, 2010.

KOUL, O.; SAXENA, B. P.; TIKKU, K. 1977a. Mode of action of *Acorus calamus* L. oil vapours on adult male sterility in red cotton bugs. **Experientia**. v. 33, p. 29–31, 1977a.

KOUL, O.; SAXENA, B. P.; TIKKU, K. Follicular regression in *Trogoderma granarium* due to sterilizing vapours of *Acorus calamus* L. oil. **Current Science**. v 46, p. 724–725, 1977b.

KOUL, O.; WALIA, S.; DHALIWAL, G. S., Essential oils as green pesticides: potential and constraints. **Biopesticides International**. v. 4, n. 1, p. 63 – 84, 2008.

LALE, N. E. S.; ABDULRAHMAN, H. T. Evaluation of neem (*Azadirachta indica* A. Juss.) seed oil obtained by different methods and neem powder for the management of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae) in stored cowpea. **Journal of Stored Products Research**. Oxford, v. 35, n. 2, p. 135-143, 1999.

LAMSON, N. I. **Betula lenta** L. - **Sweet Birch**. Disponível em <http://www.na.fs.fed.us/pubs/silvics_manual/volume_2/betula/lenta.htm> acesso o 22 de janeiro 2015.

LEE, S. E.; LEE, B. H.; CHOI, W. S.; PARK, B. S.; KIM, J.G.; CAMPBELL, B.C. Fumigant toxicity of volatile natural products from Korean spices and medicinal plants towards the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L). **Pest Management Science**.v. 57, p. 548–553, 2001.

LI, X.; LI, J; WERFF, H. **Flora of the China – Cinnamomum cassia**. Missouro Botanical Garden and Harvard University Herbaria, Cambridge, MA. Disponível em: <http://www.efloras.org/florataxon.aspx?flora_id=2&taxon_id=200008698> acesso 22 de janeiro de 2015.

LIBERATO, M. C.; Feijão. In: **Enciclopédia Verbo Luso-Brasileira da cultura**. , vol. 1, Ed. Verbo, 1999.

- LIU, Z. L.; CHU, S. S.; JIANG, G. H. Insecticidal activity and composition of essential oil of *Ostericum sieboldii* (Apiaceae) against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum*. **Records of Natural Products**. v. 5, p. 74-8,. 2011.
- LIU, Z. L.; CHU, S. S.; JIANG, G. H. Toxicity of *Schizonepeta multifida* essential oil and its constituent compounds towards two grain storage insects. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 91, p. 905–909, 2011.
- LOPES, K. P.; BRUNO, R. L. A; BRUNO, G. B.; SOUZA, A. F. Produtos naturais e fosfato de alumínio no tratamento de sementes de feijão-macassar (*Vigna unguiculata* (L.) Walp) armazenadas. **Revista Brasileira de Sementes**. v. 22, p. 109-117, 2000.
- MAHDI, S. H. A.; RAHMAN, MD. K. Insecticidal effect of some spices on *Callosobruchus maculatus* (Fabricius) in black gram seeds. **University Journal of Zoology, Rajshahi University**. v. 27, p. 47-50, 2008.
- MATHUR, A. C.; SAXENA, B. P. Induction of sterility in male house flies by vapours of *Acorus calamus* L. oil. **Naturwissenschaften** v. 62, n. 12, p. 576-577, 1975.
- MESSINA, F. J; JONES, J. C. Does rapid adaptation to a poor-quality host by *Callosobruchus maculatus* (F.) cause cross-adaptation to other legume hosts. **Journal of Stored Products Research**. v. 45, p. 215-219, 2009.
- MOTAGHI, L.; SENFI, F.; FROUZAN M.; KHODABANDEH, F. Fumigant toxicity of *Artemisia annua* L. essential oil against Cowpea weevil, *Callosobruchus maculatus* F. (Col.: Bruchidae). **International Journal of Agriculture and Crop Sciences**. v. 7, n.11, p. 805-807, 2014.
- MOTLEY, T. J. The ethnobotany of sweet flag, *Acorus calamus* (ARACEAE). **Economic Botany**. v. 48, n.4, p. 397-412, 1994.
- MOUSINHO, F. E. P. **Viabilidade econômica da irrigação do feijão caupi no Estado do Piauí**. 103p. 2005. Tese (Doutorado) - Escola Superior de Agricultura Luis de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba. 2005.
- NIGAM, S. K.; VENKATAKRISHNA, B. H. Occupational cancer: introduction and intervention. **Indian Journal of Occupational and Environmental Medicine**. v. 44, n.2, p. 79–88, 2001.
- OLIVEIRA, F. J.; SANTOS, J. H. R.; ALVES, J. F.; PAIVA, J. B.; ASSUNÇÃO, M.V. Perdas de peso em sementes de cultivares de caupi, atacadas pelo caruncho. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.19, n.1, p.47-52, 1984.
- PADIL - PLANT BIOSECURITY TOOLBOX. **Diagnostic Methods for Cowpea weevil or cowpea bruchid *Callosobruchus maculatus***. 2010, 40p.
- PASCUAL-VILLALOBOS, M. J.; BALLESTA-ACOSTA, M. C. Chemical variation in an *Ocimum basilicum* germplasm collection and activity of the essential oils on *Callosobruchus maculatus*. **Biochemical Systematics and Ecology**. Oxford, v. 31, n. 7, p. 673-679, July 2003.

PEREIRA, A. C. R. L.; OLIVEIRA, J. V.; GONDIM JUNIOR, M. G. C.; CAMARA, C. A. G. Atividade inseticida de óleos essenciais e fixos sobre *Callosobruchus maculatus* (FABR., 1775) (Coleoptera: Bruchidae) em grãos de caupi [*Vigna unguiculata* (L.) WALP.]. **Ciência e Agrotecnologia**. 2008, vol.32, n.3, p. 717-724, 2008.

PHILLIPS, T. W.; NOYES, R. T.; ADAM, B. D. **Integrated pest management for grain elevators that supply the breakfast cereal industry: case studies and economic analysis**. Disponível em: <<http://entopl.okstate.edu/sprec/OSU-Elevator-IPM.pdf>>. Acesso em: 15 de ago. 2014.

PHILLIPS, T. W.; THRONE, J. E. Biorational approaches to managing stored-product insects. **Annual Review of Entomology**. v. 55, p. 375–397, 2010.

PRATES, H. T.; SANTOS, J.P. Óleos essenciais no controle de pragas de grãos armazenados.p. 443-461. In: LORINI, I.; MIIKE, L. H.; SENSSEL, V.M. (eds.), **Armazenagem de grãos**.Campinas, Instituto Biogenesis, 1000p.2002.

QUIRINO, J.R.; LACERDA FILHO, A.F.; DEMITO, A. Utilização do resfriamento artificial na armazenagem de grãos. **Sistemas Operacionais de Pós Colheita**. Disponível em: <<http://www.sop.eng.br/pdfs/c031d281fe918c6cb391aae5d81c674b.pdf>>. Acesso em: 18 de ago. de 2014.

RACHIE, K. O. Introduction. In: SINGH, S.R.; RACHIE, K.O. (Eds.), **Cowpea Research, Production and Utilization**. Wiley, Chichester, 1985.

RAHMAN M. M.; SCHMIDT G. H. Effect of *Acorus calamus* essential oil vapors from various origins on *Callosobruchus phaseoli*. **Journal of Stored Products Research**. v. 35, p. 285–295, 1999.

RAJAPKSE, R.; VAN EMDEN, H.F.Potential of four vegetable oils and ten botanical powders for reducing infestation of cowpeas by *Callosobruchus maculatus*, *C. chinensis* and *C. rhodesianus*. **Journal of Stored Products Research**. v. 33, p. 59-68, 1997.

RAJENDRAN, S.; SRIRANJINI, V. Plant products as fumigants for stored-product insect control. **Journal of Stored Products Research**. v. 44, p. 126–135, 2008.

ROEL, A. R. Utilização de plantas com propriedades inseticidas: uma contribuição para o desenvolvimento rural sustentável. **Revista Internacional de Desenvolvimento Local**. v. 1, n. 2, p. 43-50, 2001.

ROTIMI, J.; EKPERUSI, O. A. Effectiveness of citrus oils as cowpea seed protectant against damage by the Cowpea Bruchid *Callosobruchus maculatus* (F) (Coleopteran: Bruchidae). **Advances in Applied Science Research**. v. 3, n. 6, p. 3540-3544, 2012.

SANTOS, J. H. R.; VIEIRA, F. V. Ataque do *Callosobruchus maculatus* (L.) a *Vigna sinensis*: Influência sobre o poder germinativo de semente da cv. Seridó. **Ciência Agrônômica**, v.1,n.2, p.71-74, 1971.

SAXENA, B. P.; KOUL, O.; TIKKU, K.; ATAL, C.K. A new insect chemosterilant isolated from *Acorus calamus* (L.). **Nature**. v. 270, p. 512–513, 1977.

SAXENA, R. C. Botanical pest control. In: DHALIWAL, G.S.; HEINRICHS, E.A. (Eds.), **Critical Reviews in Insect Pest Management**. Commonwealth Publishers, New Delhi, India, p. 155- 179, 1998.

SCHEEPENS, P.; HOEVERS, R.; ARULAPPAN, F. X.; PESCH, G. **Armazenamento de produtos agrícolas**. Wageningen. 2011, 85p.

SCHMIDT, G S.; BROCHERS, D. Studies of the sterilizing effect of Indian *Acorus calamus* in ants. **Mitteilungen der Deutschen Gesellschaft für Allgemeine und Angewandte Entomologie**. v. 3, p. 201-213, 1981.

SCHMIDT, G.H.; STRELOKE, M. Effect of *Acorus calamus* (L.) (Araceae) oil and it's main compound b-Asarone on *Prostephanus truncatus* (Horn)(Coleoptera: Bostrichidae). **Journal of Stored Products Research**.v.30, p. 227–235, 1994.

SHARMA, P. R.; SHARMA, O. P.; SAXENA, B. P. Effect of sweet flag rhizome oil (*Acorus calamus*) on hemograma and ultrastructure of hemocytes of the tobacco armyworm, *Spodoptera litura* (Lepidoptera: Noctuidae). **Micron**.v. 39, p. 544–551, 2008.

SOUSA, A. H.; MARACAJÁ, P. B.; SILVA, R. M. A.; MOURA, A.M.N.; ANDRADE, W.G. Bioactivity of vegetal powders against *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae) in caupi bean and seed physiological analysis. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, Campina Grande, v. 5, n. 2, 2005.

SOUSA, A.H.; BRITO, J. E.; MAIA, P. H. S.; MARACAJÁ, P. B.; GEREMIAS, L.D. Ataque de *Callosobruchus maculatus* ao feijão caupi comercializado em Teresina-PI. **Expressão**. v. 39, p. 77-80, 2008.

STROH, J.; WAN, M. T.; ISMAN, M. B.; MOUL, D. J. Evaluation of the acute toxicity to juvenile Pacific coho salmon and rainbow trout of some plant essential oils, a formulated product, and the carrier. **Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology**. v. 60, p. 923–930, 1998.

TEWARY, D.K.; BHARDWAJ, A.; SHANKER, A. Pesticidal activities in five medicinal plants collected from midhills of Western Himalayas. **Industrial Crops and Products**. v. 22, p. 241–247, 2005.

TRIPATHI, A. K.; PRAJANPATI, V.; AGGARWAL, K. K.; KUMAR, S. Toxicity, feeding deterrence, and effect of activity of 1, 8-cineole from *Artemisia annua* on progeny production of *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). **Journal of Economic Entomology**. v. 94, p. 979–983, 2001.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE LAVRAS. **Manejo integrado de pragas de produtos armazenados**. Disponível em: <http://www.den.ufla.br/attachments/article/73/Aula4_PRAGAS_GRAOS_ARM_AZ.pdf>. Acesso em: 18 de ago. de 2014.

VAN DEN DOLL, H.; KRATZ, P.D.J.A. Generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography. **Journal of Chromatography**. v. 11, p. 463-471, 1963.

VERDCOURT, B. Studies in the Leguminosae-Papilionoideae for the flora of tropical East África. IV. **Kew Bulletin**. v. 24, p. 507-69, 1970.

VIR, S. Neem genetic diversity in India and its use as biopesticide and biofertilizer. **Indian Journal of Plant Protection**. v. 35, p. 185-193, 2007.

WALLER, G. R. Introduction. In: MACIAS, F.A.; GALINDO, J.C.G.; MOLINILLO, J.M.G.; CUTLER, H.G. **Recent Advances in Allelopathy**. Cadiz, Serv. Pub. Univ. Cadiz, 1999. v.1, sem paginação.

WEAVER, J.; RICHARD, E. The ornamental birches. *Arnoldia*. v. 38, n.4, p. 117–131, 1978. In: **The Woody Plant Seed Manual**. United States Department of Agriculture, Forest Service Agriculture, Handbook 727, julho/2008.

WIKIPEDIA. Bitter Orange. In: BIBALANI, G. H.; MOSAZADEH-SAYADMAHALEH, V. Recognition and consumption uses and medicinal properties of sour orange (*Citrus aurantium*) by rural people in East part of Gilan Province (North Iran). **Journal of Medicinal Plants Research**. v. 5, n.7, p. 1238-1243, Abril, 2011.

ZANDI-SOHANI, N.; HOJJATI, M.; CARBONELL-BARRACHINA, A. A. Bioactivity of *Lantana camara* l. essential oil against *Callosobruchus maculatus* (fabricius). **Chilean Journal of Agricultural Research**. v. 72, n. 4, 2012.

7. ANEXOS

ANEXO 1



LAUDO TÉCNICO

Óleo Bétula Doce

(Betula lenta)

Lote: 221	CAS Number: 85251-66-7
Fabricação: Junho/2013	Validade: Junho/2015

Itens Controlados	Resultados	Especificações
Aparência	Líquido Claro	Líquido Claro
Cor	Incolor	Incolor a Amarelo Alaranjado
Impurezas	Isento	Isento
Odor	Característico	Característico
Densidade (20°C)	1,181	1,170 – 1,190
Índice de Refração (20°C)	1,537	1,530 – 1,550
Data da Análise	25/07/2013	
Resultado	Aprovado	
Principal Componente (aprox.)	Salicilato de Metila	99%

Recomendações Especiais	
Manuseio	Perigos mínimos, máscara e luvas recomendável. Não ingerir. Evitar contato com a pele, olhos e mucosa. Se isso ocorrer, lavar imediatamente com água límpida em abundância. Em caso de derramamento, absorver o material derramado com material absorvente (areia, terra).
Incêndio	Caso haja fogo, utilizar extintor de pó químico seco e água em forma de neblina, não utilizando jatos de água para não espalhar o produto.
Explosividade	Nenhum perigo em condições normais.
Uso	Este produto destina-se ao uso profissional / industrial e como é elaborado a partir de substâncias naturais pode apresentar pequenas variações de cor e cromatografia sem causar qualquer problema na performance do produto.
Armazenamento	Armazenar em local seco, longe de umidade e do calor, protegido da luz, em recipiente original bem vedado. Não reutilizar a embalagem vazia.
Transporte	Produto não enquadrado na portaria 204/97 em vigor sobre transporte de produtos perigosos.

As informações contidas nesta publicação representam o melhor de nosso conhecimento. Entretanto, nada aqui mencionado deve ser entendido como garantia de uso. Os consumidores devem efetuar seus próprios ensaios para determinar a viabilidade da aplicação.

Engenheira Química Responsável: Alice Lasthaus CRQ: IV 04330754



ANEXO 2



LAUDO TÉCNICO
Óleo Essencial de Cálamo
(Acorus calamus)

Lote: 105	CAS Number: 84775-39-3
Fabricação: Julho/2013	Validade: Julho/2015

Itens Controlados	Resultados	Especificações
Aparência	Líquido	Líquido
Cor	Marrom	Marrom a Preto
Impurezas	Isento	Isento
Odor	Característico	Característico
Densidade (20°C)	1,072	1,070 – 1,090
Índice de Refração (20°C)	1,553	1,545 – 1,560
Rotação Ótica		[-7° ; +7°]
Data da Análise	01/10/2013	
Resultado	Aprovado	
Principais componentes (aprox)	Beta-asarone= 83% Alfa-asarone= 4%	

Recomendações Especiais	
Manuseio	Perigos mínimos, máscara e luvas recomendável. Não ingerir. Evitar contato com a pele, olhos e mucosa. Se isso ocorrer, lavar imediatamente com água limpa em abundância. Em caso de derramamento, absorver o material derramado com material absorvente (areia, terra).
Incêndio	Caso haja fogo, utilizar extintor de pó químico seco e água em forma de neblina, não utilizando jatos de água para não espalhar o produto.
Explosividade	Nenhum perigo em condições normais.
Uso	Este produto destina-se ao uso profissional / industrial e como é elaborado a partir de substâncias naturais pode apresentar pequenas variações de cor e cromatografia sem causar qualquer problema na performance do produto.
Armazenamento	Armazenar em local seco, longe de umidade e do calor, protegido da luz, em recipiente original bem vedado. Não reutilizar a embalagem vazia.
Transporte	Produto não enquadrado na portaria 204/97 em vigor sobre transporte de produtos perigosos.

As informações contidas nesta publicação representam o melhor de nosso conhecimento. Entretanto, nada aqui mencionado deve ser entendido como garantia de uso. Os consumidores devem efetuar seus próprios ensaios para determinar a viabilidade da aplicação.

Engenheira Química Responsável: Alice Lasthaus CRQ: IV 04330754



LAUDO TÉCNICO
Óleo Essencial de Canela Cássia
(Cinnamomum cassia)

Lote: 215	CAS Number: 84961-46-6
Fabricação: Setembro/2013	Validade: Setembro/2016

Itens Controlados	Resultados	Especificações
Aparência	Líquido	Líquido
Cor	Amarelo a Marrom	Amarelo
Impurezas	Isento	Isento
Odor	Característico	Característico
Densidade (20°C)	1,053	1,045 – 1,065
Índice de Refração (20°C)	1,609	1,595 – 1,615
Rotação Ótica		[-1° ; +1°]
Data da Análise	09/11/2013	
Origem	China	
Resultado	Aprovado	
Principais Componentes (aprox.)	Aldeído cinâmico = 81% Cumarina = 3% Benzaldeído = 3% Álcool cinâmico= 3 % Estireno = 3%	

Recomendações Especiais	
Manuseio	Perigos mínimos, máscara e luvas recomendável. Não ingerir. Não colocar o produto em contato com a pele, olhos e mucosa. Se isso ocorrer, lavar imediatamente com água limpa em abundância. Pode causar irritação à pele sensível. Em caso de derramamento, absorver o material derramado com material absorvente (areia, terra).
Incêndio	Caso haja fogo, utilizar extintor de pó químico seco e água em forma de neblina, não utilizando jatos de água para não espalhar o produto.
Explosividade	Nenhum perigo em condições normais.
Uso	Este produto destina-se ao uso profissional / industrial e como é elaborado a partir de substâncias naturais pode apresentar pequenas variações de cor e cromatografia sem causar qualquer problema na performance do produto.
Armazenamento	Armazenar em local seco, longe de umidade e do calor, protegido da luz, em recipiente original bem vedado. Não reutilizar a embalagem vazia.
Transporte	Produto não enquadrado na portaria 204/97 em vigor sobre transporte de produtos perigosos.

As informações contidas nesta publicação representam o melhor de nosso conhecimento. Entretanto, nada aqui mencionado deve ser entendido como garantia de uso. Os consumidores devem efetuar seus próprios ensaios para determinar a viabilidade da aplicação.

Engenheira Química Responsável: Alice Lasthaus CRQ: IV 04330754



LAUDO TÉCNICO
Óleo Essencial de Laranja Amarga
(Citrus aurantium var. amara)

Lote: 226	CAS: 68916-04-1
Fabricação: Outubro/2013	Validade: Abril/2015

Itens Controlados	Resultados	Especificações
Aparência	Líquido Límpido	Líquido Límpido
Cor	Amarelo	Amarelo a Castanho
Impurezas	Isento	Isento
Odor	Característico	Característico
Densidade (20°C)	0,846	0,840 – 0,860
Índice de Refração (20°C)	1,473	1,470 – 1,485
Data da Análise	13/11/2013	
Resultado	Aprovado	

Recomendações Especiais	
Manuseio	Uso de luvas, óculos de segurança ampla visão recomendável. Não ingerir. Evitar contato com a pele, olhos e mucosa. Se isso ocorrer, lavar imediatamente com água límpida em abundância. Em caso de derramamento, absorver o material derramado com material absorvente (areia, terra).
Riscos	Produto inflamável a temperatura acima de 46°C. Perigo de fogo se exposto ao calor ou fonte de ignição. O líquido provoca irritação na pele, olhos, aparelho respiratório e digestivo. Contato intensivo pode causar leves queimaduras na pele e ou dermatites. Polui as águas e o solo. O envio ao esgoto é proibido. As águas de combate ao fogo podem causar poluição.
Incêndio	Caso haja fogo, utilizar extintor de pó químico seco e água em forma de neblina, não utilizando jatos de água para não espalhar o produto. Usar equipamento de proteção individual.
Explosividade	Nenhum perigo em condições normais.
Uso	Este produto destina-se ao uso profissional / industrial e como é elaborado a partir de substâncias naturais pode apresentar pequenas variações de cor e cromatografia sem causar qualquer problema na performance do produto.
Armazenamento	Armazenar em local seco, longe de umidade e do calor, protegido da luz, em recipiente original bem vedado. Não reutilizar a embalagem vazia.
Transporte	Número da Onu:1993 / Classe: 3 / LÍQUIDO INFLAMÁVEL

As informações contidas nesta publicação representam o melhor de nosso conhecimento. Entretanto, nada aqui mencionado deve ser entendido como garantia de uso. Os consumidores devem efetuar seus próprios ensaios para determinar a viabilidade da aplicação.

Engenheira Química Responsável: Alice Lasthaus CRQ: IV 04330754



CERTIFICADO DE ANÁLISE QUÍMICA

Solicitante: FERQUIMA IND. COM. LTDA. CNPJ: 51.699.205/0001-48

ÓLEO ESSENCIAL de CANELA CASSIA

Nome comercial: Óleo Essencial de Canela cassia

Lote: 216 fab: mai/2014 val: mai/2017

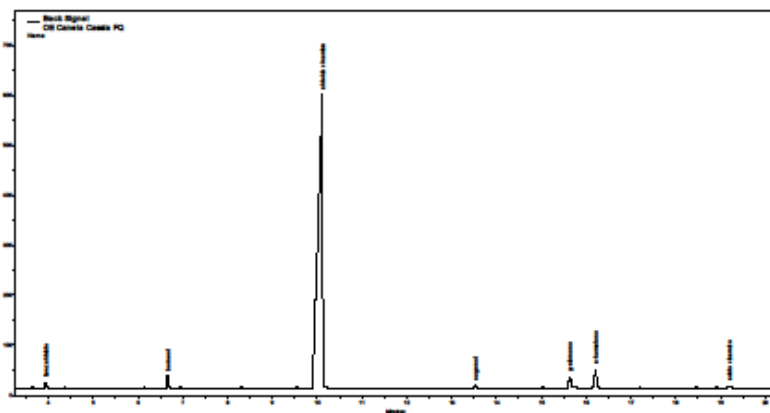
Nomenclatura botânica: Cinnamomum cassia

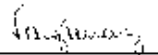
Extração: Destilação por arraste a vapor

Parte da planta: Folhas, cascas e galhos

Composição Química

Pico	Constituinte ID	%
1	benzaldeido	0.5
2	borneol	1.5
3	aldeido cinamico	87.6
4	eugenol	0.4
5	γ-elemeno	2.5
6	α-humuleno	3.1
7	acido cinamico	0.7




Dra. Vany Ferraz
Laboratório de Cromatografia
Departamento de Química – UFMG
vanyferraz@ufmg.br
Belo Horizonte, 17/06/2014

Método de análise:
Cromatografia Gasosa de Alta Resolução. Cromatógrafo a Gás AGILENT 7820A.
Coluna: HP-5 30m x 0,32mm x 0,25 µm (AGILENT). Temp.: Coluna: 70°C (0min), 3°C /min a 240°C.
Injetor: 240°C Split: 1/50. Detector FID: 250°C. Vo l. de Injeção: 1 µl (conc 1,0 % em clorofórmio)

Av. Antônio Carlos, 6627 – Campus – Pampulha – Belo Horizonte/MG-Brasil - Cep: 31.270-901



CERTIFICADO DE ANÁLISE QUÍMICA

Solicitante: FERQUIMA IND. COM. LTDA. CNPJ: 51.699.205/0001-48

ÓLEO ESSENCIAL de BETULA DOCE

Nome comercial: Óleo essencial de Betula doce

Lote: 223 fab: abr/2014 val: abr/2016

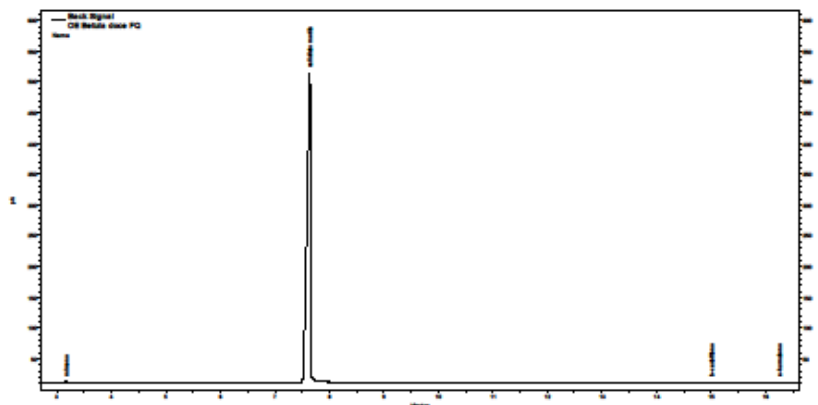
Nomenclatura botânica: Betula lenta

Extração: Destilação por arraste a vapor

Parte da planta: Cascas e galhos

Composição Química:

Pico	Constituinte ID	%
1	mirreno	0.04
2	salicilato de metila	99.79
3	β -cariofileno	0.04
4	α -humuleno	0.04



Vany Ferraz

Dra. Vany Ferraz
Laboratório de Cromatografia
Departamento de Química – UFMG
vanyferraz@ufmg.br
Belo Horizonte, 16/10/2014

Método de análise:

Cromatografia Gasosa de Alta Resolução. Cromatógrafo a Gás AGILENT 7820A.
Coluna: HP-5 30m x 0,32mm x 0,25 μ m (AGILENT). Temp.: Coluna: 70°C (0min), 3°C/min a 200°C. Injetor :
200°C Split: 1/50. Detetor FID: 200°C. Vol. de Inj eção: 1 μ l (conc 1.0 % em clorofórmio).

Av. Antônio Carlos, 6627 – Campus – Pampulha – Belo Horizonte/MG-Brasil -Cep:31.270-901