

TACIANA LOPES DA SILVA

**AVALIAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Croton pulegiodorus* BAILL SOBRE
POPULAÇÕES DE *Sitophilus zeamais* MOTS. (COLEOPTERA: CURCULIONIDAE)
RESISTENTES A INSETICIDAS SINTÉTICOS**

SERRA TALHADA-PE

2017

S
I
L
V
A

T
L.

A
V
A
L
I
A
Ç
Ã
O

D
O

Ó
L
E
O

E
S
S
N
C
I
A
L

...
2
0
1
7

TACIANA LOPES DA SILVA

**AVALIAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Croton pulegiodorus* BAILL SOBRE
POPULAÇÕES DE *Sitophilus zeamais* MOTS. (COLEOPTERA: CURCULIONIDAE)
RESISTENTES A INSETICIDAS SINTÉTICOS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, para obtenção do título de Mestre em Produção Vegetal.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Romero Ferreira de Oliveira

Co-orientadora: Prof^a Dr.^a. Cláudia Helena Cysneiros Matos de Oliveira

SERRA TALHADA-PE

2017

FICHA CATALOGRÁFICA

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema Integrado de Bibliotecas da UFRPE
Biblioteca da UAST, Serra Talhada-PE, Brasil

S586a Silva, Taciana Lopes da
Avaliação do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* Baill
sobre populações de *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera:
Curculionidae) Resistentes a inseticidas sintéticos / Taciana
Lopes da Silva.
43 f.: il.

Orientador: Carlos Romero Ferreira de Oliveira.
Coorientadora: Cláudia Helena Cysneiros Matos de Oliveira.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal Rural de
Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Produção
Vegetal, Serra Talhada, PE, 2017.
Inclui referências

1. Entomologia agrícola. 2. Inseticida vegetal. 3. Pragas de
grãos.

I. Oliveira, Carlos Romero Ferreira de, orient. II. Oliveira,
Cláudia Helena Cysneiros Matos de, Coorient. III. Título.

CDD

TACIANA LOPES DA SILVA

**AVALIAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Croton pulegiodorus* BAILL SOBRE
POPULAÇÕES DE *Sitophilus zeamais* MOTS. (COLEOPTERA: CURCULIONIDAE)
RESISTENTES A INSETICIDAS SINTÉTICOS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, para obtenção do título de Mestre em Produção Vegetal.

Aprovada em: 21/02/2017.

Banca Examinadora



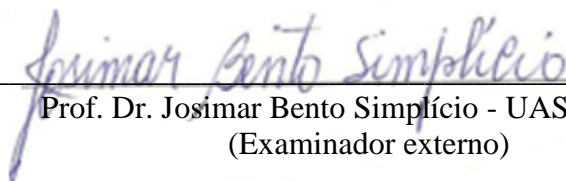
Prof. Dr. Carlos Romero Ferreira de Oliveira – UAST/UFRPE
(Orientador)



Prof^a. Dr^a. Cláudia Helena Cysneiros Matos de Oliveira – UAST/UFRPE
(Co-orientadora, Examinadora interna)



Prof^a. Dr^a. Monalisa Alves Diniz da Silva Camargo Pinto – UAST/UFRPE
(Examinadora interna)



Prof. Dr. Josimar Bento Simplicio - UAST/UFRPE
(Examinador externo)

*“Grata por tudo que tenho, lutando
por tudo que sonho”.*

AGRADECIMENTOS

É com muita alegria e gratidão que direciono meus sinceros agradecimentos àqueles que diretamente e indiretamente contribuíram para esta realização:

A Deus, pela dádiva da vida, e por em muitos momentos tristes, ter me proporcionado a sua paz e a serenidade para enfrentar os obstáculos e superar os desafios.

Aos meus pais Anabete e Olegário por todo amor, apoio e confiança em mim depositada.

Aos meus irmãos Paulo, Tereza, Vitor, André e Inácio (*In memoriam*) e minhas lindas e espertas sobrinhas Vitória e Aninha.

À querida Elizangela Nunes, que muito me fortaleceu nesta caminhada.

Ao Prof. Carlos Romero Ferreira de Oliveira e à Prof.^a Cláudia Helena Cysneiros Matos de Oliveira, pela oportunidade concedida, ensinamentos, orientação, paciência, leveza e tranquilidade para conduzir as coisas e principalmente, pela ética, disponibilidade e comprometimento.

Aos colegas do laboratório de Entomologia da UFRPE/UAST, em especial ao Grupo de óleo Suely, Dayane, Amaury, Virginia, Renilson e Wilke.

Ao Prof. Vicente Imbrosi e aos colegas Aurielle Medeiros e Renilson Morato pela ajuda nas análises estatísticas e metodologia.

Aos professores do Programa de Mestrado em Produção Vegetal pelo empenho e valiosos ensinamentos.

Às novas amigas, Aurielle, Maria da Penha e Débora que me deram força, suporte e proporcionaram boas risadas!

À Universidade Federal Rural de Pernambuco Unidade Acadêmica de Serra Talhada UFRPE/UAST pelas oportunidades de conhecimento.

Aos funcionários da Unidade Acadêmica de Serra Talhada, sempre prestativos e atenciosos aos nossos pedidos.

À CAPES pelo apoio financeiro durante o mestrado.

RESUMO

SILVA, Taciana Lopes da. **Avaliação do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* Baill sobre populações de *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) resistentes a inseticidas sintéticos.** 2017. 45 f. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal – Universidade Federal Rural de Pernambuco – Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UFRPE-UAST), Serra Talhada-PE). Orientador: Prof. Dr. Carlos Romero Ferreira de Oliveira.

O milho, *Zea mays* (L.), é o segundo grão mais produzido no Brasil e ocupa lugar de destaque no agronegócio brasileiro. Dentre as várias pragas que danificam os grãos de milho, uma das mais destrutivas é o gorgulho-do-milho, *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). Os óleos essenciais constituem alternativa promissora para o manejo dessa praga em milho armazenado. Assim, o presente estudo teve o objetivo de avaliar os efeitos do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* sobre oito populações brasileiras de *Sitophilus zeamais* com diferentes padrões de suscetibilidade a inseticidas sintéticos. As populações foram obtidas de Sete Lagoas-MG, Jacarezinho-PR, Bom Conselho-PE, Garanhuns-PE, Jupi-PE, Lajedo-PE, São João-PE e Serra Talhada-PE. Para estimar as concentrações letais (CL₅₀ e CL₉₀) do óleo para cada população, foram realizados testes de fumigação. Inicialmente foram realizados testes preliminares com as concentrações 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 e 30 (µL L⁻¹ de ar), em cinco repetições, em delineamento inteiramente casualizado para cada uma das oito populações de *S. zeamais*. O óleo essencial de *C. pulegiodorus* foi aplicado em fitas de papel filtro presas na parte inferior da tampa da câmara de fumigação de 1L, na qual continha 20 gramas de milho não-tratado e 10 insetos adultos não-sexados. Foram determinadas as concentrações letais (CL₅₀ e CL₉₀) do óleo essencial para cada uma das populações avaliadas. A mortalidade dos insetos foi avaliada após 48 horas de exposição em estufa incubadora tipo B.O.D, a 28°C e 70% UR.. A susceptibilidade de *S. zeamais* ao óleo essencial variou entre as populações. Garanhuns e Bom conselho foram considerados padrões de susceptibilidade, apresentando as menores CL₅₀ (3.40 µL L⁻¹ de ar) e CL₉₀ (9.60 µL L⁻¹ de ar), respectivamente. A população de Jupi apresentou as maiores CL₅₀ (14.49 µL L⁻¹ de ar) e CL₉₀ (19.60 µL L⁻¹ de ar) para *C. pulegiodorus*. A razão de resistência variou de 1,84 vezes para população de São João a 4,26 vezes para a população de Jupi. Assim, o óleo essencial de *C. pulegiodorus* apresentou efeito fumigante causando mortalidade em populações de *S. zeamais*.

Palavras-chave: Inseticida botânico, fumigação, milho armazenado.

ABSTRACT

SILVA, Taciana Lopes da. **Assessment of the *Croton pulegiodoros* Baill essential oil on populations of *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) resistant to synthetic insecticides.** 2017. 45 f. Dissertation (Master's Degree in Plant Production – Universidade Federal Rural de Pernambuco – Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UFRPE-UAST), Serra Talhada-PE). Adviser: Prof. Dr. Carlos Romero Ferreira de Oliveira.

The maize, *Zea mays* (L.), is the second largest grain produced in Brazil and occupies a prominent in Brazilian agribusiness. Among the various pests that damage maize grains, one of the most destructive is the weevil, *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). Essential oils are a promising alternative to managing this pest in stored maize. Thus, the present study aimed to assess the effects of the essential oil of *Croton pulegiodoros* on eight Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* with different patterns of susceptibility to synthetic insecticides. Populations of *S. zeamais* were obtained from Sete Lagoas-MG, Jacarezinho-PR, Bom Conselho-PE, Garanhuns-PE, Jupi-PE, Lajedo-PE, São João-PE and Serra Talhada-PE. To estimate the lethal concentrations (LC₅₀ and LC₉₀) of oil for each population, fumigation tests were performed. Preliminary tests were initially carried out using 0; 2.5; 5; 10; 15; 20 and 30 concentrations ($\mu\text{L L}^{-1}$ of air), in five repetitions, in a completely random design for each of the eight populations of *S. zeamais*. The *C. pulegiodoros* essential oil was applied on strips of filter paper attached to the bottom side of the 1L fumigation chamber lid, which contained 20 grams of untreated maize and 10 unsexed adult insects. Lethal concentrations of the essential oil were determined (LC₅₀ and LC₉₀) for each of the populations under assessment. Insect mortality was assessed following 48 hours of exposure in a B.O.D-type incubator, at 28°C and 70% RH. The susceptibility of *S. zeamais* to the essential oil varied among populations. Garanhuns and Bom Conselho was considered the susceptibility patterns, presenting the lowest LC₅₀ (3.40 $\mu\text{L L}^{-1}$ of air) and LC₉₀ (9.60 $\mu\text{L L}^{-1}$ of air), respectively. The population from Jupi exhibited the highest LC₅₀ (14.49 $\mu\text{L L}^{-1}$ of air) and LC₉₀ (19.60 $\mu\text{L L}^{-1}$ of air) for *C. pulegiodoros*. The resistance ratio ranged from 1.84 for the São João population to 4.26 for the Jupi population. Thus, the essential oil of *C. pulegiodoros* showed fumigant activity, causing mortality in *S. zeamais* populations.

Key words: Botanic insecticide, fumigation, stored maize.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.** Criações de *Sitophilus zeamais* sob condições controladas em câmara climática tipo B.O.D. (temperatura de 28 ± 2 °C, $70\pm 5\%$ de UR). Erro! Indicador não definido.
- Figura 2.** Material vegetal utilizado para obtenção do óleo essencial de *C. pulegiodorus* (Euphorbiaceae). **233**
- Figura 3.** Processo de extração de óleo essencial no aparelho Clevenger (A), purificação do óleo em Evaporador Rotativo (B), armazenamento em potes de cor âmbar (C). Erro! Indicador não definido.
- Figura 4.** Câmaras utilizadas no teste de fumigação do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* (Euphorbiaceae) sobre *Sitophilus zeamais* em laboratório. Erro! Indicador não definido.
- Figura 5.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Bom Conselho - PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. **28**
- Figura 6.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Serra Talhada- PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. **29**
- Figura 7.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Sete Lagoas-MG, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. **30**
- Figura 8.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Garanhuns- PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. Erro! Indicador não definido.
- Figura 9.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Lajedo - PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. **30**
- Figura 10.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de São João-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. Erro! Indicador não definido.
- Figura 11.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Jacarezinho - PR, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. **31**
- Figura 12.** Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Jupi - PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *C. pulegiodorus*. **31**

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Histórico de coleta e procedência das populações de *Sitophilus zeamais*.**22**

Tabela 2. Toxicidade por fumigação do óleo essencial de *Croton pulegioidorus* Baill. sobre populações de *Sitophilus zeamais* (Temperatura: 28 ± 2 °C; umidade relativa: $70 \pm 10\%$; 12 horas fotofase).**26**

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	11
2. REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1 Produção de grãos	14
2.2 A praga: <i>Sitophilus zeamais</i>	15
2.3 Uso de óleos essenciais	17
3. MATERIAL E MÉTODOS	21
3.1 Populações e criação de <i>Sitophilus zeamais</i>	21
3.2 Coleta do material vegetal e obtenção do óleo essencial	22
3.3 Teste de fumigação	24
3.4 Análise estatística	25
4. RESULTADOS	26
5. DISCUSSÃO	32
6. CONCLUSÕES	35
7. REFERÊNCIAS	36

1. INTRODUÇÃO

A produção de grãos nas diferentes regiões do mundo tem aumentado nas últimas décadas, e o Brasil se destaca como um dos maiores produtores. A produção brasileira na safra de 2015/2016 atingiu 210,5 milhões de toneladas para uma área plantada de 58,5 milhões de hectares, destacando-se entre outras, as culturas de soja e milho, sendo estas de grande importância no cenário agrícola (Companhia Nacional de Abastecimento-CONAB, 2016).

O milho (*Zea mays* L.) é um produto agrícola de elevada expressão econômica e social, por ser largamente utilizado na alimentação humana e de animais domésticos, bem como na indústria para a produção de amido, óleo, álcool, bebidas e outros produtos (ANTUNES et al., 2011). No entanto, com o aumento da produção de milho tem se evidenciado grandes perdas de natureza quantitativa e qualitativa, ocorridas durante o armazenamento realizado de forma inadequada (DE LIRA et al., 2015). Estas perdas são causadas principalmente por métodos incorretos de armazenagem, estruturas de armazenamento impróprias e ataque de uma variedade de insetos-praga, o que determina, conseqüentemente, na redução do valor de mercado ou até mesmo na condenação de lotes de grãos e sementes (NAPOLEÃO et al., 2013).

O gorgulho do milho, *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855 (Coleoptera: Curculionidae), é uma das principais, mais destrutivas e mundialmente bem distribuídas pragas de grãos armazenados (ALONSO-AMELOT e AVILA-NÚÑEZ, 2011). É uma praga primária interna que realiza a postura no interior dos grãos e sementes, onde as larvas se desenvolvem e passam ao estágio de pupa, culminando com a emergência do adulto (GALLO et al., 2002). O ataque de *S. zeamais* é mais intenso em milho, afetando também sorgo, trigo, arroz, aveia, cevada e produtos alimentícios industrializados, causando infestações tanto no campo quanto nas unidades armazenadoras, possuindo, portanto, capacidade de infestação cruzada (ARAÚJO, 2011; TEFERA e MUGO, 2011).

Nas últimas décadas o controle dessa praga tem sido amplamente realizado por meio de produtos químicos, como inseticidas piretróides, organofosforados e fumigantes em geral, por ser um método rentável, de fácil manejo e altamente efetivo (BOYER et al., 2012). Entretanto, o uso intensivo desses produtos aliados a técnicas de aplicação inadequadas, resultaram em uma série de impactos negativos, como a poluição ambiental, resistências dos

insetos aos agentes químicos, possibilidade de intoxicação dos operadores pelo contato e a contaminação do alimento pela presença de resíduos nas sementes e grãos (LORINI, 2008).

No intuito de minimizar ou evitar os problemas acarretados pelo uso de inseticidas sintéticos, novas pesquisas tem sido desenvolvidas com métodos de controle alternativos para diversas pragas de grãos armazenados, como o uso de compostos bioativos extraídos das plantas nas formas de óleos essenciais, óleos emulsionáveis, pós, extratos aquosos ou orgânicos, os quais tem demonstrado toxicidade por contato, ingestão e fumigação (ALMEIDA, et al., 2005; RAJENDRAN e SRIRANJINI, 2008).

Dentre os compostos vegetais podemos destacar os óleos essenciais, substâncias produzidas pelo metabolismo secundário das plantas, que apresentam aroma característico, propriedades anticépticas, bactericidas e fungicidas, que podem ser extraídos de diferentes partes do vegetal, como flores, frutos, folhas, sementes, cascas e rizomas (BAKKALI et al., 2008).

Diversas espécies vegetais que produzem óleos essenciais com potencial inseticida estão sendo utilizadas como método alternativo no controle das principais pragas que ocorrem em produtos armazenados (CABALLERO-GALLARDO et al., 2011). Os inseticidas botânicos apresentam baixa toxicidade ao homem e aos animais, e alta toxicidade aos insetos, podendo ser aplicados de diferentes maneiras e atuar por múltiplos modos de ação, como repelência, ingestão, contato e fumigação, provocando alterações fisiológicas, distúrbios comportamentais e causando a morte do inseto, favorecendo a redução do crescimento de populações de pragas (SUTHISUT et al., 2011).

Espécies de *Croton* L. (Euphorbiaceae) tem se mostrado promissoras para o controle de insetos-praga de grãos armazenados. Em feijão armazenado, o óleo de *Croton pulegiodorus* utilizado na concentração 5 μ L em teste de fumigação ocasionou 100% de mortalidade dos adultos de *Zabrotes subfasciatus* e reduziu em 79% o número de ovos. No entanto, o óleo de *Croton heliotropiifolius* na concentração de 20 μ L ocasionou apenas 35% de mortalidade dos adultos, mas proporcionou alta redução no percentual de insetos emergidos (BRITO et al., 2015).

Magalhães et al. (2015) relataram que os óleos essenciais de *C. heliotropiifolius*, *M. urundeuva* e *O. basilicum* apresentaram capacidade repelente sobre *T. castaneum*, enquanto que o óleo de *C. pulegiodorus* foi considerado neutro. Os autores observaram, ainda, que os óleos de *O. basilicum*, *C. heliotropiifolius* e *C. pulegiodorus* proporcionaram uma redução de 100% na emergência de *T. castaneum*. Por outro lado, SOUZA et al. (2016) em estudo

realizado sobre *R. dominica* em milho armazenado, observaram que os óleos essenciais de *O. basilicum*, *Mentha spicata* e *C. pulegioides* causaram mortalidade superior a 70% nas concentrações mais elevadas.

A importância econômica de *S. zeamais* para o milho armazenado e a necessidade de utilizar métodos alternativos aos inseticidas químicos sintéticos, que se enquadrem nos princípios de manejo de pragas de grãos e subprodutos armazenados, justifica a realização de estudos que avaliem o potencial inseticida de óleos essenciais no controle dessa praga. Desta forma, o objetivo desse trabalho foi avaliar o potencial inseticida do óleo essencial de *Croton pulegioides* sobre populações brasileiras de *S. zeamais* com diferentes padrões de suscetibilidade a inseticidas sintéticos.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 PRODUÇÃO DE GRÃOS

O milho (*Zea mays* L.) é um dos cereais mais cultivados no mundo e uma fonte de fácil acesso as proteínas, fibras, vitaminas e minerais, tendo elevado conteúdo energético. Destaca-se entre as culturas mais cultivadas, devido sua facilidade de adaptação aos diversos ecossistemas (ANTUNES et al., 2011). É um produto agrícola de elevada expressão econômica e social, considerada a cultura que possui a maior caracterização genética entre as espécies agricultáveis, sendo matéria prima utilizada na alimentação humana e de animais domésticos, bem como na produção industrial de produtos secundários que vão desde amido, glicose, óleo, farinha, ração animal e na elaboração de formulações alimentícias (SANTOS, et al., 2014).

Por ser uma cultura bem adaptada a diferentes ecossistemas, o milho é produzido em diferentes partes do mundo. O Brasil é um país que apresenta elevado potencial na produção desse grão, sendo o segundo mais produzido, ficando atrás apenas da soja. Em números, a safra 2015/2016 atingiu 88,5 milhões de toneladas com aumento de 3,5% em relação à safra passada (CONAB, 2016). Esses dados confirmam a importância da cultura no país, onde no ano de 2016 semeou-se 11 milhões de hectares, aumentando a área plantada em 13,3% em relação à safra anterior (CONAB, 2016). Apesar de estar entre os grandes produtores, o Brasil não se destaca entre os países com maior nível de produtividade, pelo grande número de pequenos produtores que cultivam esse cereal com baixo investimento financeiro, pequenas extensões de terra e pouco nível tecnológico, o que associa essa cultura ao aspecto social, porque mesmo existindo diversos impasses no aumento da produtividade, essa produção ainda é um meio de sobrevivência para esses produtores. É utilizado na alimentação humana, na indústria de alta tecnologia, sendo a maior parte da produção destinada à formulação de ração animal, face à importância econômica do grão de milho (Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária-EMBRAPA, 2016).

Todavia, apesar de todo o destaque no mercado nacional e internacional, tem se evidenciado grandes perdas durante o processo de armazenamento, ocorrido por erros que vão desde a pré-colheita até os cuidados básicos que devem ser tomados no combate a insetos, fungos e roedores. Estima-se que as perdas ocasionadas pelo ataque de pragas em grãos armazenados podem chegar a 20%, e por isso a necessidade de se manter os grãos em condições ideais de armazenamento para que o problema não avance (LORINI, 2010).

As estruturas inadequadas de algumas unidades de armazenagem, que possuem sistema falho de controle de temperatura e umidade através de um sistema de aeração, resultam em perdas qualitativa e quantitativa da massa estocada. Essas perdas são a redução no teor de massa seca do grão, perda do poder germinativo das sementes, contaminação por insetos e, conseqüentemente, a desvalorização do valor comercial e nutricional do produto (DEMARCHI, 2011). Por esses motivos, os esforços para manter as condições adequadas dos grãos no processo de colheita têm que ser iguais aos que são realizados para aumentar a produtividade (EMBRAPA, 2016).

Existe uma diversidade de artrópodes-praga de grãos e de produtos armazenados, que são caracterizadas pela sua grande capacidade de reprodução e enorme voracidade. Tanto as larvas quanto os adultos dessas espécies são capazes de consumir várias vezes seu próprio peso em alimento, durante as poucas semanas que dura seu ciclo (LORINI, 2008).

As principais pragas de grãos armazenados são: *Sitophilus zeamais* Motschulsky e *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera: Curculionidae), *Rhyzopertha dominica* Fabricius (Coleoptera: Bostrichidae), *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae), *Acanthoscelides obtectus* Say (Coleoptera: Bruchidae), *Lasioderma serricorne* Fabricius (Coleoptera: Anobiidae), *Sitotroga cerealella* Oliver (Lepidoptera: Gelechiidae), *Ephestia kuehniella* Zeller e *Ephestia elutella* Hübner (Lepidoptera: Pyralidae) (LEE et al., 2001; LORINI, 2010).

2.2 A PRAGA: *Sitophilus zeamais*

Dentre os insetos de maior impacto na pós-colheita, encontra-se o gorgulho-do-milho, *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855 (Coleoptera: Curculionidae), uma das principais pragas primárias internas do milho, que efetua a postura no interior do grão, onde as larvas e pupas se desenvolvem. É mundialmente bem distribuída e considerada a mais destrutiva e severa praga no cenário do milho e outros cereais armazenados, por serem os maiores causadores de perdas físicas e responsáveis pela perda na qualidade de grãos e subprodutos, resultando em inúmeros prejuízos econômicos (GUEDES et al., 2009).

O grau de infestação ocasionada por esse inseto, frequentemente, se apresenta de forma cruzada, ou seja, infesta as sementes ainda no campo antes do armazenamento (UKEH, et al., 2012), o que aliada ao elevado potencial biótico, ao grande número de hospedeiros alternativos, capacidade de voo e de sobreviver a grandes profundidades na massa de grãos lhe permitem, a partir de uma pequena infestação inicial, atingir densidades populacionais

elevadas, capazes de provocar grandes prejuízos num intervalo de tempo relativamente curto. Essas características se apresentam como as maiores dificuldades para o manejo e controle do gorgulho-do-milho (FARONI e SOUSA, 2006; PAES et al., 2012).

Os adultos de *S. zeamais* medem de 2 a 3,5 mm de comprimento, tem a cabeça alongada para frente com rostro recurvado, onde está inserido o aparelho bucal do tipo mastigador com mandíbulas tão fortes que lhe garante força suficiente para perfurar a camada mais rígida do grão (GALLO et., 2002; LORINI, 2003). A coloração é castanho-escuro, com quatro manchas avermelhadas nos élitros densamente estriados e bastante visíveis logo após a emergência. Em toda a face dorsal e ventral do inseto existem pontuações no pronoto, que podem ser usadas para distinguir as espécies do gênero *Sitophilus*, devido às espécies serem muito semelhante nas características morfológicas (ROSSETO, 1969).

As larvas são de coloração amarelo-claro, tipo curculioniforme, com a cabeça mais escura, e as pupas são brancas e brilhantes, com rostro e tecas alares bem visíveis (GALLO et., 2002; LORINI, 2003). Durante a fase reprodutiva cada fêmea deposita 3 ovos por dia, totalizando uma média de 282 ovos e a fase de incubação oscila entre 3 a 6 dias, sendo que o ciclo biológico de ovo até a emergência do adulto é de 34 dias e o período de oviposição dura 104 dias. A postura é realizada no interior do grão onde os ovos são depositados por meio de um orifício feito pela mandíbula da fêmea, que em seguida fecha a abertura com uma substância produzida pelo órgão ovipositor, e enquanto estiverem passando pelos quatro instares larvais, se alimentam da parte interna do grão. Dois a três dias após a saída dos grãos os insetos cruzam novamente, iniciando-se um novo ciclo (GALLO et., 2002; LORINI, 2003). O tempo de vida das fêmeas e dos machos é de 140 e 142 dias, respectivamente, e o número médio de gerações por ano pode chegar a sete (TEETES et al., 1983), porém depende de condições que otimizam seu desenvolvimento, como temperatura entre 15 e 28°C e umidade relativa de 70%. Sua ocorrência é observada em quase todo o mundo, mas em alguns locais de clima frio o *S. zeamais* não é considerado praga de elevada importância por não se desenvolver adequadamente em baixas temperaturas (REES, 2007).

Historicamente, o controle de pragas dos produtos armazenados foi intensamente realizado mediante utilização de dicloro-difenil tricloroetano (DDT). Porém, com a proibição do uso destes compostos para fins agrícolas, novos compostos pertencentes aos grupos dos organofosforados e piretróides passaram a ser utilizados, por apresentar rapidez de ação, baixo custo e fácil aplicação (GUEDES et al., 1995). No entanto, apesar de eficazes, o uso indiscriminado destes produtos podem causar intoxicações aos aplicadores, presença de

resíduos tóxicos nos grãos e favorecer o surgimento de populações resistentes aos produtos químicos, resultando em falha no controle deste inseto-praga em armazéns brasileiros (RIBEIRO et al., 2008).

2.3 USO DE ÓLEOS ESSENCIAIS

Pesquisas com óleos essenciais têm sido realizadas com a finalidade de verificar a ação repelente e fumigante no controle alternativo de insetos-praga, devido sua elevada efetividade e pela necessidade da adoção de prática de menor impacto ao meio ambiente (SAHAF e MOHARRAMIPOUR, 2008). A utilização das plantas e seus constituintes tem se mostrado promissora no controle e manejo dessas pragas, e vem se tornando uma alternativa ao uso de inseticidas sintéticos.

Os óleos essenciais são substâncias produzidas pelos metabólitos secundários de plantas, pertencentes aos grupos dos compostos nitrogenados, fenólicos, terpenóides, ácidos orgânicos e compostos sulfurados (KROYMANN, 2011). Esses metabólitos podem ser extraídos das sementes, caules, folhas, frutos imaturos, flores e rizomas submetidos à hidrodestilação (ZAPATA e SMAGGHE, 2010). Os óleos essenciais além de apresentarem propriedades antibacterianas, possuem compostos com potencial antifúngico e inseticida (BAKKALI et al., 2008). Nos insetos pode provocar toxicidade aguda, redução da alimentação, inibição do crescimento e limitações no desenvolvimento e reprodução. No entanto, o efeito inseticida dos óleos essenciais pode ser atribuído a sua composição química, bem como ao modo de ação sobre os insetos, ou seja, a afinidade de reação com moléculas receptoras dos tecidos do inseto (LI et al., 2010; SUTHISUT et al., 2011).

O óleo essencial de espécies vegetais pertencentes às famílias Asteraceae, Brassicaceae, Euphorbiaceae, Labiatae, Lauraceae, Ranunculaceae e Myrtaceae tem demonstrado ação inseticida contra insetos da ordem Coleoptera (NERIO et al., 2010).

Pertencente à família Euphorbiaceae o *Croton* L. possui cerca de 1.200 espécies. Dentre os principais compostos bioativos presentes nesse gênero destacam-se os terpenóides, alcalóides, fenilpropanóides, flavonóides e aporfínicos (SILVA, 2009). A espécie *Croton pulegioidorus* Baill (1984), popularmente conhecida como “velaminho”, é um arbusto com cerca de 1 metro de altura, folhas membranáceas, pequenas flores branca e com odor forte e bastante aromático. Possui elevado potencial econômico, principalmente para a indústria farmacêutica, por ser utilizado como expectorante, no tratamento de problemas reumáticos, urinários e dermatológicos (FONTENELLE et al., 2008). Além disso, tem sido utilizado para

fins científicos no controle de pragas por possuir substâncias capazes de gerar distúrbios comportamentais nos insetos (COITINHO, 2011).

Algumas espécies de *Croton* encontradas em diferentes partes do mundo apresentam os fenilpropanóides, como anetol e derivados do eugenol, como uns dos principais componentes (PEREZ-AMADOR et al., 2007). Estudos fitoquímicos realizados em algumas espécies de *Croton* que ocorrem no Brasil proporcionaram o isolamento de 109 compostos de diferentes classes estruturais, como diterpenos (35,6%), alcaloides (24,8%) flavonoides (12,8%) e triterpenos (11%) (TORRES, 2008).

Silva (2006) observou que *C. pulegioides* é constituído por 2% de monoterpenos e 83% de sesquiterpenos de um total de 55 substâncias, sendo os compostos majoritários β -Cariofileno (21,80%), Bicyclogermacreno (17,49 %) e Germacreno D (10,16%), t- Cadinol (4,22%) e b-Copaenaol (4,15%). Para *Croton heliotropiifolius* St.Hill, conhecido como “velame”, os componentes majoritários foram β -cariofileno (38,21%), Bicyclogermacreno (20,90%) e Germacreno-D (12,36 %) do total de 24 substâncias. Por outro lado, Costa et al. (2008) identificaram em *C. heliotropiifolius* o eucaliptol (16,9%) como composto majoritário, seguido de β -cariofileno (15,9%) e germacreno-D (14,5%) sendo 13,2% de monoterpenos e 80,7% de sesquiterpenos, de um total de 18 constituintes.

No entanto, em pesquisa recente, Neves e Câmara (2012) identificaram 54 constituintes para *C. heliotropiifolius*, sendo os principais cariofileno, espatulenol, elemeno e guaiol e, para *C. pulegioides*, 29 substâncias sendo 1,8-cineol, p-cimeno, cânfora, humuleno e calacoreno.

Conforme Prates e Santos (2002) os inseticidas presentes nas plantas apresentam maior eficiência por ação fumigante, contato ou ingestão. Isso ocorre porque os monoterpenos e sesquiterpenos são tóxicos através da penetração no corpo do inseto por via respiratória (fumigação), através da cutícula (contato) e pelo aparelho digestivo (ingestão). O efeito repelente é o modo de ação mais comum entre os óleos essenciais, podendo estar relacionado com os terpenóides, pelo fato de inibir a acetilcolinesterase e ocasionar a morte do inseto por falência respiratória (CHAMBER e CARR, 1995).

Os monoterpenos isolados do óleo essencial de *Lippia alba* apresentaram rápida atividade inseticida sobre *S. zeamais* e *Tribolium castaneum* com valores médios para TL₅₀ (tempo letal que mata 50% da população) menores que 20h. A rapidez na atividade inseticida sugere que a toxicidade é ocasionada pela interação dos compostos com os locais alvos no sistema nervoso dos insetos (PEIXOTO et al., 2015). Os monoterpenos dos óleos essenciais

de plantas inseticidas possuem toxicidade mediada por mecanismos neurológicos (LEE et al., 2003; ISMAN, 2006).

O potencial inseticida do óleo essencial de diferentes variedades de *Ocimum basilicum* foi testado em *Rhyzopherta dominica* e apresentou efeito tóxico sobre esta praga de grão armazenado. O óleo de *Ocimum gratissimum* L. e seus componentes β -(Z) ocimeno e eugenol causaram efeitos repelentes em *Sitophilus oryzae* (L), *R. dominica* e *T. castaneum* (LÓPEZ et al., 2008).

Os óleos de coco (*Cocos nucifera* L.), soja (*Glycine max*) e amendoim (*Arachis hypogaea* L.) na concentração de 10mL/g de grãos de milho, resultaram em 98% de mortalidade dos adultos de *S. zeamais* por ação fumigante (OBENG-OFORI e AMITEYE, 2005).

O óleo essencial de *Tanaecium noctunum* (Bignoniaceae) ocasionou mortalidade próxima a 100% em adultos de *S. zeamais* com concentrações de 2 a 5% (m/v) por contato e nas concentrações de 3 e 5% (m/v) por fumigação (FAZOLIN et al, 2007).

Norambuena et al. (2016) utilizando óleo de *Laureliopsis philippiana*, obtiveram 100% de mortalidade em diferentes espécies de *Sitophilus* spp. por atividade fumigante. No bioensaio por contato a maior toxicidade foi obtida na concentração de 4,0% (v/w), onde a espécie *S. oryzae* foi mais suscetível e apresentou redução máxima de 60% na emergência, sendo que *S. zeamais* apresentou apenas 36% de redução.

Os óleos de *Piper adurum* e *Piper hispidinervum* nas concentrações de 0,56 e 1,32 mL, respectivamente por meio da fumigação, demonstraram que o *S. zeamais* foi mais suscetível ao óleo de *P. aducum*. Enquanto que no teste de impregnação por papel-filtro o óleo de *P. hispidinervum* apresentou uma concentração menor que *P. aduncum*, sendo essas de 0,51 e 2,87mL, respectivamente. Porém, no método de contato por aplicação tópica, as concentrações obtidas foram semelhantes, sendo 0,04mL para *P. hispidinervum* e 0,03 mL para *P. aduncum*. Desta forma, os óleos apresentam efeito inseticida sobre *S. zeamais*, porém sua eficácia depende da via de intoxicação e da concentração do óleo aplicado, sendo o óleo de *P. aduncum* mais eficaz que o *P. hispidinervum* pela via de intoxicação por fumigação e contato por aplicação tópica (ESTRELA et al., 2006). Estudo realizado anteriormente mostra que a espécie *P. anducum* apresenta grande quantidade de lignina associada ao dilapiol, fato raramente encontrado na maioria da piperácea. Essa associação é uma característica das piperáceas que atuam como importantes inibidores de monooxigenases que se apresentam com sinergistas de inseticidas naturais (BERNARD et al., 1995).

O componente majoritário eugenol presente nos óleos essenciais das espécies *Eugenia uniflora*, *Cinnamomum zeylanicum*, *Piper marginatum* e *Schinus terebinthifolius*, apresenta rápida eficiência no efeito tóxico por contato sobre adultos de *S. zeamais*. Essa rapidez na mortalidade está relacionada com a ação dos óleos sobre o neuromodulador octopamina, (COITINHO et al., 2011), que afeta o sistema nervoso e provoca alteração no comportamento, batimentos cardíacos e no metabolismo dos insetos (ROEDER, 1999).

Testes em *Callosobruchus maculatus* com óleo de *Eucalyptus citriodora* Dwarf nas concentrações 5, 10, 15, 20 e 25 (L de óleo/0,0017m³) provocaram a mortalidade de 100% desses insetos, após 48h de exposição ao tratamento por fumigação. No entanto, o tempo e as concentrações letais diminuiram com o aumento das doses utilizadas, e o tempo de exposição a que foram submetidos (BRITO et al., 2006). Segundo Pinto Junior et al. (2010) por via de intoxicação por contato as larvas e adultos de *Alphitobius diaperinus* foram suscetíveis ao óleo essencial de *Sassafrás albidum* na concentração de 2,13mL e causou a mortalidade de 50% dos indivíduos. Desse modo, o aumento na dosagem pode ocasionar um maior índice de mortalidade. Os autores observaram, ainda, que o óleo de Nim é um excelente repelente, porém não teve eficácia na mortalidade. Já em avaliações de aplicação tópica os adultos de *S. zeamais* foram controlado por extratos n-hexânicos e metanólicos da erva medicinal *Stemona sessilifolia* (LIU et al, 2007), bem como em testes de contato pelo óleo de *Vernonia amigdalya* (ASAWALAM e HASSANALI, 2006).

Já a bioatividade de óleos essenciais (efeito fumigante ou repelente) de espécies de *Croton* sobre pragas de produtos armazenados tem sido comprovada recentemente, como observado por Brito et al. (2015), Magalhães et al. (2015), CARVALHO et al. (2016) e SOUZA et al. (2016), para feijão, milho e trigo armazenados.

3. MATERIAL E MÉTODOS

A pesquisa foi desenvolvida no Núcleo de Ecologia de Artrópodes (NEA) e Laboratório da Pós-Graduação em Produção Vegetal, da Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UAST), da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), no município de Serra Talhada - PE.

3.1 POPULAÇÕES E CRIAÇÃO DE *Sitophilus zeamais*

Para a condução dos bioensaios, foram utilizadas oito populações de *S. zeamais* com diferentes padrões de suscetibilidade a inseticidas sintéticos (MELO JÚNIOR, 2015). A população de Sete Lagoas-MG (19°27'57" S, 44°14'48"W, e 761 m) proveniente da Embrapa – Centro Nacional de Pesquisa do Milho e Sorgo (CNPMS) foi usada como padrão de suscetibilidade a piretróides e a população de Jacarezinho-PR (23°09'38" S, 49°58'10"W, e 501 m), derivadas de armazéns desse município, foi usada como padrão de resistência. As demais populações, provenientes de Bom Conselho-PE (09°10'11" S, 36°40'47"W, e 654 m), Garanhuns-PE (08°53'25" S, 36°29'34"W, e 842 m), Jupi-PE (08°42'42" S, 36°24'54"W, e 782 m), Lajedo-PE (08°39'49" S, 36°19'12" W, e 661 m), São João-PE (08°52'32" S, 36°22'00" W, e 716 m) e Serra Talhada-PE (07°59'31" S, 38°17'54"W, e 429 m), foram coletadas em municípios produtores de grãos na região Agreste e no Sertão do Pajeú, e mantidas em laboratório por sucessivas gerações (Tabela 1).

As colônias foram iniciadas com 50 insetos adultos não-sexados, com até 20 dias de idade, acondicionadas e multiplicadas em recipientes plásticos fechados com tampa perfurada revestida internamente com tecido fino para permitir as trocas gasosas. As criações foram mantidas em câmaras climáticas tipo B.O.D., sob condições controladas (temperatura de 28 ± 2 °C, $70 \pm 5\%$ de UR e 12h de fotofase), utilizando-se como substrato alimentar grãos de milho isentos de pragas e inseticidas, com teor de água inferior a 12% base úmida (b.u) (Figura 1), expurgados previamente e mantidos sob baixa temperatura (-10° C) durante 72 horas para evitar reinfestações.

Tabela 1. Histórico de coleta e procedência das populações de *Sitophilus zeamais* utilizadas.

Populações de <i>S. zeamais</i>	Cidade	Estado	Local de coleta	Produto	Data da coleta
Suscetível	Sete Lagoas (SL)	MG	Laboratório	-	
Resistente	Jacarezinho (JC)	PR	Laboratório	-	
1	Jupi	PE	Armazém graneleiro*	Milho seco	Abril/2013
2	São João	PE	Paiol*	Milho úmido	Agosto/2013
3	Bom Conselho	PE	Silo metálico*	Milho seco	Novembro/2013
4	Lajedo	PE	Silo metálico*	Milho seco	Novembro/2013
5	Garanhuns	PE	Silo metálico*	Milho seco	Janeiro/2014
6	Serra Talhada	PE	Mercado Público	Milho seco	Mai/2015

SL = População padrão de susceptibilidade a piretróides e mantida em laboratório desde 1985; JC = População padrão de resistência a piretróides desde 1987 (GUEDES et al., 1994, 1995; RIBEIRO et al., 2003; FRAGOSO et al., 2007; CORRÊA et al., 2008); As populações foram enumeradas pela ordem das coletas. (Adaptada de MELO JÚNIOR, 2015).

*Mantidas em laboratório na Unidade Acadêmica de Garanhuns (UAG/UFRPE) desde 2013.



Figura 1. Criações de *S. zeamais* sob condições controladas em câmara climática tipo B.O.D. (temperatura de 28 ± 2 °C, $70 \pm 5\%$ de UR).

Os insetos permaneceram sob confinamento durante 15 dias, de maneira a realizarem a postura dos ovos e, conseqüentemente, a multiplicação para garantir a quantidade de adultos necessários para a execução de todos os experimentos.

3.2 COLETA DO MATERIAL VEGETAL E OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL

Plantas de *Croton pulegioidorus* (Euphorbiaceae) (Figura 2) foram coletadas no município de Triunfo-PE, entre os meses de dezembro de 2015 a junho de 2016, sempre aos fins de tarde e com as plantas em estágio reprodutivo, das quais foram utilizadas as folhas.

Estas foram conduzidas ao laboratório de Pós-Graduação em Produção Vegetal na UFRPE/UAST, secas na estufa a 50°C, trituradas e submetidas à hidrodestilação por 2h, em aparelho tipo Clevenger modificado para obtenção da emulsão (Figura 3a), onde utilizou-se, em cada extração, 100g de folhas secas e 2L de água destilada. Em seguida, as frações obtidas foram separadas da água por diclorometano, secas com sulfato de sódio anidro (Na₂SO₄) e posteriormente levadas ao rota- evaporador (Figura 3b) para retirada do diclorometano e obtenção do óleo essencial, o qual foi armazenado à baixa temperatura em recipientes escuros hermeticamente fechados (Figura 3c), até a realização dos testes.

O material referência está armazenado no Herbário do Semiárido do Brasil (HESBRA) (Voucher #S.S. Matos 104).



Figura 2. Material vegetal utilizado para obtenção do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* (Euphorbiaceae).



Figura 3. Processo de extração de óleo essencial de *Croton pulegiodorus* (Euphorbiaceae) no aparelho Clevenger (A); purificação do óleo em Evaporador Rotativo (B); armazenamento em potes de cor âmbar (C).

3.3 TESTE DE FUMIGAÇÃO

Na avaliação do efeito fumigante do óleo essencial de *C. pulegiodorus* sobre *S. zeamais* foram utilizadas câmaras de fumigação (adaptadas de ASLAN et al., 2004), compostas de recipientes de vidro, tipo bomboniere, de 1L de capacidade (Figura 4), onde foram confinados 10 adultos de *S. zeamais*, não-sexados, com até 15 dias de idade.

Inicialmente, foram realizados testes preliminares com as concentrações 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 e 30 $\mu\text{L/L}$ de ar, com base em MAGALHÃES (2014). Essas concentrações foram utilizadas para analisar a toxicidade do óleo de *C. pulegiodorus* e a partir delas foram encontradas as concentrações com intervalos de 5 a 95% de mortalidade para cada uma das populações. Posteriormente, com base nos dados obtidos, foram estabelecidos seis intervalos de concentrações para a realização dos bioensaios definitivos e obtenção das concentrações letais necessárias para matar 50% (CL_{50}) e 90% (CL_{90}) dos insetos de cada uma das populações estudadas.

O óleo foi impregnado com auxílio de pipetador automático, em tiras de papel filtro (5x2cm) fixadas na superfície inferior da tampa dos recipientes. Para evitar o contato direto dos insetos com o óleo, utilizou-se um tecido poroso (tipo filó), entre a tampa onde se encontrava o papel e o recipiente propriamente dito. Para a completa vedação, os recipientes contendo 10 indivíduos adultos de *S. zeamais* foram vedados com fita adesiva, visando evitar a saída dos vapores. Decorridas 48 horas após a montagem dos experimentos, avaliou-se a porcentagem de mortalidade. O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado, em cinco repetições.



Figura 4. Câmaras utilizadas no teste de fumigação do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* (Euphorbiaceae) sobre *Sitophilus zeamais* em laboratório.

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os valores obtidos nos testes foram submetidos à análise de Probit, conforme Finney (1971), através do procedimento PROC PROBIT do pacote estatístico SAS 9.0 (SAS Institute, 2002), a partir do qual foram obtidas as curvas de identificação da população mais suscetível e a toxicidade por fumigação do óleo de *C. pulegiodorus* sobre as populações de *S. zeamais*.

Os resultados dos testes discriminatórios em porcentagem foram submetidos à análise de variância (ANOVA), e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o programa computacional SigmaPlot (2000) com a finalidade de observar ocorrência de diferença mínima significativa entre a mortalidade da população controle e a mortalidade ocasionada nas populações testadas. Os resultados significativos foram submetidos à análise de regressão, usando o mesmo programa.

As razões de toxicidade (RT) foram calculadas dividindo-se o maior valor de CL_{50} ou CL_{90} pelos valores encontrados em cada uma das populações restantes.

As razões de resistência (RR) foram calculadas dividindo-se cada valor de CL_{50} pelo menor valor encontrado, ou seja, a CL_{50} de cada população pela CL_{50} da população considerada mais suscetível. Estas razões são consideradas significativas quando os intervalos de confiança a 95% de probabilidade não incluïrem o valor 1,0 como proposto por Robertson e Preisler (1992).

4. RESULTADOS

Os resultados das curvas de concentração-resposta das populações de *S. zeamais* expostas ao óleo essencial de *C. pulegiodorus* são apresentados na Tabela 2, e indicaram adequação dos dados ao modelo Probit (χ^2 significativo $p < 0,05$). As inclinações das curvas (coeficiente angular) apresentaram variações entre as populações, sendo menor ($2,47 \pm 0,29$) para Garanhuns-PE e maior ($4,30 \pm 0,39$) para a população de Bom Conselho-PE (Tabela 2).

Dentre as populações avaliadas, as de Garanhuns-PE e de Bom Conselho-PE foram as que apresentaram as menores CL_{50} ($3,40 \mu\text{L L}^{-1}$) e CL_{90} ($9,60 \mu\text{L L}^{-1}$), respectivamente. Neste sentido, foram consideradas referências de suscetibilidade ao óleo essencial de *C. pulegiodorus*. Por outro lado, a população de Jupi-PE apresentou tanto a maior CL_{50} ($14,49 \mu\text{L L}^{-1}$) quanto a maior CL_{90} ($19,60 \mu\text{L L}^{-1}$).

A razão de toxicidade (RT), com base na CL_{50} , variou entre 1,35 para população de Sete Lagoas-MG a 4,26 vezes para a população de Garanhuns-PE. Entretanto, a razão de toxicidade baseada na CL_{90} , variou entre 1,27 para a população de Jacarezinho-PR a 2,04 vezes para a população de Bom Conselho-PE.

Já a razão de resistência (RR) com base na CL_{50} , variou entre 1,84 para população de São João-PE a 4,26 vezes para a população de Jupi-PE. Por não incluir o valor 1,0 nos intervalos de confiança das razões (ROBERTSON e PREISLER, 1992), com exceção de Garanhuns-PE, as outras sete populações avaliadas apresentaram razão de resistência significativa para o óleo essencial de *C. pulegiodorus*. Estes resultados demonstraram que a população de Garanhuns-PE mostrou-se a mais suscetível entre todas as populações avaliadas, ao contrário do observado para as populações de Jupi-PE e Jacarezinho-PR.

Embora a CL_{90} sirva como parâmetro de controle efetivo das populações a campo, a magnitude de resistência para o óleo de *C. pulegiodorus* testado foi calculada a partir da CL_{50} . Isto porque este é o ponto de melhor ajuste do modelo Probit (menor amplitude dos desvios-padrão), o que confere uma maior credibilidade à estimativa da concentração letal e da razão de resistência (ROBERTSON e PREISLER, 1992; EATONE e KLAASSEN, 2003).

Tabela 2. Toxicidade, por fumigação, do óleo essencial de *Croton pulegiodorus* Baill. sobre populações de *Sitophilus zeamais* (Temperatura: 28 ± 2 °C; umidade relativa: $70 \pm 10\%$; 12 horas fotofase).

Populações	N	Coefficiente angular \pm EP	(CL ₅₀ μ L L ⁻¹) (IC 95%)	RT (50% IC) CL ₅₀	(CL ₉₀ μ L L ⁻¹) (IC 95%)	RT (90% IC) CL ₉₀	RR CL ₅₀ (IC 95%)	χ^2	P
Garanhuns - PE	350	2.47 \pm 0.29	3,40 (2,59 – 4,16)	4,26	10,04 (7,14 – 13,12)	1,95	-	32,94	0,0001
São João - PE	350	3.31 \pm 0.31	6,25 (5,40 – 7,14)	2,31	13,40 (9,95-17,64)	1,46	1,84 (1,40-2,42)*	28,33	0,0001
Lajedo - PE	350	3.02 \pm 0.28	7,54 (6,49 – 8,63)	1,92	10,60 (9,25 – 18,21)	1,85	2,21 (1,68-2,91)*	20,82	0,0001
Bom Conselho - PE	350	4.30 \pm 0.39	7,73 (6,83 – 8,65)	1,88	9,60 (8,72 – 17,04)	2,04	2,27 (1,75-2,95)*	35,96	0,0001
Serra Talhada - PE	350	3.54 \pm 0.32	8,88 (7,80 – 10,01)	1,63	11,40 (10,86 – 14,97)	1,72	2,61 (2,00-3,40)*	21,61	0,0001
Jacarezinho - PR	350	2.48 \pm 0.36	10,55 (8,44 - 13,50)	1,37	15,40 (14,11 – 19,08)	1,27	3,10 (2,26-4,25)*	51,39	0,0001
Sete Lagoas - MG	350	3.44 \pm 0.67	10,74 (7,35 - 13,39)	1,35	14,60 (13,50 - 22,14)	1,34	2,96 (2,08-4,23)*	129,73	0,0001
Jupi - PE	350	3.57 \pm 0.50	14,49 (12,33 – 16,98)	-	19,60 (17,7- 27,12)	-	4,26 (3,23-5,62)*	45,91	0,0001

N = Número total de insetos; EP = Erro padrão da estimativa; CL₅₀ (IC 95 %) = Concentração letal capaz de causar morte de 50 % dos indivíduos expostos e intervalo de confiança a 95 % de probabilidade; CL₉₅ (IC 95 %) = Concentração letal capaz de causar morte de 95 % dos indivíduos expostos e intervalo de confiança a 95% de probabilidade; RT (IC 95%) = Razão de toxicidade foi calculada dividindo-se a maior CL₅₀ ou CL₉₀ pelos valores encontrados em cada uma das populações; RR (IC 95 %) = Razão de resistência calculada dividindo-se a CL₅₀ da população em estudo pela CL₅₀ da população padrão de susceptibilidade e intervalos de confiança a 95 % de probabilidade; *População de *S. zeamais* que apresentou razão de resistência significativa pelo método de Robertson; Preisler (1992); χ^2 = Qui-quadrado; p = Significância do teste.

As populações de *S. zeamais* apresentaram diferentes comportamentos em resposta ao óleo de *C. pulegiodorus*, ocorrendo elevadas mortalidades (de 80 à 98%) dependendo da população e concentração do óleo essencial (Figuras 5 a 12).

As populações de Bom Conselho-PE (Figura 5), Serra Talhada-PE (Figura 6) e Sete Lagoas-MG (Figura 7) apresentaram curva com comportamento quadrático, com mortalidade abaixo de 50% nas três primeiras concentrações, porém apresentam um aumento significativo da mortalidade nas concentrações seguintes. Observa-se que as (CL₅₀) concentrações letais necessárias para matar 50% das populações de Bom Conselho-PE e Serra Talhada-PE estão entre 7 a 9µL do óleo de *C. pulegiodorus* e para a população de Sete Lagoas-MG a CL₅₀ está próxima à 11µL.

As demais populações apresentaram comportamento linear, no qual à medida que se aumenta a concentração há uma tendência no aumento da mortalidade. Desta forma, a população de Garanhuns-PE (Figura 8) apresentou a menor CL₅₀, sendo está próxima dos 4µL. As populações de Lajedo-PE (Figura 9) e São João-PE (Figura 10) apresentaram CL₅₀ abaixo de 8µL, seguidas pela população de Jacarezinho-PR (Figura 11) com CL₅₀ próximo à 11µL. No entanto, a maior CL₅₀ foi apresentada pela população de Jupi-PE (Figura 12), a qual ficou próxima dos 15µL.

Bom Conselho-PE

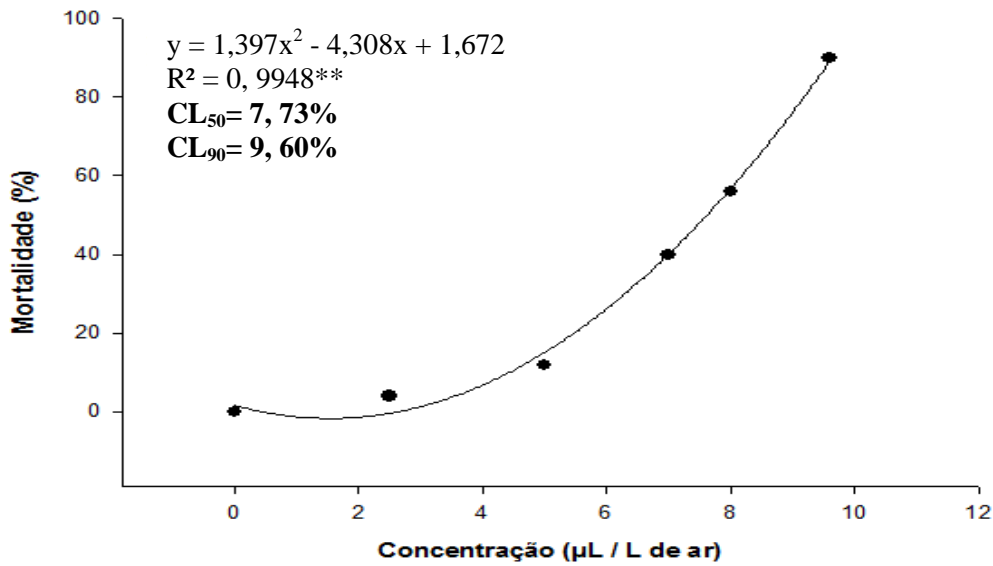


Figura 5. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de Bom Conselho-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

Serra Talhada-PE

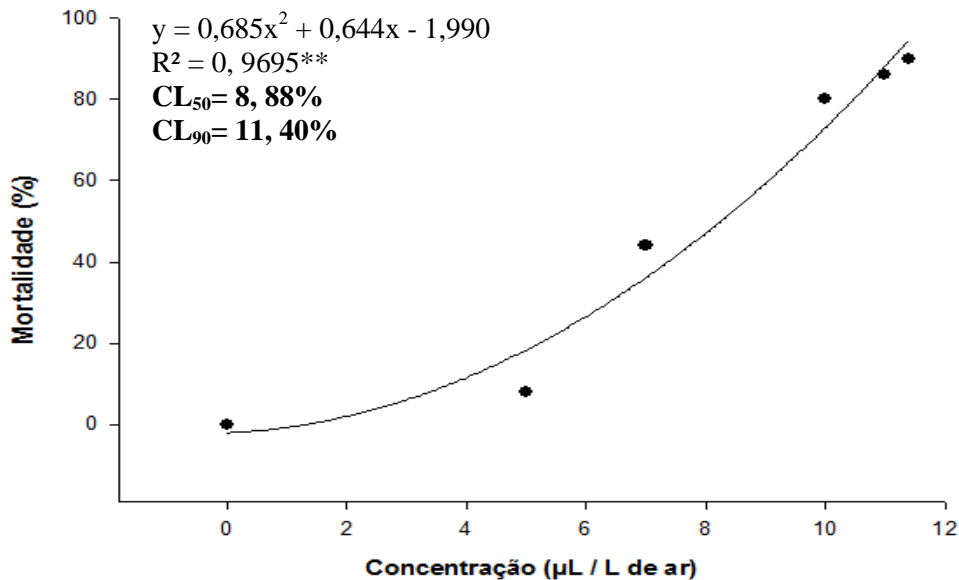


Figura 6. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de Serra Talhada-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

Sete Lagoas-MG

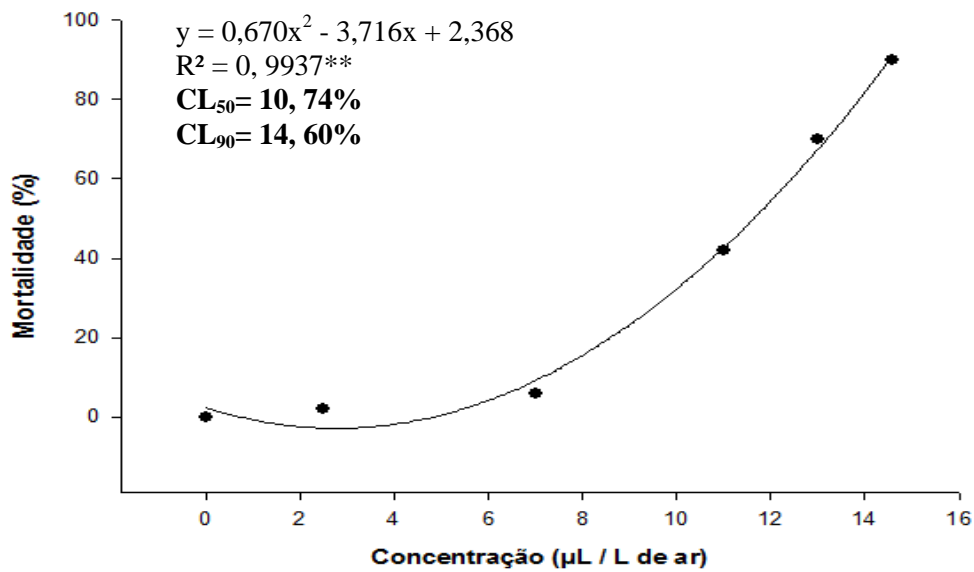


Figura 6. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de Sete Lagoas-MG, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

Garanhuns-PE

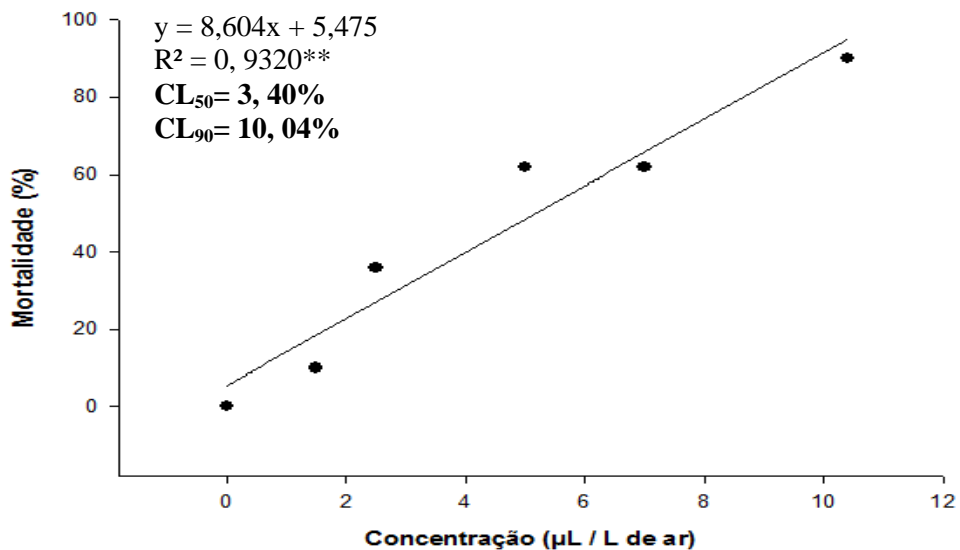


Figura 8. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de Garanhuns-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

Lajedo-PE

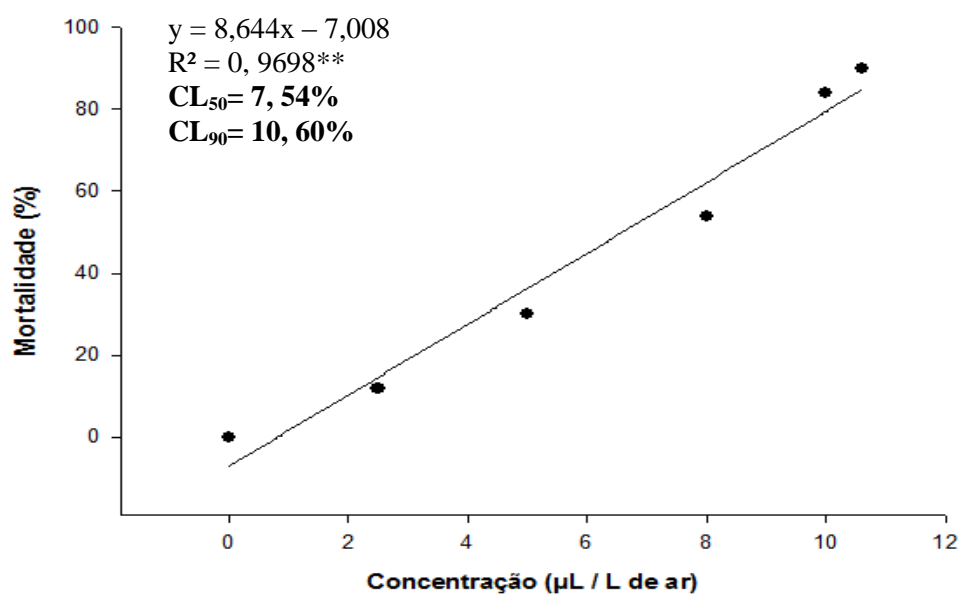


Figura 9. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de Lajedo-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

São João-PE

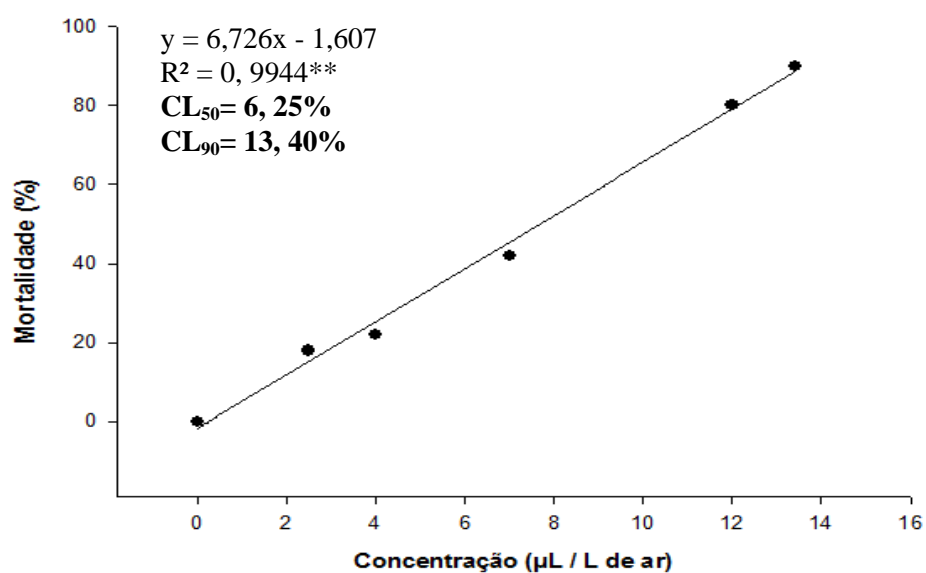


Figura 10. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de São João-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

Jacarezinho-PR

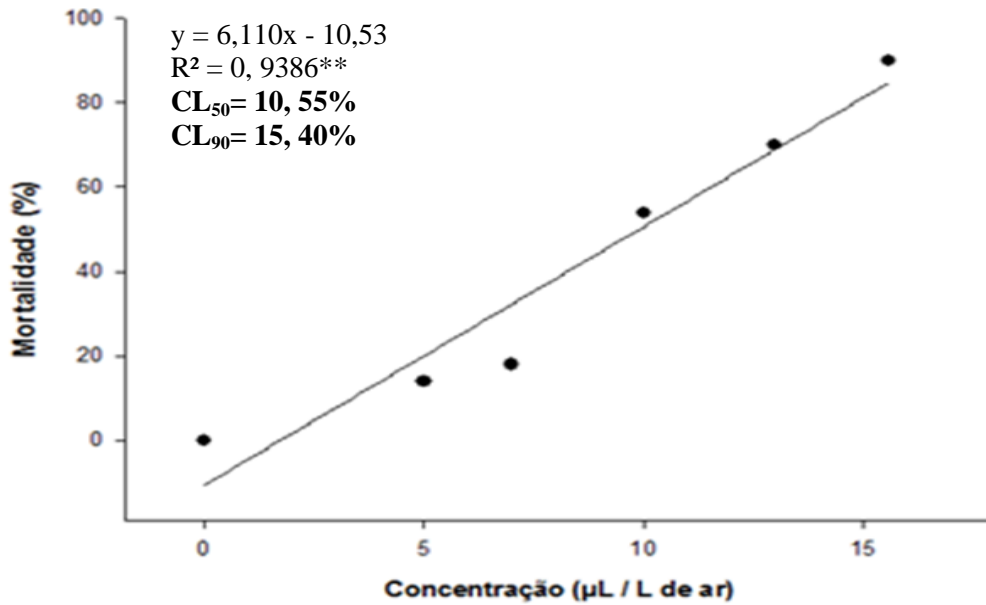


Figura 7. Mortalidade de *Sitophilus zeamais* provenientes do município de Jacarezinho-PR, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

Jupi-PE

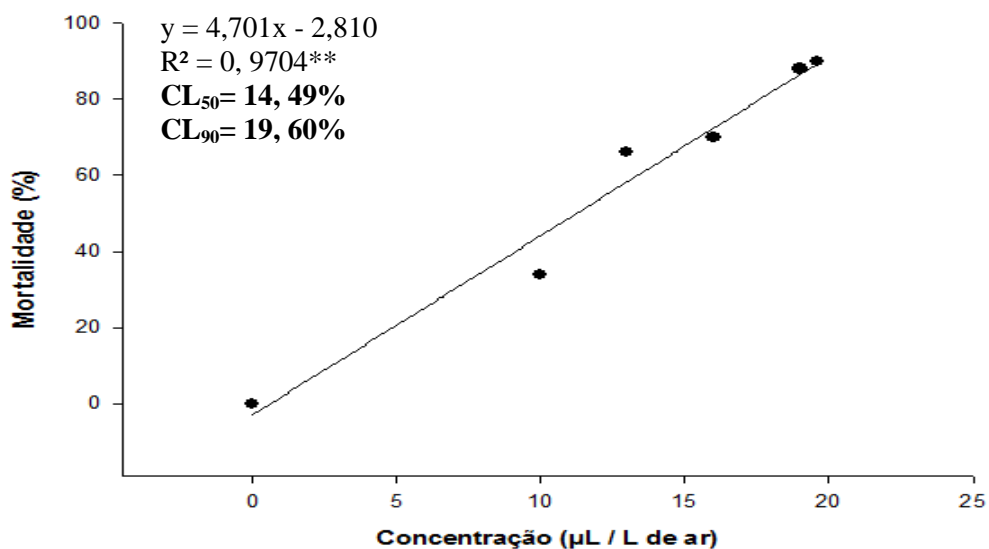


Figura 8. Mortalidade de *S. zeamais* provenientes do município de Jupi-PE, submetidos a diferentes concentrações do óleo essencial de *Croton pulegiodorus*.

5. DISCUSSÃO

Os resultados dos bioensaios por fumigação utilizando o óleo essencial de *C. pulegiodorus* indicam que há variação na resposta das populações de *S. zeamais* à toxicidade do óleo essencial, o que implica em concentrações letais diferentes para cada população.

A população de Garanhuns-PE apresentou maior razão de toxicidade (CL_{50}) ao óleo de *C. pulegiodorus*, demonstrando maior suscetibilidade, e a população de Jupi-PE foi a mais resistente/tolerante.

A população de Sete Lagoas-MG é considerada padrão de suscetibilidade a inseticidas piretróides (BRAGA et al., 2011; MELO JÚNIOR, 2015) e esperava-se que esse comportamento se manifestasse quando submetida ao óleo essencial de *C. pulegiodorus*. Ao invés disso, mostrou-se razoavelmente tolerante à exposição a este óleo. Por outro lado, a população de Jacarezinho-PR demonstrou altos níveis de resistência a piretróides (MELO JÚNIOR, 2015), sendo considerada padrão de resistência, e quando exposta ao óleo essencial de *C. pulegiodorus* apresentou comportamento semelhante, uma vez que as concentrações letais necessárias para matar 50% e 90% dessa população estiveram entre as maiores.

A resistência a inseticida se traduz em mecanismos de defesa em algumas populações de insetos, onde a manutenção dos aparatos de defesa pode estar ligada a alta atividade metabólica que é resultada de alterações genômicas, e que possibilita a sobrevivência frente a doses letais de inseticidas para grande parte dos indivíduos de uma população de mesma espécie (GUEDES, 1995; SANTOS, 2009). Os mecanismos podem ser fisiológicos ou comportamentais. Entretanto, os mecanismos fisiológicos podem está divididos em mecanismos bioquímicos e mecanismos fisiológicos propriamente ditos (BRATTSTEN et al., 1986). Os mecanismos bioquímicos ocorrem frequentemente e levam a níveis mais altos de resistência, devido ao aumento da destoxificação metabólica por ação enzimática destoxificativa e à redução da sensibilidade do sitio de ação do inseticida (SCOTT, 1999). Os mecanismos fisiológicos envolvem o aumento da taxa de excreção dos compostos tóxicos pelo organismo, o sequestro do produto em algum tecido específico do inseto e dificuldade de penetração do inseticida no organismo (SONDERLUND e BLOOMQUIST, 1990; MCKENZIE, 1996; SANTOS, 2009).

As curvas de concentração-resposta apresentaram pequenas variações entre as populações. Inclinações maiores indicam resposta mais homogênea, implicando que pequenas variações nas concentrações utilizadas irão provocar maiores variações de mortalidade nestas populações (ATKINS et al., 1973). Os baixos valores de inclinação obtidos, mesmo com

pequenas variações nas concentrações, resultam em diferentes alterações na taxa de mortalidade, sugerindo a presença de mais de um genótipo na população e denotando resposta mais heterogênea ao óleo essencial (SIQUEIRA, et al., 2000).

Pertencente à família Euphorbiaceae, o gênero *Croton* possui várias espécies produtoras de grande número de substâncias pertencentes às classes dos alcaloides, fenilpropanóides e terpenóides (FONTENELLE, et al., 2008). Assim, a toxicidade do óleo de *C. pulegioidorus* está relacionada, provavelmente, com a sua composição química, uma vez que já foram identificados 56 constituintes, estando os monoterpenos e os sesquiterpenos entre os principais, representando 2,11% e 83,21%, respectivamente (SILVA, 2006).

Segundo Gomes e Favero (2011), o efeito da toxicidade para os insetos ocorre por inalação, ingestão ou por absorção do tegumento, e sabe-se que os compostos mais numerosos e importantes nos óleos apresentam elevado potencial tóxico nos processos bioquímicos básicos, desencadeando respostas fisiológicas e comportamentais nos insetos (COITINHO et al., 2011).

Os monoterpenos e seus análogos, presentes nos óleos essenciais, atuam sobre os insetos causando hiperatividade, hiperextensão de pernas e abdômen, espasmos, imobilização e morte (ENAN, 2001). Assim, o modo de ação de óleos essenciais no sistema nervoso dos insetos está diretamente relacionado com a rapidez na mortalidade (ISMAN, 2006), ou seja, bloqueando a ação do neurotransmissor octopamina, o que leva ao colapso do sistema nervoso do inseto (THIPATHI, et al., 2009).

A razão de resistência com base na CL_{50} demonstrou que a população de Garanhuns-PE é mais suscetível em relação às outras, inclusive em relação à população padrão em suscetibilidade à piretróides, Sete Lagoas-MG, a qual vem sendo mantida em laboratório na ausência de inseticidas por algumas décadas. As demais populações apresentaram baixa magnitude, sendo os maiores níveis de resistência/tolerância apresentado pelas populações de Jacarezinho-PR (3,10 vezes) e Jupi-PE (4,26 vezes). O nível de resistência expresso pela população de Jacarezinho-PR é relativamente baixo, mas vale salientar que esta população tem sido referência em estudos de avaliação de resistência a inseticidas sintéticos (RIBEIRO et al., 2003; GUEDES et al., 2009; BRAGA et al., 2011).

A diferença de resistência apresentada pela população de Jupi-PE é relativamente acentuada, quando comparada as demais populações de Pernambuco. No entanto, estudos prévios desenvolvidos com essas populações de *S. zeamais* demonstraram altos níveis de resistência a piretróides (FREITAS, 2009; MELO JUNIOR et al., 2015). Assim, os resultados

obtidos neste estudo mostram que essas populações podem ter desenvolvido mecanismos contra os efeitos deletérios de outros fumigantes. Porém, os níveis de resistência encontrados não atingem os níveis alcançados para resistência a inseticidas sintéticos, uma vez que a resistência ao óleo nessas populações foi baixa, ou seja, menos de 10 vezes, demonstrando o potencial do uso do óleo de *C. pulegiodorus* na substituição ou uso conjugado com a fosfina ou inseticidas convencionais utilizados no controle desse inseto-praga.

Segundo Rust e Reiersen (1991), a razão de resistência maior que 10 vezes representa intensidade de resistência crítica a partir da qual pode comprometer o produto e, conseqüentemente, diminuir a eficiência no controle de insetos-praga em unidades de armazenamento. A diferença nos níveis de resistência pode estar relacionada a fenômeno genético, uma vez que os insetos possuem ciclo de vida curto e prole abundante, possibilitando o surgimento de características genéticas ocasionadas pela pressão seletiva dos compostos tóxicos e pela herdabilidade de características fenotípicas da espécie envolvida (LI et al., 2007).

De modo geral, as diferenças nos níveis de resistências dessas populações são ocasionadas pela utilização de técnicas inadequadas, com frequentes aplicações de dosagens incorretas e a utilização sistemática de inseticidas de diferentes grupos químicos, aplicados com ou sem a presença da praga (MELO JUNIOR, 2015). O controle realizado quase que unicamente com inseticidas sintéticos pode causar alterações específicas nos insetos, e proporcionar mudanças comportamentais que selecionaram indivíduos com determinado perfil genético. Esta situação sugere que falha no controle seja fator importante nessas áreas e que isso é resultado do manejo dos insetos e da natureza descontínua do processo de armazenamento, uma vez que as unidades armazenadoras acentuam os ciclos sazonais das populações e possibilitam o rápido estabelecimento destas populações a partir de um reduzido número de indivíduos (TRAN e CREDLAND, 1995).

Diante do exposto, fica evidente que as diferenças nas respostas comportamentais observadas entre as populações de *S. zeamais* submetidas ao óleo essencial de *C. pulegiodorus* são decorrentes, provavelmente, da plasticidade genotípica e do histórico de pressão de seleção (inseticidas e/ou fumigantes) ocasionados por diferentes experiências nas localidades de onde se originaram, já que nenhuma dessas populações tinha sido anteriormente exposta à óleos essenciais.

6. CONCLUSÕES

O óleo essencial de *Croton pulegiodorus* apresentou potencial inseticida (efeito fumigante) sobre as populações de *Sitophilus zeamais* avaliadas neste estudo, mesmo em concentrações menores que 4 μ L de óleo.

Existem diferenças na capacidade de tolerância e/ou de resposta ao óleo essencial de *C. pulegiodorus* entre as populações brasileiras de *S. zeamais*.

A maioria das populações de *S. zeamais* avaliadas apresenta baixos níveis de tolerância ao óleo essencial de *C. pulegiodorus*, o que pode ser decorrente da variabilidade genética.

As menores concentrações letais (CL₅₀) 3,40 μ L e (CL₉₀) 9,60 μ L do óleo essencial de *C. pulegiodorus* foram apresentadas pelas populações de Garanhuns-PE e Bom Conselho-PE, respectivamente, sendo a de Garanhuns-PE considerada a mais suscetível entre todas as populações avaliadas.

A população de Jupi-PE apresentou as maiores concentrações letais (CL₅₀) 14,49 μ L e (CL₉₀) 19,60 μ L, sendo esta a população mais resistente/tolerante ao óleo essencial de *C. pulegiodorus*.

As concentrações letais (CL₅₀ e CL₉₀) do óleo essencial de *C. pulegiodorus* foram consideradas baixas quando comparadas na literatura às de outros óleos essenciais avaliados sobre pragas de grãos armazenados, ratificando a possibilidade de sua utilização no manejo de *S. zeamais*.

7. REFERÊNCIAS

ALMEIDA, F.A.C. et al. Emprego de extratos vegetais no controle das fases imatura e adulta do *Sitophilus zeamais*. **Agropecuária Técnica**, v.26, n.1, p.46-53, 2005.

ALONSO-AMELOT, M.; AVILA-NÚÑEZ, J. Comparison of seven methods for stored cereal losses to insects for their application in rural conditions. **Journal of Stored Products Research**. 47, 82–87.2011.

ANTUNES, E.G.; VIEBRANTZ, P.C.; GOTTARDI, R.; DIONELLO, R.G. Características físico-químicas de grãos de milho atacados por *Sitophilus zeamais* durante o armazenamento. **Revista brasileira de engenharia agrícola e ambiental**, Campina Grande, v. 15, n. 6, 2011.

ARAÚJO, J.R.A. **Perdas de milho no transporte de duas localidades da região centro oeste para uma unidade de processadora de Pernambuco e durante o armazenamento**. Dissertação. 2011. 109 f. (Mestrado em Engenharia Agrícola)- Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande-PB. 2011.

ASAWALAM, E.F.; HASSANALI. A. Constituents of the essential oil of *Vernonia amygdalina* as maize weevil protectants. **Tropic Subtropics Agroecological**. 6: 95-102. 2006.

ASLAN, İ.H.; ÖZBEK, Ö.; ÇALMASUR. F. ŞAHİN, H. Toxicity of essential oil vapours to two greenhouse pests, *Tetranychus urticae* Koch and *Bemisia tabaci* Genn. **Industrial Crops and Products**, 19: 167-173. 2004.

ATKINS, E.L.; GREYWOOD, E. A.; MACDONALD, R.L. Toxicity of pesticides and other agricultural chemicals to honey bees: Laboratory studies. **Leaflet-University of California, Cooperative Extension Service**, 1975.

BAKKALI, F.; AVERBECK, S.; AVERBECK, D.; IDAOMAR, M. Biological effects of essential oils e a review. **Food Chemical Toxicology**. v. 46, p. 446-475, 2008.

BERNARD, C.B. et al. Insecticidal defenses of Piperaceae from the neotropics. **Journal of Chemical Ecology**, v. 21, n. 6, p. 801-814, 1995.

BOYER, S. et al. A review of control methods and resistance mechanisms in stored-product insects. **Bulletin of Entomological Research**, v. 102, p. 213–229, 2012.

BRAGA, L.S.; CORRÊA, A.S.; PEREIRA, E.J.G.; GUEDES, R.N.C. Face or flee? Fenitrothion resistance and behavioral response in populations of the maize weevil, *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 47, p. 161-167, 2011.

BRATTSTEN, L.B.; HOLYOKE JR., C.W.; LEEPER, J.R.; RAFFA, K.F. Insecticide resistance: challenge to pest management and basic research. **Science**, v. 231, p. 1255-1260. 1986.

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**, v. 6, n. 1, p. 96-103, 2006.

BRITO, S. S. S.; et al. Bioatividade de óleos essenciais sobre *Zabrotes subfasciatus* Boh. (Coleoptera: Chrysomelidae) em feijão-comum armazenado. **Agrária – Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, v. 10, n. 2, p. 243 – 248, 2015.

CABALLERO-GALLARDO, K.; OLIVERO-VERBEL, J.; STASHENKO, E.E. Repellent Activity of Essential Oils and Some of Their Individual Constituents against *Tribolium castaneum* Herbst. **Journal of Agricultural And Food Chemistry**, v. 56, p. 1690-1690, 2011.

CARVALHO, G. S. et al., Insecticidal activity of plant extracts and essential oils of bleed water against the bean weevil. **Journal of Stored Products and Postharvest Research**. Campo Grande, v.7, n. 7, p.69-75. 2016. Disponível em: <<http://www.academicjournals.org/journal/JSPPR/article-abstract/1BF1A6E60446>> Acesso em: Dez. 2016.

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

COITINHO, R.L.B.C., et al., Toxicidade por fumigação, contato e ingestão de óleos essenciais para *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1885 (Coleoptera: Curculionidae). **Ciência Agrotecnologia** 35, 172 e 178. 2011.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. Disponível em: http://www.conab.gov.br/OlalaCMS/uploads/arquivos/16_01_12_09_00_46_boletim_graos_janeiro_2016.pdf Acessado em: 10/12/2016.

COSTA, J.G.M.; et al., Composição química e avaliação da atividade antibacteriana e toxicidade do óleo essencial de *Croton zehntneri* (variedade estragol). **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.18: 583-584. 2008.

CORRÊA, A.S.; et al., Custo adaptativo da resistência através da competição entre populações susceptíveis de *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) e resistentes a piretróides. **Revista Brasileira de Armazenamento**, v. 33, p. 19-28, 2008.

DE LIRA, C., et al. Evaluation of the toxicity of essential oil from *Alpinia purpurata* inflorescences to *Sitophilus zeamais* (maize weevil). **Crop Protection** 71:95-100. 2015.

DEMARCHI, M. **Análise da conjuntura agropecuária, safra 2011/2012**. Secretaria da agricultura e abastecimento. Departamento de economia rural. Paraná, SEAB, 14p. 2011.

EATON, D.L.; KLAASEN, C.D. **Principles of toxicology**, p. 6-20. In C.D. Klaasen & J.B. Watkins III (eds.), Casarett & Doull's essentials of toxicology. New York, McGrawHill, 533p. 2003.

EMBRAPA-Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. 2016. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Milho/CultivodoMilho/importancia.htm> > Acesso em: 16/08/2016.

ENAN, E. Insecticidal activity of essential oils: octopaminergic sites of action. **Comparative Biochemistry and Physiology**, v.130, p. 325- 337. 2001.

ESTRELA, J.L.V.; et al., Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.41, n.2, p.217-222. 2006.

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

FAZOLIN, M.; et al., Atividade inseticida do óleo de *Tanaecium nocturnum* (Barb. Rodr.) Bur. & K. Schum (Bignoneaceae) sobre *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera: Curculionidae). **Acta Amazonica**, Manaus, v.37, n.4, p.599-604, 2007.

FINNEY, D. J. Probit analysis. **Cambridge University Press**, UK, 3rd Edition, 333p.,1971.

FONTENELLE, R.O.S., et al., Antifungal activity of essential oils of *Croton* species from the Brazilian Caatinga biome. **Journal of Applied Microbiology**, v. 104, p.1383-1390. 2008.

FRAGOSO, D.B.; GUEDES, R.N.C.; OLIVEIRA, M.G.A. Partial characterization of glutathione S - transferases in pyrethroid - resistance and – susceptible populations of the maize weevil, *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 43, p. 167-170, 2007.

FREITAS, C.J.P.; et al., Organophosphate resistance in the maize weevil *Sitophilus zeamais*: magnitude, costs and behavior. **Industrial Crops and Products**, v. 28, p. 168-173, 2009.

GALLO, D. et al. **Entomologia Agrícola**. FEALQ. 920p. 2002.

GUEDES, R.N.C.; LIMA, J.O.G.; SANTOS, J.P.; CRUZ, C.D. Inheritance of deltamethin resistance in a Brazilian strain of maize weevil (*Sitophilus zeamais* Motsch.). **International Journal of Pest Management**, v. 40, p. 103-106, 1994.

GUEDES, R.N.C.; LIMA, J.O.G.; CRUZ, C.D. Resistance to DDT and pyrethroids in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 31, p. 145-150, 1995.

GUEDES, N.M.P.; GUEDES, R.N.C.; FERREIRA, G.H.; SILVA, L.B. Flight takeoff and walking behavior of insecticide-susceptible and resistant-strains of *Sitophilus zeamais* exposed to deltamethrin. **Agricultural and Forest Entomology**, v. 99, p. 393-400, 2009.

GOMES, S.P.; FAVERO, S. Avaliação de óleos essenciais de plantas aromáticas com atividade inseticida em *Triatoma infestans* (Klug, 1834) (Hemiptera: Reduviidae). **Acta Scientiarum**. Health Sciences, v. 33, n. 2, p. 147-151, 2011.

ISMAN, M.B., Botanical insecticides deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. Annu. **Journal of Entomology**. 51, 45–66. 2006.

KROYMANN, J. Natural diversity and adaptation in plant secondary metabolism. **Current Opinion in Plant Biology**, v. 14, p.246–251, 2011.

LEE, B.H.; et al., Fumigant toxicity of essential oils and their constituent compounds towards the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L.). **Crop Protection** v. 20, p. 317-320. 2001.

LEE, S., PETERSON, C.J., COATS, J.R., Fumigation toxicity of monoterpenoids to several stored product insects. **Journal of Stored Products Research** 39, 77–85. 2003.

LI, X.; SCHULER, M.A. Molecular mechanisms of metabolic resistance to synthetic and natural xenobiotics. **Annual Review of Entomology**, v. 52, p. 231-253, 2007.

LI, W.Q.; et al., Chemical Composition and Toxicity against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum* of the Essential Oil of *Murraya exotica* Aerial Parts. **Molecules**, v. 15, p. 5831-5839; 2010.

LIU, Z.L., GOH, S.H., HO, S.H. Screening of Chinese medical herbs for bioactivity against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Stored Products Research**, 43, 290-296. 2007.

LÓPEZ, M.D.; JORDAN, M.J.; PASCUAL-VILLALOBOS, M.J. Toxic compounds in essential oils of coriander, caraway and basil active against stored rice pests. **Journal of Stored Products Research**, v.44, n.3, p.273-278, 2008.

LORINI, I. **Manual técnico para o manejo integrado de pragas de grãos de cereais armazenados**. Passo Fundo: Embrapa Trigo, 80 p.2003.

LORINI, I. **Manejo integrado de pragas de grãos de cereais armazenados**. v. 2, 72p. EMBRAPA Trigo, Passo Fundo - RS. 2008.

LORINI, I. **Principais Pragas e Métodos de Controle em Sementes durante o Armazenamento** – Série Sementes. EMBRAPA Circular Técnica, ISSN 1516-7860. 2010.

MAGALHÃES, C.R.I. **Utilização de óleo essenciais no controle de *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) e *Tribolium castaneum* Herbst. (Coleoptera: Tenebrionidae) em milho armazenado**. Dissertação. 2014. 72 f. (Mestrado em Produção Vegetal)- Universidade Federal Rural de Pernambuco. Unidade Acadêmica de Serra Talhada-Serra Talhada-PE. 2014.

MAGALHÃES, C. R. I; et al., Potencial inseticida de óleos essenciais sobre *Tribolium castaneum* em milho armazenado. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 17, n. 4, sup. III, p. 1150 – 1158, 2015.

MELO JÚNIOR, J.L.A. **Resistência de populações de *Sitophilus zeamais* a inseticidas de ação por contato, em Pernambuco**. 2015. 52 f. Dissertação (Mestrado em Produção Agrícola) – Unidade Acadêmica de Garanhuns, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Garanhuns-PE. 2015.

MCKENZIE, J.A. **The biochemical and molecular bases of resistance: applications to ecological and evolutionary questions.** In: MCKENZIE, J.A (ed). Ecological and Evolutionary Aspects of Insecticide Resistance. Academic, Austin, p. 123-147, 1996.

NAPOLEÃO, T.H. et al. Deleterious effects of *Myracrodruon urundeuva* leaf extract and lectin on the maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Coleoptera, Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 54, p. 26-33, 2013.

NERIO, L.S.; OLIVERO-VERBEL, J; STASHENKO, E. Repellent activity of essential oils: a review. **Bioresource Technology**, v.101, p.372-378, 2010.

NEVES, I.A.; CAMARA, C.A.G. Volatile Constituents of Two *Croton* Species from Caatinga Biome of Pernambuco – **Brasil Nature Products**. 6 (2): 161-165. 2012.

NORAMBUENA, C. et al. Insecticidal activity of *Laureliopsis philippiana* (Looser) Schodde (Atherospermataceae) essential oil against *Sitophilus* spp. (Coleoptera Curculionidae). **Chilean journal of agricultural research**, v. 76, n. 3, p. 330-336, 2016.

OBENG-OFORI, D.; AMITEYE, S. Efficacy of mixing vegetable oils with pirimiphosmethyl against the maize weevil, *Sitophilus zeamais* Motschulsky in stored maize. **Journal of Stored Products Research**, v. 41, p. 57–66, 2005.

PAES, J.L., et al., Insecticidal fumigant action of mustard essential oil against *Sitophilus zeamais* in maize grains. **Industrial Crops and Products**, 34: 56-58. 2012.

PEIXOTO, M.G. et al. Toxicity and repellency of essential oils of *Lippia alba* chemotypes and their major monoterpenes against stored grain insects. **Industrial Crops and Products**, v. 71, p. 31-36, 2015.

PEREZ-AMADOR M.C. et al., Essential oil in leaves of *Croton pseudoniveus* and *C. suberosus* (Euphorbiaceae) species. **Phyton**, v. 53, p.109-112. 2007.

PINTO JUNIOR, A.R. et al. Bioatividade de óleos essenciais de sassafrás e eucalipto em cascudinho. **Ciência Rural**, v. 40, n. 3, p. 637-643, 2010.

PRATES, H.T.; SANTOS, J.P. dos. **Óleos essenciais no controle de pragas de grãos armazenados.** In: LORINI, I.; MIIKE, L.H.; SCUSSEL, V.M. (Org.). Armazenagem de grãos. Campinas: IBG. p. 443-461. 2002.

RAJENDRAN, S.; SRIRANJINI, V. Plant products as fumigants for stored-product insect control. **Journal of Stored Products Research**, v.44, n.2, p.126-135, 2008.

REES, D. Insects of Stored Grain: A Pocket Reference. Australia, Second Edition, **Csiro Publishing**, 2007.

RIBEIRO, B.M.; GUEDES, R.N.C.; OLIVEIRA, E.E.; SANTOS, J.P. Insecticide resistance and synergism in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v.39, p. 21-31, 2003.

RIBEIRO, L.P.; COSTA, E.C.; KARLEC, F.; BIDINOTO, V.M. Avaliação da eficácia de pós inertes minerais no controle de *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae). **Revista da FZVA**, Uruguaiana, v. 15, n. 2, p. 19-27, 2008.

ROBERTSON, J.L.; PREISLER, H.K. Pesticide bioassays with arthropods. **CRC Press**, California, 127p. 1992.

ROEDER, T. Octopamine in invertebrates. **Progress in neurobiology**, v.59, n.5, p.533-561, 1999.

ROSSETTO, C.J. The complex of *Sitophilus* spp (Coleoptera Curculionidae) in the State of São Paulo. **Bragantia**, v. 28, n. UNICO, p. 127-148, 1969.

RUST, M.K.; REIERSON, D.A. Chlorpyrifos resistance in German Cockroaches (Dictyoptera: Blattellidae) from restaurants. **Journal of Economic Entomology**, v. 84, n. 3, p. 736-740, 1991.

SANTOS, J.C. et al. Toxicidade de inseticidas piretróides e organofosforados para populações brasileiras de *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae)= Toxicity of pyrethroids and organophosphorus insecticides to Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Bioscience Journal**, v. 25, n. 6, 2009.

SANTOS, F.A., et al., Otimização do pré-tratamento hidrotérmico da palha de cana-de-açúcar visando à produção de etanol celulósico. **Química Nova**, v. 37, p. 56-62. 2014.

SAHAF, B.Z.; MOHARRAMIPOUR, S. Fumigant toxicity of *Carum copticum* and *Vitex pseudo-negundo* essential oils against eggs, larvae and adults of *Callosobruchus maculatus*. **Journal of Pest Science**, v.81, n.4, p.213-220, 2008.

SAS Institute. SAS/ Stat User's Guide. Cary, NC. 2002.

SILVA, W.J. **Atividade larvicida do óleo essencial de plantas existentes no estado de Sergipe contra *Aedes aegypti* Linn.** 2006. 84 f. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento e Meio Ambiente) – Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2006.

SILVA, J.S.; SALES, F.; CARNEIRO-TORRES, D.S. O gênero *Croton* (euphorbiaceae) na Microrregião do Vale do Ipanema, Pernambuco, Brasil. **Rodriguésia**, v. 4: 879-901. 2009.

SIQUEIRA, H.A.A.; GUEDES, R.N.C.; PICANÇO, M.C. Insecticide resistance in populations of *Tuta absoluta* (Lepdoptera: Gelechiidae). **Agricultural and Forest Entomology**, v. 2, p. 147-153, 2000.

SCOTT, J.G. Cytochromes P450 and insecticide resistance-Insect Biochemistry and **Molecular Biology** v.29, p.757-77, 1999.

SONDERLUND, D.M.; BLOOMQUIST, J.R. **Molecular mechanism of insecticide resistance.** In: Roush, T.T., Tabashnik, B.E. (eds). Pesticide resistance in arthropods, New York, Chapman e Hall, p. 58-96, 1990.

SOUZA, V. N.; OLIVEIRA, C. R. F.; OLIVEIRA, C. H. C. M.; ALMEIDA, D. K. F. Fumigation toxicity of essential oils against *Rhyzopertha dominica* (f.) in stored maize grain. **Revista Caatinga**, v. 29, n. 2, p 435 – 450, 2016.

SPSS Inc. **Sigma Plot user's guide version 7.0** (Revised Edition). SPSS Inc., Chicago, USA. 2000.

SUTHISUT, D.; FIELDS, P.G.; CHANDRAPATYA, A. Fumigant toxicity of essential oils from three Thai plants (Zingiberaceae) and their major compounds against *Sitophilus zeamais*, *Tribolium castaneum* and two parasitoids. **Journal of Stored Products Research** v. 47, p. 222-230, 2011.

TEETES, G.L.; SESHU REDDY, K.W.; LEUSCHENER, K.; HOUSE, L.R. Sorghum Insect Identification Hand book. **Icrisat Information Bulletin, Patancheru**, 12: 106-107. 1983.

TEFERA, T.S.; MUGO, P.L. Effects of insect population density and storage time on grain damage weight loss in maize due to the maize weevil *Sitophilus zeamais* and the larger grain borer *Prostephanus truncatus*. **African Journal of Agricultural Research** 6:2249-2254. 2011.

TÔRRES, M.C.M. **Estudo químico e biológico de *Croton regelianus* var. *matosii* (Euphobiaceae)**. 2008. 209 f. Dissertação (Mestrado em Química Orgânica) - Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE. 2008.

TRAN, B.N.D.; CREDLAND, P.F. Consequences of inbreeding for the cowpea seed beetle, *Callosobruchus chinensis* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). **Biological Journal of the Linnean Society**, v. 56, p. 483-503, 1995.

TRIPATHI, A.K. et al. A review on prospects of essential oils as biopesticide in insect-pest management. **Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy**, v. 1, n. 5, p. 052-063, 2009.

UKEH, D.A. et al. Identification of host kairomones from maize, *Zea mays*, for the maize weevil, *Sitophilus zeamais*. **Journal of chemical ecology**, v. 38, n. 11, p. 1402-1409, 2012.

ZAPATA, N.; SMAGGHE, G. Repellency and toxicity of essential oils from the leaves and bark of *Laurelia sempervirens* and *Drimys winteri* against *Tribolium castaneum*. **Industrial Crops and Products**, v. 32, p. 405–410, 2010.