

**JOSÉ PEDRO DA SILVA**

**Microcápsulas de extrato de *Annona muricata* L. (Annonaceae):  
desenvolvimento, caracterização e aplicação no controle de *Plutella xylostella* L.  
(Lepidoptera: Plutellidae)**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Proteção de Plantas, do Centro de Ciências Agrárias, da Universidade Federal de Alagoas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Proteção de Plantas.

**Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Roseane Cristina Predes Trindade**

**Coorientador: Prof. Dr. Irinaldo Diniz Basílio Júnior**

**RIO LARGO, AL**

**2018**

**Catálogo na fonte**  
**Universidade Federal de Alagoas**  
**Biblioteca Campus de Engenharias e Ciências Agrárias**  
Bibliotecária Responsável: Myrtes Vieira do Nascimento

S586m Silva, José Pedro da  
Microcápsulas de extrato de *Annona muricata* L. (Annonaceae): desenvolvimento, caracterização e aplicação no controle de *Plutella xylostella* L. (Lepdopter: Plutellidae) . / José Pedro da Silva – 2018.  
126 f.; il.

Tese (Doutorado em Proteção de Plantas) - Universidade Federal de Alagoas, Campus de Engenharias e Ciências Agrárias. Rio Largo, 2023.

Orientação: Dr<sup>a</sup>. Roseane Cristina Predes Trindade

Coorientação: Dr. Irinaldo Diniz Basílio Junior

Inclui bibliografia

1. Crucífera – controle de pragas. 2. Graviola. 3. Resistência a inseticidas. I. Título.

CDU: 632.937

**JOSÉ JOSÉ PEDRO DA SILVA**

**Microcápsulas de extrato de *Annona muricata* L. (Annonaceae):  
desenvolvimento, caracterização e aplicação no controle de *Plutella xylostella* L.  
(Lepidoptera: Plutellidae)**

Tese submetida à banca avaliadora como  
requisito para conclusão do curso de  
Doutorado em Proteção de Plantas.

Documento assinado digitalmente  
 ROSEANE CRISTINA PREDES TRINDADE  
Data: 16/03/2023 14:25:50-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Roseane Cristina Predes Trindade, Universidade Federal de Alagoas

**Orientadora**

Documento assinado digitalmente

 MARIANA OLIVEIRA BREDÁ  
Data: 16/03/2023 16:45:35-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

**Banca examinadora:**

---

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Mariana Oliveira Breda, Universidade Federal de Alagoas

  
Dr<sup>a</sup> Vanessa de Melo Rodrigues - (EMATER/AL)  Documento assinado digitalmente  
ALICE MARIA NASCIMENTO DE ARAUJO  
Data: 16/03/2023 22:14:14-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Alice Maria Nascimento de Araújo - (PDCR/CECA/UFAL)

**RIO LARGO, AL**

**2018**

## **Ofereço**

Aos meus pais: José Agostinho da Silva (*In memoriam*) e Carmelita Jorvina da Silva, minha Família e todos os meus amigos.

A Deus, pois me proporcionou viver o meu sonho mais ousado.

E por isso me fez continuar, mesmo quando achei que não podia mais...

## **Dedico**

À minha querida e amada mãe e toda a minha família e amigos.

## AGRADECIMENTOS

Ao meu DEUS pelo dom da vida, inteligência e discernimento, por iluminar os meus passos e me confortar nos momentos mais difíceis e por tantas bênçãos concedidas, disposição e pelo discernimento concedido ao longo dessa jornada e que me ajudam a crescer diariamente no conhecimento da Tua sabedoria.

Aos meus pais: José Agostinho da Silva (*In memoriam*) e Carmelita Jorvina da Silva, pelo amor e carinho incondicional e educação que me concederam. Que Deus os protejam e abençoem, em todo o sempre.

Aos meus irmãos, irmãs, sobrinhos, sobrinhas, tias e primos: Cícera Carmelita, Adriana Carmelita, Isabel Carmelita, Andréa Carmelita, Adriano José, Josefa Ana, Maria das Neves, Sebastiana Carmelita, Josefa Carmelita, José Manuel (*In memoriam*), José Francisco, Cícero José, Fabiana Santos, Tatiane Santos, Patrícia Santos, Leonardo Santos, Júlio de Moraes, Daniel de Moraes, Bruno Silva, Luis Gustavo, Raynara Silva, Saimo Silva, Clécio de Abreu, Maria de Abreu, Dorivânia Silva.

Ao Instituto Federal de Alagoas, Campus Murici/AL, em especial aos Professores Jocília Rodrigues, Rodrigo Oliveira, Joventino Fernandes, Juliana Carnaúba, Maria Aparecida, Leona, Paulo Boa Sorte, Valtair Veríssimo, Arlene Leão e todos os meus alunos e colegas de trabalho.

À Universidade Federal de Alagoas – UFAL e ao Centro de Ciências Agrárias – CECA pela oportunidade de realizar a pós-graduação.

A minha orientadora Prof<sup>ra</sup>. Dr<sup>a</sup>. Roseane Cristina P. Trindade, pela disponibilidade em orientar, paciência e apoio dado no trabalho e por todo conhecimento que me foi passado.

Aos meus professores do CECA/UFAL, que foram e são de grande importância, em especial ao Prof. Dr. Paulo Vanderlei Ferreira e a todos os docentes do Programa de Pós-Graduação em Proteção de Plantas pela sua dedicação e pela amizade.

Ao Prof. Dr. Antônio Euzébio Goulart Sant'Ana, Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Alice Maria Nascimento de Araújo e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Mariana Oliveira Breda, pelo apoio e por contribuírem, com a realização deste trabalho.

Aos técnicos Aldy dos Santos e Margarida Maria do laboratório de Química, pela disponibilidade, simpatia e gentileza, pois sem a ajuda de vocês nada seria possível. Obrigado pela ajuda!

Aos meus amigos do Doutorado, pelos momentos vividos juntos, especialmente à Isabel Souza, Djison Silvestre, Tiago Jorge, Simone Costa, que se tornaram verdadeiros

amigos e tornaram mais leve meu trabalho. Aos poucos nos tornamos mais que amigos, quase irmãos. Obrigado por dividir comigo as angústias e alegrias e ouvirem minhas bobagens. Foi bom poder contar com vocês!

A todos os meus amigos de disciplinas pela amizade que de alguma maneira tornam minha vida acadêmica cada dia mais desafiante. Peço a Deus que os abençoe grandemente, preenchendo seus caminhos com muita paz, amor, saúde e prosperidade.

Aos meus colegas do laboratório de Entomologia Agrícola: Controle alternativo de pragas LECAP/CECA/UFAL - Leonara Figueiroa, Anilde da Graça Maciel, Djison Silvestre, Karen de Menezes, Mirandy Dias, Lucas Alceu, Fernanda Morais, David Javier, David Josué, Janyne Joyce, Lindinalva Santos e Gilson Bernardo.

Aos membros da banca pela contribuição ao participarem da defesa desta Tese. Ninguém vence sozinho.

A todos os meus amigos que me apoiaram e ajudaram durante a execução do projeto, em especial ao Técnico Agrícola João Paulo de Oliveira e amigo(a)s Hildênia Oliveira, Suelber Kresley, Simonildo Silva, Lucas Duarte, Dona Edna, Islan Espíndola e todos os demais.

A todos, enfim, o meu sincero reconhecimento pela colaboração e participação direta ou indireta neste importante trabalho. Muito obrigado!

Então! Deixo-te livre e vou-me até o fim, com a essência  
e a certeza de que sempre dei o melhor de mim.

**Autor: Pedro Silva**

## RESUMO GERAL

A busca por alternativas para o controle de pragas das culturas agrícolas é de extrema importância, pois estas são de difícil controle, necessitando muitas vezes a adoção de produtos com alto poder residual, tornando-se um fator limitante para o manejo das culturas. Um dos principais fatores que limitam a produção das brássicas é a ocorrência de pragas, tendo a *Plutella xylostella* (L. 1758) (Lepidoptera: Plutellidae), grande influência na redução do valor comercial das espécies pertencentes a esse grupo botânico. Desta forma, este estudo teve como finalidade gerar um inseticida comercial natural à base de extrato etanólico microencapsulado de sementes de *Annona muricata* L. (Annonaceae) para controle da traça-das-crucíferas, praga limitante na produção de várias espécies de hortaliças. O estudo foi conduzido no Laboratório de Entomologia: Controle Alternativo de Pragas - CECA/UFAL, em Rio Largo/AL, Laboratório de Pesquisa em Recursos Naturais do Instituto de Química e Biotecnologia e no Laboratório de Tecnologia de Controle de Medicamentos-UFAL, Campus Maceió/AL. Para o desenvolvimento do microencapsulado utilizou-se o aparelho de modelo BUCHI Mini Spray Dryer B-290 com os polímeros amido, maltodextrina, gelatina e aerossil. A caracterização foi realizada através da Análise de Tamanho de Partícula, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Estudos Termogravimétricos (TGA). O microencapsulado apresentou distribuição de partícula com comportamento bimodal evidente, com diâmetros variando de 0,48 a 79,43  $\mu\text{m}$  e com índice de polidispersidade igual a 6,414. O MEV demonstrou que as micropartículas apresentaram tanto formato esférico, quanto irregular, com superfície lisa e rugosa/ondulada, contínua, homogênea, com tamanho variável e a sua superfície externa revelou continuidade nas paredes, não sendo observado fissuras aparentes, rachaduras e nem interrupções. As Concentrações Letais (CLs) estimadas para o extrato etanólico e o microencapsulado foram de: CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> de 0,204 e 5,675 mL/L e 0,114 e 4,166 mL/L, respectivamente, tendo o extrato etanólico requerido uma maior concentração. Levando em consideração avaliação do efeito residual em condição de casa de vegetação e em campo, observou-se que o tratamento com a CL<sub>99</sub>MICRO, se destacou por apresentar mortalidades superiores, em todos os dias avaliados, a CL<sub>99</sub>EXT foi o segundo mais eficiente e a CL<sub>50</sub>MICRO foi superior aos produtos comerciais Azamax® e Decis®. O microencapsulado de *A. muricata* apresentou potencialidade para o controle de lagartas de 1º e 3º instares de *P. xylostella*, tanto em condições de casa de vegetação como em campo, independentemente do ano. Desta forma, o microencapsulado do extrato etanólico da semente de *A. muricata* mostrou-se eficiente ao controle de *P. xylostella*, apresentando efeito letal e efeito residual.

**Palavras-chave:** graviola, traça-das-crucíferas, formulação, microencapsulamento

## ABSTRACT

The search for alternatives to pest control of agricultural crops is of extreme importance, since these are difficult to control, often requiring the adoption of products with high residual power, becoming a limiting factor for crop management. One of the main factors limiting the production of brassicas is the occurrence of pests, with *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae), a great influence in reducing the commercial value of the species belonging to this botanical group. This study aimed to generate a natural commercial insecticide based on microencapsulated ethanolic extract of *Annona muricata* L. (Annonaceae) seeds for control of the crucifer's moth, a limiting pest in the production of several species of vegetables. The study was conducted at the Laboratory of Entomology: Alternative Pest Control - CECA / UFAL, in Rio Largo / AL and Natural Resources Research Laboratory of the Institute of Chemistry and Biotechnology and Laboratory of Technology for Drug Control - UFAL, Campus Maceió / AL. The BUCHI Mini Spray Dryer B-290 model with the polymers amido, maltodextrin, gelatin and aerosil was used for the development of the microencapsulate. The characterization was performed through particle size analysis, scanning electron microscopy (SEM) and thermogravimetric studies (TGA). The microencapsulation showed a bimodal behavior with a clear bimodal behavior, with diameters of 0.48 to 79.43  $\mu\text{m}$  and a polydispersity index of 6.414. The SEM showed that the microparticles had both spherical and irregular shapes, with a smooth and rough / wavy, continuous, homogeneous surface, with variable size, and their external surface revealed continuity in the walls, with no apparent cracks, cracks or interruptions being observed. The CLs estimated for the ethanolic extract and the microencapsulated were:  $\text{CL}_{50}$  and  $\text{CL}_{99}$  of 0.204 and 5.675 mL/L and 0.114 and 4.166 mL/L respectively, with the required ethanolic extract having a higher concentration. Taking into account the residual evaluation in semi-field and field conditions, it is observed that the treatment with  $\text{CL}_{99}\text{MICRO}$  was highlighted as having higher mortalities, on all evaluated days,  $\text{CL}_{99}\text{EXT}$  was the second most efficient and  $\text{CL}_{50}\text{MICRO}$  was higher than the commercial products Azamax and Decis. The microencapsulated of *A. muricata* presented potentialities for the control of caterpillars from 1st to 3rd instars of *P. xylostella*, both in semi field and field conditions, regardless of the year. In this way, the microencapsulated of the ethanolic extract of the *A. muricata* seed proved to be efficient to control *P. xylostella*, presenting a lethal effect and besides residual effect.

**Keywords:** Diamondback. Graviola. Emulsion. Chemical fractions.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1** - Distribuição de tamanho de partícula do microencapsulado de *Annona muricata* obtida por difração a laser.....66
- Figura 2** - Fotomicrografias do microencapsulado dos agentes microencapsulantes e de *Annona muricata*.....68
- Figura 3** - A. Curvas de TGA do microencapsulado do extrato etanólico de *Annona muricata*; B. Curvas de TGA do microencapsulado do extrato etanólico de *Annona muricata* e dos materiais de revestimento aplicados nos estudos de microencapsulação.....71
- Figura 4** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de *Annona muricata* sobre lagartas de *Plutella xylostella* em condição de casa de vegetação em 2016: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar.....101
- Figura 5** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de *Annona muricata* sobre lagartas de *P. xylostella* em condição de campo em 2016: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar.....107
- Figura 6** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado *Annona muricata* sobre lagartas de *P. xylostella* em condição de campo em 2017: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar.....112
- Figura 7** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado *Annona muricata* sobre lagartas de *Plutella xylostella* em condição de campo em 2017: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar.....116

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Porcentagem do material encapsulante utilizado no preparo da formulação de microencapsulado de extrato etanólico de <i>Annona muricata</i> .....	63
<b>Tabela 2</b> - Índice de Polidispersidade e diâmetro médio de partículas em volume D[4,3] do microencapsulado de <i>Annona muricata</i> .....	67
<b>Tabela 3.</b> Dados termogravimétricos do Extrato Etanólico, Microencapsulado <i>Annona muricata</i> e dos polímeros encapsulantes.....	69
<b>Tabela 4</b> - Concentração Letal (CL) do extrato etanólico de <i>Annona muricata</i> e do extrato microencapsulado sobre <i>Plutella xylostella</i> .....	72
<b>Tabela 5</b> - Média e comparação da mortalidade de larvas de 1º de <i>Plutella xylostella</i> em dois anos em casa de vegetação submetidas a Extrato etanólico e microencapsulado da semente de <i>A. Muricata</i> .....	73
<b>Tabela 6</b> - Média e comparação da mortalidade de larvas de 1º e de 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> em dois anos em campo com extrato etanólico e microencapsulado da semente de <i>Annona muricata</i> .....	76
<b>Tabela 7</b> - Análise de variância da mortalidade de larvas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> submetidas ao extrato etanólico e ao extrato microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de casa de vegetação em 2016.....	99
<b>Tabela 8</b> - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e de 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de casa de vegetação em 2016.....	100
<b>Tabela 9</b> - Médias dos dias x produtos aos 16 dias, do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e de 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de casa de vegetação em 2016.....	104
<b>Tabela 10</b> - Análise de variância da mortalidade 1º e 3º instar de <i>Plutella xyslotella</i> submetidas a extrato etanólico e a extrato microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de campo em 2016.....	105
<b>Tabela 11</b> - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de campo no ano de 2016.....	106

<b>Tabelas 12</b> - Médias dos dias x produtos do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de campo em 2016.....	109
<b>Tabela 13</b> - Análise de variância da mortalidade 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> submetidas a extrato etanólico e a extrato microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de campo em 2017.....	110
<b>Tabela 14</b> - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de campo em 2017.....	111
<b>Tabela 15</b> - Médias dos dias/ produtos do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de campo em 2017.....	113
<b>Tabela 16</b> - Análise de variância da mortalidade 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> submetidas a extrato etanólico e a extrato microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição casa de vegetação em 2017.....	114
<b>Tabela 17</b> - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição de casa de vegetação em 2017.....	115
<b>Tabela 18</b> - Médias dos dias x produtos do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> com extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> em condição em casa de vegetação em 2017.....	118

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ACGs -	Acetogeninas
CECA -	Centro de Ciências Agrárias
CCD-	Cromatografia de camada delgada
CL -	Concentração Letal
CL <sub>50</sub> -	Concentração Letal capaz de ocasionar 50 % de mortalidade da população
CL <sub>50</sub> EXT	Concentração Letal capaz de ocasionar 50 % de mortalidade da população com Extrato Etanólico
CL <sub>50</sub> MIC	Concentração Letal capaz de ocasionar 50 % de mortalidade da população com Extrato Etanólico Microencapsulado
RO	
CL <sub>99</sub> -	Concentração Letal capaz de ocasionar 99 % de mortalidade da população
CL <sub>99</sub> EXT	Concentração Letal capaz de ocasionar 99 % de mortalidade da população com Extrato Etanólico
CL <sub>99</sub> MIC	Concentração Letal capaz de ocasionar 99 % de mortalidade da população com Extrato Etanólico Microencapsulado
RO	
CLs -	Concentrações Letais
CV% -	Coefficiente de Variação
DMSO -	Dimetilsulfóxido
TWEEN -	Polissorbato
DP -	Desvio padrão
GIFAP -	Grupo Internacional das Associações Nacionais de Fabricantes de Produtos Agroquímicos
IC -	Intervalo de confiança
IFAL	Instituto Federal de Alagoas
LI -	Limite Inferior
LS -	Limite Superior
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
NS -	Não significativo
RPM -	Rotações por minuto
TGA -	Termogravimétrico
UFAL -	Universidade Federal de Alagoas
UR -	Umidade relativa

## Sumário

1	INTRODUÇÃO GERAL.....	17
2	REVISÃO DE LITERATURA .....	19
2.1	Aspectos gerais de <i>Plutella xylostella</i> .....	19
2.2	Métodos de controle de <i>Plutella xylostella</i> .....	20
2.2.1	Controle Biológico .....	21
2.2.2	Controle Cultural .....	23
2.2.3	Controle Comportamental.....	23
2.2.4	Controle por Resistência de Plantas.....	24
2.2.5	Controle Químico.....	24
2.3	Aspectos gerais sobre o uso de Plantas Inseticidas .....	25
2.4	Plantas Inseticidas no Controle de <i>Plutella xylostella</i> .....	26
2.5	ANONÁCEAS.....	28
2.5.1	Importância Econômica das Anonáceas .....	28
2.5.2	Anonáceas com Ação Inseticida .....	29
2.6	Microencapsulamento .....	32
2.6.1	Microencapsulação por <i>Spray Drying</i> ou Atomização.....	33
2.6.2	Agentes Encapsulantes .....	34
2.6.3	Maltodextrina .....	35
2.6.4	Amido.....	36
2.6.5	Gelatina.....	37
	REFERÊNCIAS.....	39
3	Desenvolvimento, caracterização e efeito letal de extrato microencapsulado de semente de <i>Annona muricata</i> L. (Annonaceae) sobre <i>Plutella xylostella</i> (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) .....	57
3.1	INTRODUÇÃO .....	59
3.2	MATERIAL E MÉTODOS .....	60
3.2.1	Local e Instalação.....	60
3.2.2	Condução da cultura.....	60
3.2.3	Criação de <i>Plutella xylostella</i> .....	61
3.2.4	Obtenção das sementes e preparo dos extratos de <i>Annona muricata</i> .....	61
3.2.5	Microencapsulação do extrato de <i>Annona muricata</i> .....	62
3.3	Caracterização do microencapsulado .....	63
3.3.1	Análise de tamanho de partículas do microencapsulado.....	63

3.3.2	Caracterização morfológica do microencapsulado através do microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	63
3.3.3	Estudos Termogravimétricos (TGA).....	64
3.4	Estimativa da CL <sub>50</sub> e CL <sub>99</sub> do extrato etanólico e do microencapsulado de <i>Annona muricata</i> na mortalidade de <i>Plutella xylostella</i> .....	64
3.5	Efeito letal do extrato etanólico e do microencapsulado da semente de <i>Annona muricata</i> para o controle de lagartas de 1º e 3º instares de <i>Plutella xylostella</i> em casa de vegetação e em campo.....	65
3.6	RESULTADOS.....	66
3.6.1	Análise de tamanho de partículas do microencapsulado de <i>Annona muricata</i> .....	66
3.6.2	Caracterização morfológica do microencapsulado de <i>A. muricata</i> por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	67
3.6.3	Estudos Termogravimétricos (TGA).....	68
3.7	Estimativa das CL <sub>50</sub> e CL <sub>99</sub> do Extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> na mortalidade de <i>Plutella xylostella</i> .....	72
3.8	Efeito letal do extrato etanólico e microencapsulado de semente de <i>Annona muricata</i> no controle de lagartas de 1º e 3º instares de <i>Plutella xylostella</i> em casa de vegetação. ....	72
3.9	Eficiência de extrato etanólico e microencapsulado de semente de <i>Annona muricata</i> no controle de 1º e 3º instar de <i>Plutella xylostella</i> em condições de campo.....	74
3.10	DISCUSSÃO.....	77
3.9	CONCLUSÕES.....	83
	REFERÊNCIAS.....	84
4	Efeito residual de extrato etanólico e de microencapsulado de <i>Annona muricata</i> L. (Annonaceae) sobre <i>Plutella xylostella</i> (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) em condições de casa de vegetação e campo.....	90
4.1	INTRODUÇÃO.....	92
4.2	MATERIAL E MÉTODOS.....	93
4.2.1	Local de execução.....	93
4.2.2	Cultivo de <i>Brassica oleracea</i> .....	93
4.2.3	Criação de <i>Plutella xylostella</i> .....	93
4.2.4	Obtenção de extratos de <i>Annona muricata</i> .....	94
4.3	Microencapsulação de extrato de <i>Annona muricata</i> .....	95
4.4	Estimativas das CL <sub>50</sub> e CL <sub>99</sub> do extrato etanólico e do extrato microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre <i>Plutella xylostella</i> . ....	96
4.5	Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre o 1º e 3º instares da <i>Plutella xylostella</i> em casa de vegetação. ....	97

4.6	Efeito residual do extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre o 1° e 3° instares de <i>Plutella xylostella</i> em campo.....	98
4.7	RESULTADOS.....	98
4.7.1	Estimativas das CL50 e CL99 do extrato etanólico e do extrato microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre <i>P. Xylostella</i> . .....	98
4.7.2	Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre o 1° e 3° instares da <i>Plutella xylostella</i> em condição de casa de vegetação em 2016. ....	99
4.7.3	Efeito residual de extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre o 1° e 3° instares de <i>Plutella xylostella</i> em condição de campo em 2016. ....	104
4.7.4	Efeito residual de extrato etanólico e microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre o 1° e 3° instares de <i>Plutella xylostella</i> em condição de campo em 2017. ....	109
4.7.5	Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de <i>Annona muricata</i> sobre o 1° e 3° instares da <i>Plutella xylostella</i> em casa de vegetação em 2017. ....	114
4.8	DISCUSSÃO.....	120
4.9	CONCLUSÃO.....	123
	REFERÊNCIAS.....	124

## 1 INTRODUÇÃO GERAL

Os produtos naturais são substâncias orgânicas que podem ser extraídos de plantas, animais e microorganismos e que apresentam um grande valor agregado devido às suas mais variadas aplicações na área médica, farmacêutica, cosmética, alimentícia e agrícola. Dentre as fontes de produtos naturais mais estudadas e utilizadas estão os compostos extraídos do reino vegetal (PINTO et al., 2002).

Muitas espécies de plantas são estudadas como fonte de produtos naturais, em busca de novas substâncias bioativas que poderão permitir o surgimento de novos inseticidas botânicos, eficazes, biodegradáveis e menos tóxicos aos seres humanos, em contrapartida aos agrotóxicos sintéticos altamente tóxicos e persistentes, no qual seus produtos de degradação muitas vezes são mais prejudiciais do que as moléculas precursoras (BUENO et al., 2009).

A diversidade de substâncias presentes na flora continua sendo um enorme atrativo na área de controle de insetos, levando-se em consideração que apenas uma pequena parcela das plantas foi investigada com tal finalidade (SCHMALTZ; SANTOS; GUTERRES, 2005). Atualmente, é possível encontrar várias pesquisas em que o foco principal está em extrair, isolar, identificar e aplicar os produtos naturais obtidos, principalmente de fontes vegetais (BUENO et al., 2009).

Tendo em vista que esses inseticidas botânicos, geralmente apresentam uma menor durabilidade tanto após a aplicação, quanto em sua conservação, nota-se a necessidade da realização de formulações que possibilite o aumento da viabilidade e sua obtenção pelos agricultores. Entre os tipos de formulação, pode-se optar pela emulsão e microencapsulamento (BAJAPAI; GIRI, 2002).

O microencapsulamento dos compostos naturais em escala nanométrica, além de aumentar o efeito residual, possibilita o controle da liberação do ingrediente ativo, permitindo assim, melhorar a eficiência e a persistência dos biopesticidas. Polímeros biodegradáveis têm sido utilizados com sucesso como agentes encapsulantes. No entanto, para sua aplicação em escala comercial, ainda há necessidade de estudos que visem avaliar a eficácia dos ingredientes encapsulados sobre as espécies-alvos e a velocidade de liberação dos ingredientes ativos em condições de semi campo e campo (MATTOSO et al., 2005; DEVI; MAJI, 2011; FERREIRA et al., 2012; PERLATTI et al., 2013).

O processo tecnológico responsável pela produção de micro/nanopartículas é conhecido como micro/nanoencapsulação. Este consiste em envolver, com um fino filme de uma matriz qualquer, pequenas gotículas de certa substância ativa, sendo esta chamada de núcleo (GHARSALLAOUI et al., 2007). Nas micro/nanocápsulas o núcleo, composto pela substância ativa, apresenta ao seu redor um invólucro da matriz utilizada na encapsulação. Por outro lado, nas micro/nanoesferas o princípio ativo encontra-se disperso, seja por retenção ou adsorção à matriz (SCHAFFAZICK et al., 2003; SILVA et al., 2003).

Dentre as plantas que apresentam potencial para o controle de pragas estão às espécies da família Annonaceae, constituída por cerca de 100 gêneros e aproximadamente 2.300 espécies, que além de sua importância na alimentação e na medicina popular, apresentam propriedades inseticidas (CHATROU et al., 2012). Os estudos sobre a fitoquímica e atividade biológica das anonáceas estão sendo intensificados devido à presença das acetogeninas, que são uma classe de compostos com ampla atividade biológica (MATSUMOTO et al., 2010), tais como citotóxica, imunossupressora, inseticida, antiparasitária e antimicrobiana (LIMA; PIMENTA; BOAVENTURA, 2010).

A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae), é um microlepidóptero que está presente em quase todas as regiões produtoras de brássicas e em praticamente todo período de cultivo da planta. Dentre as características que dificultam seu controle, está a sua capacidade de migração, fácil adaptação ao ambiente, alta fecundidade e ciclo curto e ao fato das lagartas perfurarem as folhas diminuindo sensivelmente o valor comercial do produto (CASTELO BRANCO et al, 2001).

Assim, a microencapsulação do extrato etanólico da semente de *A. muricata*, pode fornecer uma formulação com um sistema de liberação lenta e controlada do extrato microencapsulado, como forma de aumentar a eficiência do ingrediente ativo aplicado no manejo de *P. xylostella*.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Aspectos gerais de *Plutella xylostella*

A traça-das-crucíferas *P. xylostella* é considerada a praga de maior importância para o cultivo de brássicas no Brasil e no mundo, devido aos sérios danos causados às plantas, ocasionando enormes perdas na produção (CASTELO BRANCO; FRANÇA, 2001). Os danos causados pela traça-das-crucíferas geram um prejuízo mundial de 4 a 5 bilhões de dólares anualmente, desses, 1,4 bilhão é referente ao controle dessa praga. Além disso, é considerado o microlepidóptero com a maior distribuição geográfica (FURLONG; WRIGHT; DOSDALL, 2013)

No Brasil, a traça-das-crucíferas tem sido verificada durante todo o ano (CASTELO BRANCO; GUIMARÃES, 1990; BARROS et al., 1993; MELO; CASTELO BRANCO; MADEIRA, 1994; LOGES, 1996) e é alvo de muitas pesquisas em todas as regiões produtoras de brássicas, tendendo a obtenção de táticas de controle tecnicamente mais apropriadas, economicamente satisfatórias e ecologicamente corretas.

A depender da região geográfica e época do ano, a infestação da *P. xylostella* em brássicas pode ser, tanto nas folhas novas quanto nas velhas, ocasionando uma redução no crescimento da planta, na área foliar e, conseqüentemente, interferindo na produção final (MAHAR et al., 2004; CZERPAK et al., 2005). A traça-das-crucíferas provoca severos danos às plantas, especialmente em épocas secas do ano, provocando perdas totais nos campos de produção (CASTELO BRANCO; VILLAS BOAS, 1996). O dano é agravado porque ela ataca principalmente a folhagem, exatamente o que se retira para a comercialização.

A traça-das-crucíferas é um inseto de ciclo de vida curto, cuja temperatura é fator determinante, pois em condições mais quentes o ciclo pode se dar em apenas 12 dias, e em condições frias, esse período pode variar de 15 a 20 dias. O número de gerações é em torno de cinco a dez por ano, dependendo das condições climáticas e da disponibilidade de alimento, o que faz com que as populações dessa praga variem muito de um ano para outro (CASTELO BRANCO; FRANÇA; VILLAS BÔAS, 1997; DIAS et al., 2004).  
Aaaa'

Os ovos da *P. xylostella* são alaranjados, elípticos, aplanados e com presença de relevos ondulados. Os ovos são depositados na parte abaxial das folhas podendo se encontrar isolados ou em grupos de dois ou três. Após a eclosão, as lagartas de primeiro

ínstar “minam” as folhas, alimentando-se do parênquima por dois ou três dias. Em seguida, abandonam as “minas” e passam a alimentar-se da epiderme, perfurando as folhas deixando-as inutilizadas para o comércio. As lagartas atingem o máximo desenvolvimento com 8 a 10 mm de comprimento, após nove ou dez dias da eclosão (BIOCONTROLE, 2017). Devido ao hábito alimentar do 1º estágio larval de se encontrar protegida no interior das folhas, seu controle é dificultado, uma vez que o inseticida não consegue entrar em contato direto com a lagarta. Quando completam o desenvolvimento larval, empupam no interior de um pequeno casulo de seda produzido pela lagarta, na face inferior das folhas (IMENES et al., 2002).

As lagartas de *P. xylostella* são esbranquiçadas com a cabeça preta, adquirindo posteriormente uma coloração verde-clara com a cabeça parda. Quando perturbadas, tendem a se contorcerem e recuarem, podendo até cair das folhas. Quando isso ocorre, elas ficam penduradas por um fio de seda, por onde retornam à folha (MONNERAT, 1995).

Ao se transformarem em pupas, tecem um pequeno casulo, facilmente reconhecido por ser constituído de pequenas malhas, na face inferior das folhas. Após cerca de quatro dias de pupa, emerge o adulto. Nos machos a margem posterior das asas anteriores é branca e na posição de repouso forma uma mancha alongada característica sobre a face dorsal (MONNERAT, 1995; BIOCONTROLE, 2017). Os adultos são mais ativos no final da tarde e início da noite, é nesse momento quando ocorre o acasalamento e a postura, onde a fêmea pode colocar os ovos por até quatro dias (HARCOURT, 1954).

Para o controle de *P. xylostella* muitos agricultores utilizam intensivamente produtos químicos para suavizar os danos causados por esse inseto (SARFRAZ; KEDDIE, 2005). No entanto, o uso dos agroquímicos, de forma indiscriminada, têm provocado problemas ao meio ambiente, devido à sua toxicidade, facilitando assim a seleção de populações de insetos mais resistentes e também afetando não só as pragas alvo como também espécies benéficas (VILLAS BOAS; CASTELO BRANCO; GUIMARÃES, 1990; GONÇALVES, 1997; TORRES, 2000). Esses produtos, também têm possibilitado a contaminação das culturas com resíduos tóxicos prejudicando a saúde humana e animais (OLIVEIRA; VENDRAMIM; HADDAD, 1999).

## **2.2 Métodos de controle de *Plutella xylostella***

Um dos grandes entraves para o controle da traça-das-crucíferas deve-se a determinadas características intrínsecas da praga como: a capacidade de se adaptar em

diferentes ambientes, alta proliferação, gerações curtas e alta capacidade migratória. Além destes aspectos, deve-se mencionar que a cerosidade das folhas das brássicas torna a ação dos inseticidas pouco eficientes e que a praga tem capacidade de desenvolver resistência aos mesmos (CASTELO BRANCO e GATEHOUSE, 1997). O controle apenas biológico ou químico não é o suficiente, logo uma combinação dessas e outras táticas são necessárias (MAU; KESSING, 2007).

Entre os métodos de controle de pragas, podemos destacar: os métodos legislativos; mecânicos; culturais; comportamental; biológico; autocida; químico e resistência de plantas (GALLO et al. 2002).

### 2.2.1 Controle Biológico

O controle biológico proporciona uma alternativa para o controle sustentável (GODONOU et al., 2009). Esse método pode ser realizado através da utilização de predadores como o predador *Ceraeochrysa claveri* (Navás, 1911) (Neuroptera: Chrysopidae) (ALMEIDA et al., 2009) ou de parasitoides, como *Trichogramma westwood* (Hymenoptera: Trichogrammatidae) e *Oomyzus sokolowskii* (Kurdjumov, 1912) (Hymenoptera: Eulophidae) (CASTELO BRANCO; MEDEIROS, 2001; (PEREIRA et al., 2007; PRATISSOLI et al., 2008), este último é considerado um importante agente de controle natural em várias regiões produtoras (FERREIRA; BARROS; TORRES, 2003; TORRES; BARROS; TORRES, 2009) e agentes microbianos, como o fungo *Beauveria bassiana* (Vuillemin, 1912) (GODONOU et al., 2009) além de nematoides entomopatogênicos pertencentes aos gêneros *Steinernema* e *Heterohabditis* (Razek e Gowen, 2002). Os inimigos naturais de *P. xylostella* ocorrem espontaneamente reduzindo populações da praga, desempenhando importante papel no controle biológico natural.

Em diferentes partes do mundo são conhecidos mais de 90 parasitoides da traça-das-crucíferas, muitos dos quais ocorrem naturalmente junto à praga. Muitas pesquisas relatam os altos níveis de parasitismo, mantendo baixos os níveis da traça-das-crucíferas em muitas partes do mundo (WATERHOUSE, 1987). No Brasil, vários parasitoides são encontrados em campos de produção de brássicas parasitando *P. xylostella*, sendo comuns *Diadegma* sp., *Apanteles* sp. e *Cotesia plutellae* (Kurdjumov, 1912) (Hymenoptera: Braconidae) (MONNERAT et al., 2000).

As espécies de parasitoides que possuem potencialidade para o controle de *P. xylostella* são *Diadegma semiclausum* (Hellen, 1949) (Hymenoptera: Ichneumonidae), que é parasitoide de larva e pupa, *Diadromus collaris* (Gravenhorst, 1829) (Hymenoptera: Ichneumonidae), parasitoide de pupa, *Cotesia vestalis* (Haliday, 1834) (Hymenoptera: Braconidae), um parasitoide de larva, *O. sokolowskii*, parasitoide de larva e pupa, dentre muitos outros (FURLONG; WRIGHT; DOSDALL, 2013).

Quanto às pesquisas voltadas ao estudo com insetos predadores ainda é bastante escassa para o controle de *P. xylostella* (FURLONG, WRIGHT e DOSDALL, 2013). O motivo dos mesmos serem pouco estudados está relacionado ao fato do problema de se avaliar ecologicamente a contribuição desses predadores no controle de *P. xylostella*. Ninfas e adultos do percevejo *Podisus nigrispinus* (Dallas, 1851) (Hemiptera: Pentatomidae) alimentaram-se de lagartas de primeiro ínstar de *P. xylostella* quando submetidas a teste de predação. No entanto, quando os ovos da presa foram ofertados estes não foram consumidos pelos percevejos (VACARI et al., 2013).

Estudos em laboratório com fungos entomopatogênicos mostraram que *B. bassiana* é virulento a *P. xylostella*, proporcionando concentração letal (CL<sub>50</sub>) para o isolado ESALQ-447 de 8,6 x 10<sup>6</sup> conídios.mL<sup>-1</sup> (SILVA et al., 2003). Em teste de campo, *B. bassiana* controlou a traça-das-crucíferas, proporcionando menor número de lagartas vivas por planta e maior peso médio das cabeças de repolho de aproximadamente três vezes (GODONOU et al., 2009).

Em outro estudo realizado por Godonou et al. (2009), observaram que lagartas da traça-das-crucíferas quando expostas a folhas de couve mergulhadas em suspensão de conídios (10<sup>8</sup> conídios.mL<sup>-1</sup>) de oito isolados dos fungos *B. bassiana* e *Metarhizium anisopliae* (Metsch.) Sorok por um minuto. Foi observada mortalidade variando de 20 a 94%, sendo os isolados Bba5653 de *B. bassiana* e Ma182 de *M. anisopliae* os que causaram maior mortalidade larval, 94 e 90%, respectivamente, sendo a maior mortalidade confirmada observada para o isolado Bba5653 (31%). Com nematoides entomopatogênicos, Razek e Gowen (2002) observaram que a combinação de nematoides dos gêneros *Steinernema* e *Heterohabditis* com extrato de plantas de nim pode ser favorável para o controle de *P. xylostella*.

### 2.2.2 Controle Cultural

Um dos grandes problemas para o controle da traça-das-crucíferas se deve, sobretudo ao fato de geralmente as áreas de cultivo serem pequenas e cultivadas o ano todo com plantas de diferentes idades. Isso permite a multiplicação da praga nos locais de cultivo. Os plantios sucessivos de brássicas devem ser evitados, a fim de não fornecer hospedeiros para a *P. xylostella* continuamente (CASTELO BRANCO; FRANÇA; VILLAS BOAS, 1997). Durante os períodos de chuva e alta umidade, quando existem gotículas de água, mais da metade das três primeiras fases larvais morrem por afogamento (WATERHOUSE, 1987). A irrigação por aspersão efetuada durante a noite reduz o acasalamento e pode contribuir para diminuir a população da praga na área. Irrigações efetuadas durante o dia podem contribuir para a redução da população da traça-das-crucíferas através da remoção dos ovos na planta (OLIVEIRA, 2000). Os restos culturais devem ser removidos imediatamente após a colheita das culturas para ajudar a evitar a permanência do inseto e posteriores migrações para plantas jovens em áreas adjacentes (MAU; KESSING, 2007).

### 2.2.3 Controle Comportamental

O Japão, China, Malásia, Canadá, Estados Unidos e Costa Rica através da realização de estudos de comportamento de insetos, evidenciaram que é possível fazer o monitoramento da traça-das-crucíferas com o uso de armadilhas com feromônio sexual. Baker; Shelton; Andarolo (1982) estudaram populações de *P. xylostella* que foram monitoradas através de armadilhas de feromônio em culturas de repolho em Nova York, correlacionando os adultos capturados com a subsequente presença de larvas na cultura.

A eficácia do feromônio sexual sintético de *P. xylostella* em Kyushu, através da contagem de adultos capturados nas armadilhas e presença de lagartas vivas na cultura foi considerada uma técnica eficiente para o controle da praga (TANAKA et al. 1990). Segundo Iwata; Takahashi; Kanai (1991), o emprego de feromônio sexual sintético interfere nos acasalamentos de *P. xylostella*, obtendo assim, redução nos prejuízos na cultura de repolho no Japão. MCLAUGHLIN; MITCHELL; KIRSCH (1994) observaram que a interferência nos acasalamentos de *P. xylostella* com o uso de armadilhas de feromônio sexual sintético pode ser eficiente para proteção da cultura de repolho em áreas menores que oito hectares na Flórida.

#### 2.2.4 Controle por Resistência de Plantas

A estratégia de resistência de plantas para a traça-das-crucíferas tem sido analisada com base em duas características principais: a cerosidade da superfície foliar, determinada pelo teor de alcano e o teor de sinigrina presente nas folhas (EIGENBRODE; SHELTON; DICKSON, 1990; EIGENBRODE et al., 1991; SPENCER, 1996; SPENCER; PILLAI; BERNAYS, 1999; ULMER et al., 2002; THULLER; BORTOLI; HOFFMAN-CAMPO, 2007). Os glicosinolatos são compostos que atuam como metabólitos secundários de plantas, consistindo numa barreira química em resposta a desafios bióticos, reduzindo o dano causado por fitopatógenos, insetos-praga, invertebrados aquáticos, pássaros e alguns mamíferos (HALKIER; GERSHENZON, 2006; HOPKINS; VAN DAM; VAN LOON, 2009).

Os mecanismos de ação dos glicosinolatos não são completamente conhecidos, todavia, acredita-se que sua toxicidade esteja associada à sua reação com grupos amino e sulfidrilas das proteínas (KAWAKISHI; KANEKO, 1987). As plantas respondem à injúria provocada por insetos pelo acúmulo de altos níveis de glicosinolatos a nível sistêmico, aumentando sua resistência a ataques subsequentes (AGRAWAL et al., 2002; MEWIS et al., 2005; VAN DAM; RAAIJMAKERS; VAN DER PUTTEN, 2005).

#### 2.2.5 Controle Químico

O controle químico é o método mais utilizado para suprimir populações de *P. xylostella*. Sendo realizado muitas vezes de forma preventiva, por meio de produtos não seletivos em regime de aplicação de uma a duas vezes por semana (MAZLAN; MUMFORD 2005; GRZYWACZ et al., 2010), resultando no gasto de 1,4 bilhão de dólares anualmente para o controle ao se considerar o regime de aplicação semanal (ZALUCKI et al., 2012). Apesar das alternativas utilizadas para minimizar as injúrias causadas por *P. xylostella*, o principal método utilizado pelos agricultores, por sua eficácia e facilidade de execução, ainda continua sendo o controle químico (FRANÇA et al., 1985; MEDEIROS; BOIÇA JÚNIOR; TORRES, 2005), que tem como consequência do uso indiscriminado: o aumento da poluição ambiental, alteração nas populações de inimigos naturais, problemas na saúde do agricultor e a seleção de populações resistentes da praga em campo (GEORGHIOU, 1983), ocasionada, principalmente, pela alta pressão de seleção dos inseticidas (OLIVEIRA, 2009). Segundo Georghiou (1983), a resistência de insetos a inseticidas pode ser considerada um dos mais sérios problemas enfrentados na agricultura.

Segundo Vasquez (1995), a traça-das-crucíferas é a segunda praga mais resistente do mundo a inseticidas. Pesquisas sobre resistência a inseticidas em *P. xylostella*, mostram que este inseto já adquiriu resistência a aproximadamente 76 compostos químicos (WHALON, 2008). As classes de inseticidas geralmente utilizadas pelos agricultores no controle de *P. xylostella* incluem, organoclorados, organofosforados, carbamatos e piretroides (CASTELO BRANCO; FRANÇA; VILLAS BOAS, 1997; CASTELO BRANCO, 1998; LIU; SPARKS; CHEN, 2003; FURLONG; WRIGHT; DOSDALL, 2013).

No Brasil existem vários produtos registrados para o controle dessa praga em algumas culturas como: agrião (*Nasturtium officinale* R. Br.), alface (*Lactuca sativa* L.), alfafa (*Medicago sativa* L.), brócolis (*Brassica oleracea* var. *Italica*), beterraba (*Beta vulgaris* L.), couve (*Brassica oleracea* var. *Acephala*), chicória (*Chicorium intybus* L.), couve-flor (*Brassica oleracea* var. *Botrytis*), algodão (*Gossypium hirsutum* L.), canola (*Brassica napus* L.), couve-de-bruxelas (*Brassica oleracea* var. *Germmifera*), couve-chinesa (*Brassica rapa* var. *Pekinensis*) e repolho (*Brassica oleracea* var. *Capitata*) (AGROFIT, 2018).

### **2.3 Aspectos gerais sobre o uso de Plantas Inseticidas**

As plantas com atividade inseticidas utilizadas no controle de pragas são representadas, especialmente por extratos aquosos e pós secos, os quais são produzidos nas propriedades rurais, a partir de espécies disponíveis localmente, colaborando, dessa forma, para a diminuição da dependência tecnológica dos pequenos agricultores (MENEZES, 2005). O fato dos produtos naturais serem considerados seguros, quando comparados aos sintéticos, tem gerado grandes incentivos para o desenvolvimento e síntese de novos inseticidas botânicos. De tal forma, apesar dessa afirmação não ser amplamente esclarecida em estudos científicos, o mercado admite preços especiais para produtos com certificação orgânica ou naturalmente produzidos (VILELA; DELLA LUCIA, 2001).

Muitas plantas são ricas em substâncias bioativas, que são, frequentemente, ativas contra um número limitado de espécies. Algumas não específicas, muitas vezes são biodegradáveis e apresenta baixa ou nenhuma toxicidade a mamíferos. Assim, o estudo pode acarretar no desenvolvimento de novas classes de agentes de controle mais seguras (KIM et al., 2003).

A utilização de plantas com propriedades inseticidas apresentam inúmeros benefícios quando comparada ao emprego de produtos químicos sintéticos, pois, os compostos naturais são obtidos a partir de recursos renováveis, sendo rapidamente degradáveis e, ainda, são de fácil acesso e obtenção para os agricultores, o que representa um menor custo de produção (ROEL, 2001). Além disso, a seleção de populações resistentes de insetos a essas substâncias, constituídas pela associação de vários princípios ativos, é um processo lento. Somado a isso, em contraponto aos dados que elevam o consumo brasileiro no ranking dos agrotóxicos sintéticos, o Brasil é também o país com a maior diversidade genética vegetal do mundo, contando com mais de 55.000 espécies catalogadas, de um total estimado entre 350.000 e 550.000 (SIMÕES et al., 2007). Existe uma enorme quantidade de plantas possuidoras de atividade inseticida, e muitas carecem de ser estudadas, principalmente em propriedades agrícolas, como forma alternativa de controle de pragas (MENEZES, 2005).

Muitos compostos provenientes de plantas têm demonstrado amplo potencial para a utilização no manejo de populações de artrópodes-praga, por meio de preparações caseiras para uso direto na propriedade ou para o desenvolvimento de novos inseticidas sintéticos (VENDRAMIM; CASTIGLIONI, 2000; ISMAN, 2006).

Segundo Dixon e Strack (2003), mais de 200 mil metabólitos são conhecidos, entretanto, acredita-se que esse número represente apenas 10% da possível riqueza desses compostos existentes da natureza. A despeito dos benefícios confirmados, os inseticidas botânicos exibem algumas desvantagens como necessidade de emprego de composto sinérgico, baixa persistência, carência de pesquisas, escassez do recurso natural, necessidade de padronização química e controle de qualidade, dificuldade de registro e custo (ISMAN, 2000; COSTA; SILVA; FIUZA, 2004; MENEZES, 2005).

#### **2.4 Plantas Inseticidas no Controle de *Plutella xylostella***

O uso de produtos alternativos com extratos vegetais vem sendo estudado para minimizar o uso dos inseticidas químicos. A utilização de diferentes partes de plantas consiste num excelente recurso que pode vir a ser utilizado devido ao baixo custo, fácil emprego, diminuição de problemas ambientais e por constituir importantes agentes no controle de pragas, inclusive *P. xylostella* (Shin-Foon; Yu-Tong 1993), além disso, este método pode favorecer principalmente o pequeno agricultor, já que é de fácil utilização, não exigindo pessoal qualificado, mais baratos, e podem ser produzidos na própria propriedade, facilitando a sua utilização (MAZZONETTO; VENDRAMIM, 2003;

MARQUES; MONTEIRO; PEREIRA, 2004), Segundo Torres; Barros; Pereira (2001) a suscetibilidade de insetos aos aleloquímicos extraídos de vegetais depende do órgão e da espécie vegetal, forma de extração e espécie do inseto.

Muitos dos trabalhos sobre a ação de extratos vegetais para o controle de *P. xylostella* estão voltadas para interferência no desenvolvimento desta praga (MEDEIROS et al., 2002a), sendo estes estudos direcionados para o efeito da ação ovicida, repelência e determinação da Concentração Letal Média (CL<sub>50</sub>) (TORRES et al., 2002 a; TORRES et al., 2002 b; MEDEIROS et al., 2002b), além da avaliação da ação sistêmica dos ingredientes ativos dos extratos de plantas como o nim, *A. indica* A. Juss (Meliaceae) (ALMEIDA JÚNIOR; BOIÇA JÚNIOR; TORRES, 2002).

Torres et al. (2006), ao avaliarem a ação de extrato aquoso de nim, sobre a biologia de *P. xylostella*, constataram que a CL<sub>50</sub> foi de 0,06% para lagartas de primeiro ínstar, enquanto a dose letal desse mesmo extrato foi de 0,60% m/v. Sharma et al. (2012), em estudos mais recentes, também avaliaram extratos de plantas para o controle de *P. xylostella*, e observaram que os extratos de *Spilanthes acmella* (Linnaeus, 1767) (Asteraceae) obtidos de diferentes solventes (hexano, metanol e acetato de etila) apresentaram interferência na biologia de *P. xylostella*, concluindo que em todos os casos obtiveram resultados promissores, com a CL<sub>50</sub> de 1,5 µg.L<sup>-1</sup> para o acetato e 5µg.L<sup>-1</sup> para os demais extratos.

Torres (2000), também avaliando o efeito de extratos aquosos de plantas sobre a *P. xylostella*, observou que a oviposição da praga foi diretamente correlacionada com o aumento das concentrações dos extratos, variando de 8 a 14%, independentemente da espécie vegetal utilizada, e que o efeito repelente se acentua com a quantidade de substâncias bioativas extraídas e existentes em cada extrato; os extratos de *Aspidosperma pyriforme* Mart, *A. indica* e *Cissampelos* aff. *glaberrima* foram os mais repelentes.

Boiça Junior et al. (2005), também analisando o efeito de extratos aquosos de plantas no desenvolvimento de *P. xylostella*, com aplicação dos extratos na concentração de 10% sobre discos de folha de couve, concluíram que os extratos de *Sapindus saponaria*. (frutos), *Tradescantia pallida* (ramos), *Enterolobium contortisilliquum* (Vell.) *Morong* (frutos) e *Nicotiana tabacum* L. (folhas), proporcionaram 100% de mortalidade das larvas dessa praga e a causada pelo extrato dos frutos de *S. saponaria* foi superior ao das folhas, com valores de 100,0% e 62,5%, respectivamente.

A utilização de extratos de plantas surge como uma alternativa para o manejo integrado de pragas (MIP) e que, associado a outras práticas, pode contribuir para a

redução de doses e aplicações de inseticidas químicos sintéticos, que apresentam problemas aos organismos benéficos e ao meio ambiente (MACHADO et al., 2007).

## 2.5 ANONÁCEAS

### 2.5.1 Importância Econômica das Anonáceas

A família Annonaceae é constituída por cerca de 120 gêneros e 2.300 espécies (BRAGA SOBRINHO, 2010; CHATROU et al., 2012). Essas plantas conglomeram um grupo de frutíferas de importância econômica em diferentes países como Chile, México, Austrália e Brasil (KAVATI, 1992).

São registrados 29 gêneros no Brasil, com aproximadamente 260 espécies, apresentando algumas de importância econômica. Entre as espécies de maior importância comercial destacam-se a graviola (*Annona muricata* L.), pinha (*Annona squamosa* L.), cherimóia (*Annona cherimoia*, Mill.) e a atemóia, híbrido a *A. cherimoia* e *A. squamosa*. No Brasil, estas plantas são cultivadas desde o norte do país até o estado de São Paulo, mas foi na região semiárida do nordeste que o cultivo destas fruteiras se espalhou. Em diversos países, algumas anonáceas também são empregadas, pelas populações rurais, como controladoras da fertilidade, para produzir esterilidade temporária, sendo muito comum, inclusive no Brasil, o uso do extrato de sementes de *A. squamosa* como abortivo (DAMASCENO et al., 2002). A família Annonacea é considerada uma importante família de planta da flora nacional, com espécies produtoras de frutos para consumo *in natura* e para uso na medicina popular (CHATROU; RAINER; MAAS, 2004; LEMOS, 2011).

Segundo Braga Sobrinho (2010), estima-se que haja em torno de 10.000 hectares de pinha, 2.500 hectares de graviola, 1.000 hectares de atemóia e 120 hectares de cherimóia no Brasil. Em 2005 foram comercializadas 2.727 toneladas de pinha e 1.719 toneladas de atemóia a um preço médio de R\$ 14,00 a caixa de pinha com 3,7kg enquanto que a atemóia variou entre 12,50 e 21,00 reais a caixa.

Até às últimas décadas do século XX, as anonáceas foram consideradas frutas de pouca importância econômica no Brasil. Somente a partir da década de 1980, deu início uma demanda de mercado para a pinha e a graviola. Neste período, somente alguns Estados do Nordeste (Alagoas, Bahia, Ceará e Pernambuco) e Sudeste (São Paulo) possuíam uma significativa produção de pinha (LEMOS, 2014).

A graviola (*A. muricata*) é uma planta originária da América Central, podendo ser encontrada em quase toda faixa equatorial do planeta, essa planta foi introduzida no Brasil

pelos portugueses no século XVI, e atualmente os maiores produtores dessa planta são Bahia e São Paulo (BRAGA SOBRINHO, 2010).

A gravioleira é uma árvore que pode chegar a aproximadamente 8 metros, exibindo folhas verde escuras, grandes e brilhantes, com fruto comestível (NAWWAR et al., 2012). A planta encontra-se presente em quase todos os países da América tropical, apesar de não ser nativa do Brasil, é uma planta cultivada praticamente em todos os Estados do Norte e Nordeste (SOUZA et al., 2003). A graviola é a mais tropical das Annonaceae, sendo de simples adaptação ao Semiárido nordestino, em cultivo irrigado, o que permite sua produção e comercialização, especialmente pelo potencial econômico (RAMOS et al. 2001).

No século XXI, a graviola despontou-se nos estados de Alagoas, Bahia, Ceará e Pernambuco como uma opção atraente para a pequena agroindústria de polpas congeladas e de outros produtos industrializados, tais como: sorvetes, sucos, néctares, bebidas lácteas, etc. Seu cultivo ampliou-se para outras regiões do Brasil e passou a ser uma opção interessante para inúmeros produtores (LEMOS, 2014).

Todas às partes da planta são utilizadas como fitoterápicos (SILVA e GARCIA, 1999). Comumente, a fruta e o suco são consumidos para elucidar problemas com parasitas, para melhorar os sintomas de febre, diarreia e disenteria. As sementes são usadas também contra parasitas. A casca, folhas e raízes são consideradas antiespasmódico, hipotensor, sedativo e podem ser empregadas também no controle da diabetes. A graviola está sendo largamente negociada como um popular adjuvante natural na terapia contra o câncer (TAYLOR, 2002), fato esse que pôde ser comprovado cientificamente (RIESER et al., 1996; LIAW et al., 2002; MELO et al., 2010; TORRES et al., 2012; PIEME et al., 2014).

Sabe-se que nas indústrias alimentícias utiliza-se apenas a polpa e ocorre o descarte das sementes de graviola. Portanto, a semente de *A. muricata* se torna uma matéria prima de fácil acesso, grande quantidade e sem custo de aquisição. Uma vez comprovada sua eficiência no controle de pragas, se torna um inseticida botânico adequado à preservação do meio ambiente.

### **2.5.2 Anonáceas com Ação Inseticida**

Várias pesquisas comprovam que além da importância na alimentação e na medicina popular, as anonáceas apresentam propriedades inseticidas (CHIEN-YIH LIN et al. 2009). De 29 espécies de anonáceas, 14 gêneros apresentam propriedades

inseticidas, principalmente as espécies dos gêneros *Anaxagorea*, *Artabotrys*, *Cananga*, *Cleistopholis*, *Monodora*, *Oxandra*, *Pachypodanthium*, *Polyathia*, *Popowia*, *Xylophia*, *Asimina*, *Goniothalamus*, *Rollinia* e *Annona* (HERNÁNDEZ; ANGEL, 1997).

Na literatura constam várias pesquisas que destacam ação inseticida das anonáceas tanto no controle de pragas urbanas, quanto agrícolas, com as principais ordens de insetos consideradas pragas, com destaque para as ordens Coleoptera (16 espécies), Diptera (17 espécies), Lepidoptera (19 espécies), Hemiptera (11 espécies) e Blattodea (2 espécies) (KRINSKI et al., 2014).

Foram descritas as presenças de propriedades antivirais e antibacterianas, e inseticidas advindas da gravioleira (TRINDADE et al. 2011; RAGASA et al., 2012), como também antimaláricas (RAZAK et al., 2014) antiinflamatórias (ISHOLA, et al., 2014), antidiabéticas (NGUEGUIM, et al., 2014). Isso muito possivelmente se explica graças à descoberta das acetogeninas (SANTOS e SANT'ANA, 2001), como também outras classes químicas, o que é o caso de alcaloides, como a "anonina", "muricina" e a "muricinina", oriundos da casca do tronco e das sementes da planta (SILVA e GARCIA, 1999). Dentre os compostos naturais isolados a partir do extrato bruto da gravioleira têm-se destaque as acetogeninas por apresentarem uma ampla atuação biológica, tais como: imunossupressoras, antiparasitária, citotóxica, antimicrobiana, pesticida e antitumoral (MORALES, et al., 2004).

Hemalatha et al. (2001) examinaram extratos foliares de *A. squamosa* e relataram a atividade antimicrobiana contra infecções microbianas comuns em legumes, atividade inseticida sobre o besouro, *Callosobruchus chinensis* Mehra (1988) (Coleoptera: Bruchidae) e constataram ainda a eficácia da atividade inseticida contra larvas e pupas do mosquito *Culex quinquefasciatus* (Say, 1823) (Diptera, Culicidae).

Asmanizar e Idris (2012) analisaram o extrato de *A. muricata* e *Jatropha curcas* (Euphorbiaceae) nas concentrações de 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 e 20,0% contra o coleóptero de grãos armazenados *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1885 (Coleoptera: Curculionidae), entretanto, apenas as maiores concentrações dos extratos (5,0; 10,0 e 20,0 %) alcançaram mortalidade elevada.

De acordo com Broglio-Micheletti et al. (2009), em experimento conduzido em laboratório para o controle de *Rhipicephalus (Boophilus) microplus*, o extrato alcoólico das sementes de *A. muricata* (2%) apresentou uma eficácia de 100%. Já o efeito do extrato etanólico de *A. muricata* (5 mg.mL) causou 100% de mortalidade em lagartas de *P. xylostella*, quando expostas por um período de até 12 dias, e as concentrações mais baixas,

também se observou que a viabilidade das lagartas foram reduzidas (TRINDADE et al., 2011).

O extrato etanólico de sementes de *A. coriacea* é capaz de interromper o desenvolvimento de ninfas e adultos de *Rhodnius neglectus* Lent, 1954 (Hemiptera: Reduviidae). As concentrações de 25, 50, 100 e 200 mg/mL causaram de 90 a 100% de mortalidade em adultos. Para as ninfas, as concentrações maiores de 100 e 200 mg/L causaram mortalidade de 80,0 e 93,3%, respectivamente. Nas concentrações mais baixas as ninfas apresentaram anormalidades morfológicas (CARNEIRO; PEREIRA; GALBIATI, 2013).

Dill; Pereira; Costa (2012), também estudando extratos de *A. coriacea*, contra larvas do mosquito *Aedes aegypti* Linnaeus 1762 (Diptera: Culicidae) nas concentrações de 50 e 100 ppm, com avaliações semanais, observaram que o uso do extrato a 100 ppm apresentou mortalidade de 100% nas larvas aos 15 dias.

Omena et al. (2007) avaliaram extratos etanólicos das sementes de *Annona glabra* Linneau, Annonaceae e da casca da raiz de *Annona crassiflora* Mart. sobre *A. aegypti*, constataram que as maiores atividades larvicidas em *A. aegypti* apresentaram valores de  $CL_{50}$  de 0,06 e 0,71  $\mu\text{g mL}^{-1}$ , respectivamente. Estes valores são menores do que a  $CL_{50}$  (8,54  $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) do extrato de raiz de *Derris* sp. que contém os inseticidas naturais potentes, como a rotenona.

Em trabalho realizado com extratos de *A. muricata*, *A. diversifolia* Saff. E *A. lutescens* Saff. (Annonaceae) no controle de *Anastrepha ludens* Loew, 1873 (Diptera: Tephritidae), analisaram a ação *in vitro* e após 72 horas de exposição, observaram uma mortalidade de 87,0 a 94,0 % com os extratos de *A. lutescens*, 70,0 a 90,0 % com *A. diversifolia* e 63,0 a 74,0% com *A. muricata*, em quatro concentrações 1, 10, 100 e 1000  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  (GONZÁLEZ-ESQUINCA et al. 2012).

Apesar da ampla ação biológica das plantas inseticidas, estas ainda possuem algumas limitações, pelo fato de serem fotoinstáveis e termolábeis, limitando sua eficácia em campo, exigindo reaplicações em curtos intervalos de tempo, onerando os custos de produção.

Um dos recursos para reduzir esse problema é o encapsulamento dos compostos naturais em escala nanométrica (PERLATTI et al., 2013), o que, além de aumentar a ação residual, permite o domínio da liberação de ingrediente ativo (DEVI e MAJI, 2011), melhorando a eficiência e a persistência das formulações (MATTOSO et al., 2005).

## 2.6 Microencapsulamento

A definição de microencapsulação apareceu pela primeira vez em 1930 mediante o uso da técnica de *spray drying* (CHENG et al., 2008). Nessa época os pesquisadores Bungerburg de Jong e Kass desenvolveram um processo de microencapsulação de esferas de gelatina usando a técnica de coacervação (KUMAR et al., 2014). No entanto, foi em 1954 que a microencapsulação foi difundida como a tecnologia de empacotamento com finas coberturas poliméricas aplicáveis em sólidos, gotículas de líquidos ou material gasoso, formando pequenas partículas denominadas microcápsulas, que podem liberar seu conteúdo sob velocidade e condições específicas. Além disso, pode-se dizer que a microencapsulação é uma técnica antiga apesar disso ainda apresenta grande aplicação, sobretudo, nas áreas farmacêutica, alimentar, cosmética e dos agroquímicos (SUAVE et al., 2016).

Considera-se ainda, que a microencapsulação também é conceituada como um conjunto de diferentes técnicas que possibilitam o desenvolvimento de formulações, em que o seu conteúdo é protegido e sua liberação pode ser alterada com o objetivo de agir num determinado local, por certo período de tempo e a uma velocidade específica (SUAVE, et al., 2016).

O processo de microencapsulação serve para revestir partículas de uma determinada substância com uma película fina, ou seja, um filme de outro composto, geralmente polimérico (BANSODE et al., 2010; UMER et al., 2011). Afirma-se ainda, que se trata de um processo pelo qual as substâncias de interesse, designadas de compostos bioativos, são incorporados numa matriz ou num sistema de revestimento (TIWARI et al., 2012), obtendo-se micropartículas com um diâmetro que varia de 1 a 1000  $\mu\text{m}$  e são formadas por um material interno, o núcleo, onde se localiza o princípio ativo e por um material externo, a membrana, cujo papel passa pelo revestimento e proteção do material acondicionado na microcápsula (OBEIDAT, 2013).

Outro aspecto interessante a ser observado no procedimento é que as substâncias encapsuladas se apresentam normalmente no estado líquido ou sólido, podendo também ser um gás (FAVARO-TRINDADE, 2014). Ressalte-se que o material encapsulado é definido também como núcleo, material ativo ou fase interna; podendo ser aromas, compostos ativos, óleos essenciais ou microrganismos. Além disso, a matriz polimérica pode ser determinada como material de parede ou agente carreador e podem ser biopolímeros ou polímeros sintéticos (VASISHT, 2014).

Afirma-se ainda que a principal finalidade do processo de microencapsulação é resguardar e adiar reações indesejáveis no material do núcleo, uma vez que afastam parcialmente ou completamente o material encapsulado do meio externo (FERNANDES, 2013).

É importante ressaltar que para um processo de microencapsulação mais eficaz, a escolha do método de encapsulação depende de uma série de fatores tais como: tamanho de partículas requerido, propriedades físicas e químicas do núcleo e do material de parede, aplicação do produto final, mecanismos desejados de liberação, escala de produção e custo (GAONKAR et al., 2014).

A partir dessa tecnologia diversos produtos nanoestruturados foram desenvolvidos para serem usados com agentes ativos providenciados de extratos ou isolados de plantas e óleos essenciais para o controle de diversas pragas. Cita-se como exemplo, a aplicação eficiente do extrato de *A. indica* que é um dos compostos ativos mais citados na literatura. Vale ressaltar que os extratos das folhas ou o óleo essencial das sementes são vastamente usados no controle de pragas; entretanto, devido à sua sensibilidade a luz e temperatura, assim como fácil degradação por microrganismos, a azadiractina perde sua atividade em um curto período de tempo (KHATER, 2011).

Desse modo, o encapsulamento de inseticidas a base de extratos e óleos essenciais de plantas pode ser uma boa estratégia no controle de pragas e doenças, além de ser uma proteção para os agricultores ao atenuar o contato com agrotóxicos e diminuir o risco de contaminação (SARLAK et al., 2014). A produção e uso de polímeros (biopolímeros, polímeros biodegradáveis e polímeros verdes) nasce como mais uma alternativa ao nanoencapsulamento, a qual, devido sua viabilidade técnica e econômica, proporciona grande potencial de expansão (BRITO et al., 2011; ERBETTA et al., 2011). Existem várias técnicas usadas no processo de produção de micro e nanopartículas, dentre todas, as que mais se destaca é a de atomização ou *Spray Drying*.

### **2.6.1 Microencapsulação por *Spray Drying* ou Atomização**

Relativamente as técnicas de microencapsulação são agrupadas em três grandes grupos: químicas, físico-mecânicas e físico-químicas. Perante a vasta quantidade de técnicas possíveis para produzir microcápsulas, um dos fatores a levar em consideração na escolha do método é a natureza do princípio ativo (JYOTHI et al., 2010).

A técnica realizada *Spray Drying* ou Atomização baseia-se na pulverização de uma dispersão sólido-em-óleo ou de uma emulsão água-em-óleo numa corrente de ar

quente, onde está presente o material de parede levando assim à sua secagem e formação de microcápsulas (MAKADIA; SIEGEL, 2011). O processo de microencapsulação por *Spray Drying* é uma das técnicas de secagem mais utilizada na indústria de medicamentos, fitoterápicos e bioinsetidas, por sua estabilidade e possibilidade do controle das características do produto final (VOIGT, 2000).

Este processo é econômico (DUBEY et al., 2009), rápido, adequa-se facilmente à escala industrial (MAKADIA; SIEGEL, 2011) e permite encapsular materiais instáveis, uma vez que o tempo de secagem é reduzido (BANSODE et al., 2010). Apesar de ser usado para encapsular fragrâncias e óleos (DUBEY et al., 2009), estes podem se perder durante o processo, caso o ponto de ebulição seja muito baixo. Outra desvantagem é a possível adesão das microcápsulas às paredes do equipamento (CHENG et al., 2008).

As partículas sólidas e secas formam-se após o aprisionamento da solução que contém o princípio ativo na membrana (CHENG et al., 2008). Normalmente, o solvente usado depende da substância a encapsular, se esta é hidrofílica ou hidrofóbica. A natureza do solvente usado, a temperatura usada na evaporação do solvente no processo e o caudal de alimentação influenciam o tamanho final das microcápsulas (MAKADIA; SIEGEL, 2011).

O tamanho das microcápsulas pode variar de alguns poucos nanômetros até vários micrômetros; a forma também é bastante variável em função do método e do agente encapsulante usados para prepará-las. Além dos processos citados, existem outros em estudo, como a técnica de encapsulação utilizando CO<sub>2</sub> super crítico, a qual já apresentou excelentes resultados para encapsulação de fármacos e fitoterápicos, por exemplo (YEO; KIRAN, 2015).

Os mecanismos de liberação dos materiais ativos microencapsulados variam conforme a natureza do agente encapsulante, sendo que normalmente ocorrem devido a mecanismos como: variação de temperatura e de pH, solubilidade do meio, biodegradação, difusão, ruptura mecânica, permeabilidade seletiva e gradiente de concentração existente em relação ao meio de liberação (EZHILARASI et al., 2013). Cabe ressaltar que a espessura da cobertura da microcápsula pode ser modificada de forma que a estabilidade e a permeabilidade sejam alteradas (EZHILARASI et al., 2013).

### **2.6.2 Agentes Encapsulantes**

Quanto ao tipo e a natureza do material encapsulante estes podem ser considerados um dos fatores mais importantes no processo de encapsulação, pois uma má escolha pode

causar numa degradação mais rápida do material do núcleo. Esta preferência deve levar em consideração uma série de fatores, como: propriedades físicas e químicas do núcleo e do material de parede, como porosidade, solubilidade, viscosidade, propriedades mecânicas, transição vítrea, capacidade de formação de filme, compatibilidade do núcleo com a parede, mecanismo de controle e fatores econômicos. O material de parede precisa ser insolúvel e não reativo com o núcleo (BURNSIDE, 2014). Para que um biopolímero possa ser apropriado e usado em processos de microencapsulação de óleos de plantas inseticidas, é imprescindível que ele apresente propriedades emulsificantes e estabilizante (TELIS, 2012).

A escolha do agente encapsulante depende de uma série de fatores, entre eles a não reatividade com o material a ser encapsulado, o processo utilizado para a formação da microcápsula e o mecanismo de liberação ideal. Os agentes de encapsulação podem ser utilizados sozinhos ou em combinação e a composição ideal é definida para cada processo de microencapsulação particular (FERNANDES; CANDIDO; OLIVEIRA, 2012).

Muitos materiais podem ser utilizados como cobertura para as microcápsulas, dentre eles: goma arábica, ágar, alginato e carragena; os carboidratos, amido, amidos modificados, dextrinas e sacarose; as celuloses carboximetilcelulose, acetilcelulose, nitrocelulose; os lipídios parafina, mono e diacilgliceróis, óleos e gorduras; os materiais inorgânicos sulfato de cálcio e silicatos; as proteínas do glúten, caseína, gelatina e albumina são esses os agentes encapsulantes mais usados no processo de microencapsulação (JACKSON; LEE, 2012). Um único material encapsulante não engloba todas estas propriedades, por isso, na prática, utilizam-se combinações de materiais encapsulantes e/ou modificadores. Geralmente utilizam-se, agentes encapsulantes hidrocoloides como gelatina, gomas vegetais, amido ou amidos modificados e proteínas (SHAHIDI; HAN, 1993).

### **2.6.3 Maltodextrina**

O agente microencapsulante maltodextrina,  $[(C_6H_{12}O_5)_n H_2O]$ , é um polímero sacarídeo nutritivo, tem dextrose equivalente menor que 20, não doce que consiste de unidades Dglicose ligadas por cadeia  $\alpha$  1-4 (REINECCIUS et al., 2013). A maltodextrina possui uma média de 5 a 10 unidades de glicose/molécula. Apresenta-se como pó branco ou solução concentrada, formada pela hidrólise parcial do amido de milho com ácidos e/ou enzimas. Não possui propriedade emulsificante (hidrofílica e lipofílica), por isso

deve ser usada combinada com amidos modificados para estabilizar emulsões. Na encapsulação forma uma película protegendo o material volátil e mostra retenção na faixa de 65 a 80% do material e tem efeito antioxidante (ASCHERI; MARQUEZ; MARTUCCI, 2003).

A maltodextrina é usada como uma boa solução entre custo e eficácia na seleção de materiais de parede para encapsular, pois, tem baixa viscosidade em alta proporção de sólidos, eles são inodoro, incolor e de baixa viscosidade em altas concentrações e também permitem a formação de pó de fluxo livre sem mascarar o sabor original (GARCÍA et al., 2004), está disponível em diferentes pesos moleculares e são amplamente utilizados na indústria alimentar (MADENE, SCHER; DESOBRY, 2006; SÁENZ et al., 2009).

As maltodextrinas têm sido estudadas como possíveis substitutos para a goma arábica em emulsões atomizadas, devido à sua baixa viscosidade a altas concentrações (MÜLLER, 2011). Esses polímeros são os principais materiais de aplicação no processo de secagem por atomização, devido às suas características físicas, tais como solubilidade elevada e baixa viscosidade, mesmo quando se encontram em elevadas concentrações de sólidos (CANO-CHAUCA et al., 2005). Na encapsulação forma uma película protegendo o material volátil e mostra retenção na faixa de 65 a 80% do material e tem efeito antioxidante (DICKINSON, 2012).

#### **2.6.4 Amido**

O processo utilizado e a natureza do amido a ser hidrolisado possuem bastante influência na composição e propriedade do produto final (ROBIN et al., 2014). O amido é a principal substância de reserva nas plantas superiores, fornecendo de 70 a 80% das calorias consumidas pelo homem. Os depósitos permanentes de amido nas plantas ocorrem tanto nos órgãos de reserva quanto em grãos de cereais, como milho, arroz e trigo e em tubérculos e raízes, como batata e mandioca (LEONEL; CEREDA, 2002). Segundo Zhao e Whistler (1994) mostraram que os pequenos grânulos de amido têm a capacidade de combinar potencialmente em esferas porosas, quando secas por atomização, e com pequenas quantidades de agentes encapsulantes, tais como proteínas ou uma ampla gama de polissacarídeos que são solúveis em água. Assim, a modificação de grânulos de amido com a enzima amilase pode criar uma estrutura altamente porosa.

O amido tem capacidade de oferecer excelente propriedade emulsificante para uma grande variedade de mistura com voláteis, como ácidos graxos de cadeia curta, óleos essenciais cítricos, óleos vegetais e outros ativos, com a função estabilizadora para o

processo de secagem por atomização. O amido de milho modificado por inclusão de grupamento lipofílico tem se tornado um substituto de proteínas e da goma arábica, por custar, em média, três vezes menos, ser usado em menor quantidade (em peso), além de estar prontamente disponível (FINOTELLI, 2002).

O amido também tem a capacidade de formar emulsões finas, com a formação de película envolvente, proporcionando boa estabilidade. Estas características tornam esse polímero um bom agente encapsulante e promove máxima retenção de materiais bioativos no núcleo e na minimização da retenção destes na superfície das micro ou nanocápsulas na secagem por atomização (CHUMPITAZ, 1995).

### **2.6.5 Gelatina**

A gelatina é uma proteína derivada da hidrólise parcial do colágeno, que é o principal constituinte de peles de animais, ossos, tendões e tecido conectivo. É composta por 18 aminoácidos diferentes que estão unidos por ligações peptídicas na formação da molécula de gelatina, cujo peso molecular médio varia entre 20.000 a 250.000, dependendo do grau de hidrólise do colágeno (VOGLER, 2011).

As gelatinas comestíveis disponíveis comercialmente possuem em sua composição 84 a 90% de proteína; 2 a 4% sais minerais; e 8 a 12% água. Não contêm carboidratos, gorduras, colesterol ou purina e são livres de qualquer tipo de conservantes. A gelatina, como todas as proteínas, é composta de L-aminoácidos unidos por ligações peptídicas (VOGLER, 2011).

O conteúdo em aminoácidos da gelatina é, de cerca de 27% de glicina, 16% de prolina e 14% de hidroxiprolina; os 43% restantes são compostos por outros 17 aminoácidos. Esses números podem apresentar variações. A gelatina apresenta um teor particularmente alto em aminoácidos básicos e ácidos (VOGLER, 2011).

Dos aminoácidos ácidos (ácidos aspártico e glutâmico), cerca de 1/3 está presente na formação amida, como glutamina e asparagina. A cisteína, bem como o triptofano são totalmente ausentes; dos aminoácidos contendo enxofre, somente a metionina está presente em quantidade muito baixa (VOGLER, 2011).

A ligação peptídica é obtida pela eliminação de água, condensando um grupo carboxila de um aminoácido com o grupo amina de outro aminoácido. O dipeptídeo obtido possui um grupo -NH<sub>2</sub>- livre e um grupo -COOH-; a condensação pode ser repetida várias vezes, levando a cadeias polipeptídicas que formam macromoléculas,

chamadas de proteínas. Assim, a gelatina é constituída de várias cadeias polipeptídicas, as quais podem ser livres ou ligadas entre si.

A gelatina tem a capacidade de estabilizar superfícies através da formação de filme, sendo um efeito importante para proteger uma fase dispersa em um determinado meio. Estes efeitos são muito úteis para a produção e estabilização de espumas e emulsões. A gelatina pode ajudar a reduzir a tensão superficial de sistemas aquosos (VOGLER, 2011).

Diante de tudo que foi exposto, é essencial a busca por novas técnicas e métodos com base no princípio norteador do manejo ecológico de pragas, através do uso de produtos seletivos aos inimigos naturais e menos agressivos ao meio ambiente. Nesse caso, o crescente interesse na utilização de produtos de origem natural para o manejo de pragas na agricultura tem incentivado cada vez mais a busca por novas moléculas bioativas originadas dos metabólitos secundários das plantas (CÉSPEDES et al. 2006).

Por isso, a microencapsulada bioinseticidas vêm garantido o desenvolvimento de práticas não tóxicas e ambientalmente aceitáveis dentro da química e da agricultura verde, pois na agricultura, uma de suas principais finalidades é a de prolongar o tempo de ação, reduzir a toxicidade, diminuir a quantidade de agrotóxico utilizado sem diminuição da eficácia através da liberação gradual. Através da diminuição da lixiviação e da proteção do ingrediente bioativo contra perdas por causa da fotodegradação, as micro e/ou nanopartículas visam amenizar os problemas apresentados pelas formulações convencionais, sendo menos tóxicos e mais eficazes por um tempo maior através do sistema de liberação gradual (SOUZA, 1999).

A microencapsulação pode ser usada, sobretudo na proteção de colheitas. Para isso, as culturas poderão ser pulverizadas através de uma dispersão de microcápsulas cujo princípio ativo, o inseticida botânico, natural, poderá ser revestido por poliureias, gelatinas, maltodextrina, amido ou gomas arábicas que o protegem da oxidação, da luz e de dos outros fatores abióticos (DUBEY et al., 2009).

## REFERÊNCIAS

- AGRAWAL, A. A. et al. Ecological genetics of an induced plant defense against herbivores: additive genetic variance and costs of phenotypic plasticity. **Evolution**, v. 56, p. 2206–13, 2002.
- AGROFIT – Sistema de Agrotóxicos Fitossanitários. Brasília: MAPA, 2015. Disponível em: <[http:// http://agrofit.agricultura.gov.br/agrofit\\_cons/principal\\_agrofit\\_cons](http://agrofit.agricultura.gov.br/agrofit_cons/principal_agrofit_cons)>. Acesso em: 23 de fevereiro de 2018.
- ALMEIDA JÚNIOR, R.; BOIÇA JÚNIOR, A. L.; TORRES, A. L. Ação sistêmica de amêndoas de nim (*Azadirachta indica*) no controle da traça-das-crucíferas *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) em repolho. In: **Congresso Brasileiro de Entomologia**, v. 19, anais, INPA, p. 157, 2002.
- ALMEIDA, M. F. et al. Biologia de *Ceraeochrysa claveri* Navás (Neuroptera: Chrysopidae) predando *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae). **Ciência Rural**, v. 39(2), p. 313-318, 2009.
- ASMANIZAR, A. D.; IDRIS, A. B. Evolution of *Jatropha curcas* and *Annona muricata* seed crude extracts against *Sitophilus zeamais* infesting stored rice. **Journal of Entomology**, v.9, n.1, p.13-22, 2012.
- BAKER. P. B; SHELTON, A. M; ANDALORO, J. T. Monitoring of diamondback moth (Lepidoptera: Yponomeutidae) in cabbage with pheromones. **Journal Economic Entomology**, v.75, p.1025-1028, 1982
- BARROS, R.; ALBERT JÚNIOR, I. B.; OLIVEIRA, A. J.; SOUZA, A. C. F.; LOGES, V. Controle químico da traça das crucíferas, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) em repolho. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**. Londrina, v. 22, n. 3, p. 463-469, 1993.
- BIOCONTROLE. *Plutella xylostella*. 2017. Disponível em: BOIÇA JÚNIOR, A. L. et al. Efeito de extratos aquosos de plantas no desenvolvimento de *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae) em couve. **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 72, n. 1, p. 45-50, 2005.

BAJPAI, A.K.; GIRI, A. Swelling dynamics of a macromolecular hydrophilic network and evaluation of its potential for controlled release of agrochemicals. *Reactive and Functional Polymer*, v. 53, p. 125-141, 2002

BANSODE, S. S.; BANARJEE, D. D.S.L., J.; THORAT, R. M. (2010). Microencapsulation: A Review. **International Journal of Pharmaceutical Science Review and Research**, 1. 38–43, 2010.

BRAGA SOBRINHO, R. Integrated production of Annonaceae in Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, n. 1, p. 102-107, 2014.

BRAGA SOBRINHO, R. Potencial de exploração de annonaceas no Nordeste do Brasil. EMBRAPA Agroindústria Tropical. **XII Agroflores** – 17ª Semana Internacional da Fruticultura, Floricultura e Agroindústria, 2010.

BRITO G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**. v. 6.2, p. 127-139, 2011.

BROGLIO-MICHELETTI, S. M. F. et al. Extratos de plantas no controle de *Rhipicephalus (Boophilus) microplus* (Canestrini, 1887) (Acari: Ixodidae) em laboratório. **Revista Brasileira de Parasitologia Veterinária**, v. 18, n. 4, p. 44-48, 2009.

BUENO, C. A. et al. A natural tetranortriterpenoid with immunomodulating properties as a potential anti-HSV agent. *Virus Research*. v. 141, p. 47-54, 2009.

CASSAL, V. B.; AZEVEDO, L. F. de; FERREIRA, R. P.; SILVA, D. G. ; SIMÃO, R. S.. Agrotóxicos: uma revisão de suas consequências para a saúde pública *Revista do Centro do Ciências Naturais e Exatas - UFSM, Santa Maria*. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental** - REGET e ISSN 2236 1170 - V. 18 n. 1 Abr 2014.

CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**. London, v. 6, n. 1, p. 420-428, Dec. 2005.

CÉSPEDES, C.L.A., J.G. AVILA, J.C. MARIN, M.L. DOMÍNGUEZ, P. TORRES & E. ARANDA. 2006. Natural compounds as antioxidante and molting in hibitors can

play a role as a model for search of new botanical pesticides, p. 1-27. In M. Rai e M.C. Carpinella (eds.), **Natural lyoc curring bioactive compounds**. Oxford, Elsevier, 2006.

CHENG, S. Y.; YUEN, C. W. M.; KAN, C. W.; CHEUK, K. K. L. (2008). Development of Cosmetic Textiles Using Microencapsulation Technology. **Research Journal of Textile and Apparel**. 12, 41–51, 2008.

CARNEIRO, A. P.; PEREIRA, M. J. B.; GALBIATI, C. Biocide activity of *Annona coriacea* seeds extract on *Rhodnius neglectus* (Hemiptera: Reduviidae). **Revista de Biología Tropical**, v. 61, n. 1, p. 419-427, 2013.

CASTELO BRANCO, M. Inseticidas para o controle de traça-das-crucíferas: avaliação da eficiência, resistência e impacto sobre inimigos naturais. Brasília: **Embrapa-CNPQ**. 7p. 1998.

CASTELO BRANCO, M.; GATEHOUSE, A. G. Insecticide resistance in *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Yponomeutidae) in the Federal District, Brazil. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, Londrina, v. 26, n. 1, p. 75-79, 1997.

CASTELO BRANCO, M.; GUIMARÃES, A. L. Controle da traça das crucíferas em repolho. **Horticultura Brasileira**, v. 10, n. 1, p. 24-25, 1990.

CASTELO BRANCO, M.; MEDEIROS, M. A. Impacto de inseticidas sobre parasitóides da traça-das-crucíferas em repolho, no Distrito Federal. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 36, p. 7-13, 2001.

CASTELO BRANCO, M.; FRANÇA, F. H.; VILLAS BOAS, G. L. Traça-das-crucíferas *Plutella xylostella* – Artrópodes de importância econômica. **Comunicado Técnico da Embrapa Hortaliças**, p. 1-4, 1997.

CASTELO BRANCO, M.; VILLAS BÔAS, G.L.; FRANÇA, F.H. Nível de dano de traça-das-crucíferas em repolho. **Horticultura Brasileira, Brasília**, v. 14, p. 154-157, 1996.

CHATROU, L. W. et al. A new subfamilial and tribal classification of the pantropical flowering plant family Annonaceae informed by molecular phylogenetics. **Botanical Journal of the Linnean Society**, v. 169, n. 1, p. 5-40, 2012.

CHATROU, L. W.; RAINER, H.; MAAS, P. J. M. Annonaceae. *In*: Smith, N.; Mori, S. A.; Henderson, A.; Stevenson, D. W.; Heald, S. V. (Eds). Flowering plants of the Neotropics.

New York: **Princeton University Press**. p. 18-20, 2004.

CHIEN-YIH LIN. et al. Control of Silverleaf Whitefly, Cotton Aphid and Kanzawa Spider Mite with Oil and Extracts from Seeds of Sugar Apple. **Neotropical Entomology**, v.38, n.4, p.531-536, 2009.

CHITARRA, M.I.F.; CHITARRA, A.B. **Armazenamento, pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio**. Lavras: ESAL/FAEPE, 1990. 320 p.

COSTA, E. L. N.; SILVA, R. F. P.; FIUZA, L. M. Efeitos, aplicações e limitações de extratos de plantas inseticidas. **Acta Biologica Leopoldensia**, v. 26, n. 2, p. 173-85, 2004.

CZERPAK C. et al. Eficiência de inseticidas para o controle de *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) na cultura do repolho (*Brassica oleracea* var. capitata). **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v. 35, p. 129-131, 2005.

DAMASCENO, D. C. et al. Effects of *Annona squamosa* extract on early pregnancy in rats. **International Journal of Phytotherapy e Phytopharmacology**, v. 9, p. 667-672, 2002.

DEVI, N.; MAJI, T. K. Neem seed oil: encapsulation and controlled release – search for a greener alternative for pest control. In M. Stoytcheva (Ed.). **Pesticides in the modern world – pesticides use and management** (p. 192-232). Rijeka: InTech, 2011.

DICKINSON, E. Use of nanoparticles and microparticles in the formation and stabilization of food emulsions. **Trends in Food Science & Technology**. v. 24, p.4-12, 2012.

DIAS, D.G.S. et al. Avaliação de larvicidas de origem microbiana no controle da traça-das-crucíferas em couve-flor. *Horticultura Brasileira*, v.22, p.553-556, 2004. Available from: <[http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0102-05362004000300010&script=sci\\_arttext](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0102-05362004000300010&script=sci_arttext)>. Acesso: jul. 12, 2018. Doi: 10.1590/S0102-05362004000300010

DILL, E. M.; PEREIRA, M. J. B.; COSTA, M. S. Efeito residual do extrato de *Annona coriácea* sobre *Aedes aegypti*. **Arquivo do Instituto de Biologia**. v. 79, n. 4, p. 595-601, 2012.

DIXON, R. A.; STRACK, D. Phytochemistry meets genome analysis, and beyond. **Phytochemistry**, v. 62, p. 815-816, 2003

DUBEY, R.; SHAMI, T. C.; RAO, K. U. B. Microencapsulation Technology and Applications. **Defence Science Journal**. 2009.

EIGENBRODE, S. D. et al. Characteristics of glossy leaf waxes associated with resistance to diamondback moth (Lepidoptera: Plutellidae) in *Brassica oleracea*. **Journal of Economic Entomology**, v. 84, p. 1609-1618, 1991.

EIGENBRODE, S. D.; SHELTON, A. M.; DICKSON, M. H. Two types of resistance to the diamondback moth (Lepidoptera: Plutellidae) in cabbage. **Environmental Entomology**, v. 19, p. 1086-1090, 1990.

EZHILARASI, P. N.; KARTHIK, P.; CHHANWAL, N.; ANANDHA R. R., C. Nanoencapsulation techniques for food bioactive components: a review. **Food Bioprocess Technology**. v. 6, p. 628-647, 2013.

FERREIRA, S. W. J.; BARROS, R.; TORRES, J. B. Exigências térmicas e estimativa do número de gerações de *Oomyzus sokolowskii* (Kurdjumov) (Hymenoptera: Eulophidae), para regiões produtoras de crucíferas em Pernambuco. **Neotropical Entomology**, v. 32, p. 407-411, 2003.

FAVARO-TRINDADE, C. S. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technology**. v. 11, n. 2, p. 103-112, 2014.

FERNANDES, R. V. B. Microencapsulamento de óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis* L.) através de secagem por atomização. 2013. 134 f. **Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos)** - Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG, 2013.

FERNANDES, L. P.; CANDIDO, R. C.; OLIVEIRA, W. P. Spray drying microencapsulation of *Lippia sidoides* extracts in carbohydrate blends. **Food and Bioproducts Processing**. Rugby. v. 90, n. 9, p. 425-432, July 2012.

- FRANÇA, F. H. et al. Controle da traça-das-crucíferas em repolho. **Horticultura Brasileira**, v. 3, p. 47-53, 1985.
- FURLONG, M. J.; WRIGHT, D. J.; DOSDALL, L. M. Diamondback moth ecology and management: problems, progress, and prospects. **Annual Reviews Entomology**, v. 58, p. 517-541, 2013.
- GAONKAR, A. et al. Microencapsulation in the Food Industry: **a practical implemetation guide**. First ed. San Diego: Elsevier Inc., 2014.
- GEORGHIOU, G. P. Management of resistance in arthropods. In G.P. Georghiou, & T. Satto (eds.), *Pest Resistance to Pesticides: Challenges and Prospects*. New York, **Plenum Press**, 797p. 1983.
- GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients. **An overview. Food Research International**, v. 40, p. 1107- 1121, 2007.
- GODONOU, I. et al. Potential of *Beauveria bassiana* and *Metarhizium anisopliae* isolates from Benin to control *Plutella xylostella* L. (Lepidoptera: Plutellidae). **Crop Protection**, v. 28, p. 220-224, 2009.
- GONÇALVES, P. A. S. Eficácia de inseticidas sintéticos e naturais no controle de tripses em cebola. **Horticultura Brasileira**, v. 15, p. 32-34, 1997.
- GONZÁLEZ-ESQUINCA, A. R. et al. In Vitro larvicidal evaluation of *Annona muricata* L., *A. diversifolia* Saff. and *A. lutescens* Saff. extracts against *Anastrepha ludens* larvae (Diptera, Tephritidae). **Interciencia**, v. 37, n. 4, p. 284-289, 2012.
- GRZYWACZ, D. et al. Current control methods for diamondback moth and other brassica insect pests and the prospects for improved management with lepidopteran-resistant Bt vegetable brassicas in Asia and Africa. **Crop Protection**, v. 29, p. 68-79, 2010.
- HALKIER, B. A.; GERSHENZON, J. Biology and biochemistry of glucosinolates. **Annual Review of Plant Biology**, v. 57, p. 303-333, 2006.

- HARCOURT, D.G. **The biology and ecology of the diamondback moth, *Plutella maculipennis***, Curtis, in eastern Ontario. Phd thesis. Cornell Univ., Ithaca, NY, 107p. 1954.
- HEMALATHA, M. K. et al. Antimicrobial and pesticidal activity of partially purified flavonoids of *Annona squamosa*. **Pest Management Science**, v. 58, p. 33-37, 2001.
- HERNANDEZ, C.R. E VENDRAMIM, J.D. Avaliação da bioatividade de extratos aquosos de Meliaceae sobre *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith). **Revista Agrícola**. v.72, p.305-318, 1997.
- HOPKINS, R. J.; VAN DAM, N. M.; VAN LOON, J. J. A. Role of glucosinolates in insect-plant relationships and multitrophic interactions. **Annual Review of Entomology**, v. 54, p. 57–83, 2009. <http://www.biocontrole.com.br/?area=pragas&id=16>. Acesso em: 30 dez 2017.
- IMENES, S.D.L.; CAMPOS, T.B.; RODRIGUES NETTO S.M.; BERGMANN, E.C. Avaliação da atratividade de feromônio sexual sintético da traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (L.) (Lepidóptera: Plutellidae), em cultivo orgânico de repolho. **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 69, n. 1, p. 81-84, 2002.
- ISMAN, M. B. Botanical insecticides, deterrents and repellents in modern agriculture and na increasingly regulated world. **Annual Review of Entomology**, v. 51, p. 45-66, 2006.
- ISMAN, M. B. Plant essential oils for pest and disease management. **Crop Protection**, v. 19, p. 603-8, 2000.
- IWATA, N.; TAKAHASHI, A.; KANAI, Y. Control of the diamondback moth *Plutella xylostella* (L.), by using a synthetic sex pheromone as a communication disruptor in cabbage fields, **Journal of Agricultural Research**. Gunma, Japan, n.8, p.19-32, 1991.
- JACKSON, L. S.; LEE, K. Microencapsulation and Food Industry. **LWT – Food Science and Technology**. v. 24, n. 4, p. 289-297, 2012.
- JYOTHI, N. V. N. PRASANNA, P. M. SAKARKAR, S. N. SRAWAN, G. Y. (2010). Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. **Journal of Microencapsulation**, 2010.

- KAVATI, R. O cultivo da atemóia. Campinas: **CATI**, 1992. P. 39 - 70
- KAWAKISHI, S.; KANEKO, T. Interaction of proteins with allyl isothiocyanate. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v. 35, p. 85–88, 1987.
- KIM, S. I. et al. 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, 2003.
- KRINSKI, D.; MASSAROLI, A.; MACHADO, M. Potencial inseticida de plantas da família Annonaceae. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v.36, p.225-242, 2014.
- KUMAR, K. P. S. et al. Microencapsulation technology. **Indian Journal of Research in Pharmacy and Biotechnology**. 2014.
- LEMOS, E.E.P. **A produção de anonáceas no Brasil**. Palestra Anonáceas - V Congresso Internacional & Encontro Brasileiro sobre Annonaceae: do gene à exportação, Edição especial, v. 36. p. 077-085, 2014.
- LEMOS, E.E.P. Panaroma de lãs anonas cultivadas em Brasil: saramuyo, guanábana y atemoya. In: **Anonáceas: plantas antigas, estudos recientes**. Gonzales-Esquinca, A.R. et al. Colección Jaguar, 2011. 21-34 p.
- LEONEL, M.; CEREDA, M. P. Caracterização físico-química de algumas tuberosas amiláceas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v. 22, n. 1, p. 65-69, 2002.
- LIAW, C.; CHANG, F.; LIN, C.; CHOU, C.; CHIU, H.; WU, M.; WU, Y. New Cytotoxic Monotetrahydrofuran Annonaceous Acetogenins from *Annona muricata*. **Journal of natural products**, v. 65, n. 4, p. 470-475, 2002.
- LIMA, L. A. R. S.; PIMENTA, L. P. S.; BOAVENTURA, M. A. D. Acetogenins from *Annona cornifolia* and their antioxidant capacity. **Food Chemistry**, v. 122, n. 4, p. 1129- 1138, 2010.
- LIU, T. X.; SPARKS, A. N.; CHEN, W. Toxicity, persistence and efficacy of indoxacarb and two other inseticidas on *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) immatures in cabbage. **Internacional Journal of Pest Management**, v. 49, n. 3, p. 235-241, 2003.

- LOGES, V. Danos causados pela traça das crucíferas *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) em cultivares de repolho *Brassica oleracea* var. capitata (L.) e efeito sobre populações da praga e do parasitóide *Oomyzus sokolowskii* (Kurdjumov, 1912), em condições de campo. 1996. 98f. **Dissertação (Mestrado em Agronomia - Entomologia)** - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 1996.
- MACHADO, L. A. et al. Uso de extratos vegetais no controle de pragas em horticultura. **Biológico**, v. 69(2), p. 103-106, 2007.
- MAHAR A. N. et al. Microbial control of diamondback moth, *Plutella xylostella* (L). (Lepidoptera: Yponomeutidae) using bactéria (*Xenorhabdus nematophila*) and its metabolites from the entomopathogenic nematode *Steinernema carpocapsae*. **Journal of Zheijang University Science**, v. 5, p. 1183-1190, 2004.
- MAKADIA, H. K; SIEGEL, S. J. (2011). Poly Lactic-co-Glycolic Acid (PLGA) as Biodegradable Controlled Drug Delivery Carrier. **Polymers**. 3, 2011.
- MARQUES, R.P; MONTEIRO, A.C; PEREIRA, G.T. Esporulation and viability of entomopathogenic fungi under mediums with differents Nim oil (*Azadirachta indica*) concentrations. **Ciência Rural**, v.34, p.1675-1680, 2004.
- MATTOSO, L.H.C.; MEDEIROS, E.S.; MARTIN, L. No. A revolução nanotecnológica e o potencial para o agronegócio. Revista de Política Agrícola, n 14, 38-46, 2005.
- MATSUMOTO, R. S. *et al.* Allelopathic potential of leaf extract of *Annona glabra* L. (Annonaceae). **Acta Botanica Brasílica**, v. 24, n. 3, p. 631-635, 2010.
- MAU, R. F. L.; KESSING, J. L. M. *Plutella xylostella* (Linnaeus) 2007. Disponível em: <<http://www.extento.hawaii.edu/kbase/crop/Type/plutella.htm>>. Acesso em: 06 de novembro de 2018.
- MAZLAN, N.; J. MUMFORD, J. Insecticide use in cabbage pest management in the Cameron Highlands, Malaysia. **Crop Protection**, v.24, p. 31-39, 2005.
- MAZZONETTO, F.; VENDRAMIM, J. D. Efeito de pós de origem vegetal sobre *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleptera: Bruchidae) em feijão armazenado. **Neotropical Entomology**, v. 32, p. 145-149, 2003.

- MCLAUGHLIN, J.R.; MITCHELL, E.R.; KIRSCH, P. Mating disruption of diamondback moth (Lepidoptera: Plutellidae) in cabbage: reduction of mating and suppression of larval populations. **Journal Economic Entomology**, v.87, n.5, p.1198-1204, 1994.
- MEDEIROS, C. A. M.; BOIÇA JÚNIOR, A. L.; TORRES, A. L. Efeito de extratos aquosos de plantas na oviposição da traça-das-crucíferas, em couve. **Bragantia**, v. 64, p. 227-232, 2005.
- MEDEIROS, C. A. M.; BOIÇA JÚNIOR, A. L.; TORRES, A. L. Efeito de extratos aquosos de plantas no desenvolvimento de *Plutella xylostella* (L., 1758) em couve. In: **Congresso Brasileiro de Entomologia**, anais, p. 165, 2002a.
- MEDEIROS, C. A. M.; BOIÇA JÚNIOR, A. L.; TORRES, A. L. Efeito de extratos aquosos de plantas na repelência para oviposição de *Plutella xylostella* (L., 1758) em couve. In: **Congresso Brasileiro de Entomologia**, anais, p. 164, 2002b.
- MELO, J. G.; ARAÚJO, T. A. S.; CASTRO, V. T. N. A.; CABRAL, D. L. V.; RODRIGUES, M. D.; NASCIMENTO, S. C.; AMORIM, E. L. C.; ALBUQUERQUE, U. P. Antiproliferative activity, antioxidant capacity and tannin content in plants of semi-arid northeastern Brazil. **Molecules**, v. 15, n. 12, p. 8534-8542, 2010.
- MELO, P. E.; CASTELO BRANCO, M.; MADEIRA, N. R. Avaliação de genótipos de repolho para a resistência à traça das crucíferas. **Horticultura Brasileira**, v. 12, n. 1, p. 19-24, 1994.
- MENEZES, E. L. A. Inseticidas botânicos: seus princípios ativos, modo de ação e uso agrícola. Seropédica, Rio de Janeiro: **Embrapa Agrobiologia**, 58p. 2005.
- MEWIS, I. et al. Major signaling pathways modulate Arabidopsis glucosinolate accumulation and response to both phloem-feeding and chewing insects. **Plant Physiology**, v. 138, p. 1149–62, 2005.
- MONNERAT, R. G. et al. Caracterização de populações geograficamente distintas da traça-das-crucíferas por susceptibilidade ao *Bacillus thuringiensis* Berliner e RAPD-PCR. **Horticultura Brasileira**, v. 22, p. 607-609, 2004.

- MONNERAT, R. G., Interrelations entre la teigne des crucifères, *Plutella xylostella*, son parasitoïde *Diadegma* SP. Et La bactérie entomopathogène *Bacillus thuringiensis* Berliner. **Tese de doutorado em Ciências Agrômicas**. 1995. 160p.
- MORALES, C. A.; GONZALEZ, R.; ARAGON, R. Evaluación de la actividad larvívica de extractos polares y no polares de acetogéninas de *Annona muricata* sobre larvas de *Aedes aegypti* y *Anopheles albimanus* (Diptera: Culicidae). **Rev. Colomb. Entomol.** v.30, p.187- 192, 2004.
- MOSCA, J. L.; CAVALCANTE, C. E. B.; DANTAS, T. M. Características Botânicas das Principais Anonáceas e Aspectos Fisiológicos de Maturação. **EMBRAPA- Documentos**, n. 106, 2006.
- NAWWAR, M.; AYOUB, N.; HUSSEIN, S.; HASHIM, A.; EL-SHARAWY, R.; WENDE, K.; HARMS, M.; LINDEQUIST, U. A Flavonol Triglycoside and Investigation of the Antioxidant and Cell Stimulating Activities of *Annona muricata* Linn. **Arch Pharm Res**, v.35, n.5, p.761-767, 2012
- NEVES, R.C.S. Avaliação do potencial acarívica de óleos essenciais de plantas aromáticas que ocorrem no bioma de Pernambuco sobre o ácaro rajado (*Tetranychus urticae*). **Dissertação de mestrado**. UFRPE, Recife, 2013.
- NGUEGUIM, T. F.; MASSA, Z. B.; KOUAMOULO, J.; TCHUIDJANG, A.; DZEFIET, D. P. D., KAMTCHOUING, P.; DIMO, T. Antidiabético and antioxidant effects of *Annona muricata* (Annonaceae), aqueous extract on streptozotocin-induced diabetic rats. **Journal of Ethnopharmacology**, v.151, p. 784–790, 2014.
- NUNES, C. R.; BERNARDES, N. R.; GLÓRIA, L. L.; DE OLIVEIRA, D. B. Flavonoides em Annonaceae: ocorrência e propriedades biológicas. **Vértices**, v.14, n.1, p.39-57, 2012.
- OLIVEIRA, A. C. Suscetibilidade de populações da traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) a inseticidas. 2009, 28p. **Dissertação (Mestrado)**. Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2009.
- OLIVEIRA, A. T. et al. Impacto da irrigação por aspersão convencional na dinâmica populacional da traça-das-crucíferas em plantas de repolho. **Horticultura Brasileira**, v. 18, n. 1, p. 37-40, 2000.

OLIVEIRA, J. V.; VENDRAMIM, J. D.; HADDAD, M. L. Bioatividade de pós vegetais sobre o caruncho do feijão em grãos armazenados. **Revista Agriculturas**, v. 74, p. 217-224, 1999.

OMENA, M. C. et al. Larvicidal activities against *Aedes aegypti* of some Brazilian plants. **Bioresouce Technology**, v. 98, p. 2.549-2.556, 2007.

ONSTAD, D.W. Major issues in insect resistance management, p. 1-23. In D.W. Onstad (ed.) **Insect resistance management: Biology, economics, and prediction**. London, Elsevier, 2014.

PEREIRA, F. F. et al. Capacidade de parasitismo de *Trichogramma exiguum* Pinto e Platner, 1978 (Hymenoptera: Trichogrammatidae) em ovos de *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) em diferentes temperaturas. **Ciência Rural**, v. 37, p. 297-303, 2007.

PERLATTI, B.; BERGO, P. L. S.; SILVA, M. F. G. F.; FERNANDES, J. B.; FORIM, M. R. Polymeric nanoparticle-based insecticides: a controlled release purpose for agrochemicals. In S. Trdan (Ed.), *Insecticides – Development of safer and more effective technologies* (1st ed., p. 521-548). Rijeka: InTech, 2013.

PIEME, C. A.; KUMAR, S. G.; DONGMO, M. S.; MOUKETTE, B. M.; BOYOUUM, F. F.; NGOGANG, J. Y.; SAXENA, A. K. Antiproliferative activity and induction of apoptosis by *Annona muricata* (Annonaceae) extract on human cancer cells. **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v.14, p.516-526, 2014.

PINTO, A. C. *et al.* Produtos naturais: atualidade, desafios e perspectivas. **Química Nova**, v. 25, p. 45- 61, 2002.

PRATISSOLI, D.; POLANCZYK, R.A; HOLTZ, A.M.; TAMANHONI, T.; CELESTINO, F.N. E BORGES FILHO, R. D. A. C. Inúência do substrato alimentar sobre o desenvolvimento de *Diaphania hyalinata* L. (Lepidoptera: Crambidae). **Neotropical Entomology**, 37:361- 364, 2008.

RAGASA C. Y.; SORIANO G.; TORRES O.; MING-JAW D.; CHIEN-CHANG S. Acetogenins from *Annona muricata*. **Phcog J**, v.4, p.32-37, 2012.

- RAMOS, V. H. V.; PINTO, A. C. Q.; RODRIGUES, A. A. Introdução e importância socioeconômica. In: OLIVEIRA, M. A. S. (ed.). **Graviola. Produção: aspectos técnicos. Embrapa Cerrados (Planaltina, DF) Brasília:** Embrapa Informação Tecnológica. 2001. 9 p.
- RAMOS, V.H.V.; PINTO, A.C.Q.; RODRIGUES, A.A. 2001. Introdução e importância socioeconômica. In: M.A.S. Oliveira (ed.). **Graviola Produção – Aspectos técnicos.** Brasília, EMBRAPA.
- RAZEK, A. S. A.; GOWEN, S. The integrated effect to the nematode-bacteria complex and neem plant extracts against *Plutella xylostella* (L.) larvae (Lepidoptera: Yponomeutidae) on chinese cabbage. **Archive Phytopathology**, v. 35, n. 2, p. 181-188, 2002.
- REINECCIUS, G. A. et al. Flavor encapsulation. **Food Review International**. St. Paul, v. 5, n. 2, p. 146-176, 2013.
- 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.
- RIESER, M. J.; GU, Z.; FANG, X.; ZENG, L.; WOOD, K. V.; MCLAUGHLIN J. L. Five novel mono-tetrahydrofuran ring acetogenins from the seeds of *Annona muricata*. **Journal of natural products**, v. 59, n. 2, p. 100-108, 1996.
- 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.
- SANTOS A. F.; SANT'ANA, A. E. G. Molluscicidal properties of some species of *Annona*. **Phytomedicine**, v.8, p.115-120, 2001.
- SARFRAZ, M.; B. A. KEDDIE. Conserving the efficacy of insecticides against *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae). **Journal of Applied Entomology**, v. 129, p. 149- 157, 2005.

- SCHAFFAZICK S.R.; GUTERRES S.S.; FREITAS L.L.; POHLMANN A.R. Caracterização e estabilidade físico-química de sistemas poliméricos nanoparticulados para administração de fármacos. **Química Nova**, v.26, p.726-737, 2003.
- SHARMA, A. et al. Insecticidal toxicity of apilanthol from *Spilanthes acmella* Murr. Against *Plutella xylostella* L. **Scientific Research - American Journal of Plant Sciences**, v. 3, p. 1568-1572, 2012.
- SCHMALTZ, C.; SANTOS, J.V.; GUTERRES, S.S. Nanocápsulas como uma tendência promissora na área cosmética: a imensa potencialidade deste pequeno grande recurso. **Infarma**, v.16, p.80, 2005.
- SHAHIDI D. C., HAN F. X. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 501-547, 1993.
- SOUZA, J. A. Estudo da biodegradação do ácido 2,4-diclorfenoxiacético em formulações de liberação controlada. **Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Universidade de Campinas**. 1999.
- SOUZA, P. M. S. et al. Desenvolvimento de nanocápsulas de poli-ε-caprolactona contendo o herbicida atrazina. **Química Nova**. v. 35, n. 1, p. 132–137, 2012.
- SUAVE, J. Microencapsulação: inovação em diferentes áreas. **Revista Saúde e Ambiente**. v. 7, n. 2, p. 12–20, 2016.
- SHIN-FOON C.; Q. YU-TONG. Experiments on the application of botanical insecticides for the control of diamondback moth in South China. **Journal of Applied Entomology**. v.116, p.479-486.1993.
- SILVA, S. E. L.; GARCIA, T. B. **A cultura da gravioleira (*Annona muricata* L.)**. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, (Embrapa Amazônia Ocidental. Documentos, 4). p. 19, 1999.
- SILVA, V. C. A. et al. Suscetibilidade de *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae) aos fungos *Beauveria bassiana* (Bals.) Vuill. e *Metarhizium anisopliae* (Metsch.) Sorok. **Neotropical Entomology**, v. 32, p. 653-658, 2003.
- SIMÕES, C. M. O. et al. Farmacognosia: da planta ao medicamento. 5. ed., Porto Alegre/Florianópolis: **UFRGS/ UFSC**. p. 1090, 2007.

- SOUZA C. A. S.; CORRÊA F. L. O.; MENDONÇA V.; CARVALHO J. G. Crescimento de mudas de gravioleira (*Annona muricata* L.) em substrato com superfosfato simples e vermicomposto. **Rev. Bras. Frutic**, v. 25, n. 3, p. 453-456, 2003.
- SPENCER, J. L. Waxes enhance *Plutella xylostella* oviposition in response to sinigrin and cabbage homogenates. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, v. 81, p. 165-173, 1996.
- SPENCER, J. L.; PILLAI, S.; BERNAYS, E. A. Synergism in the oviposition behavior of *Plutella xylostella*: sinigrin and wax compounds. **Journal of Insect Behavior**, v.12, p.483-500, 1999.
- TALEKAR, N. S.; SHELTON, A. M. Biology, ecology, and management of the diamondback moth. **Annual Review of Entomology**, v. 38, p. 275–301, 1993.
- TANAKA, A. et al. K.Possibility of the application of synthetic sexpheromone in a small field against the Diamondbackmoth, *Plutella xylostella*. **Procedure association Plant Protection**. Kyushu. Kyushu, Japan, n.36, p.139-142, 1990.
- TAYLOR, L. **Technical Data Report for Graviola: *Annona Muricata***. Sage Press. Austin, v. 10, p. 1-6, 2002.
- TIWARI, S. et al. Microencapsulation techniques and its application: a review. **The Pharma Research**. New Delhi, v. 3, n. 12, p. 112-116, Dec. 2012.
- THULLER, R.T.; BORTOLI, S. A.; HOFFMAN-CAMPO, C. B. Classificação de cultivares de brássicas com relação à resistência à traça-das-crucíferas e à presença de glucosinolatos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 42, n. 4, p. 467-474, abr. 2007.
- THULER, R. T. **Criação de *Plutella xylostella***. In: DE BORTOLI, S. A. (Ed.). **Criação de insetos: da base à biofábrica**. Jaboticabal: Edição própria, 2009. p. 58-68.
- TORRES, A. L. **Efeito de extratos aquosos de plantas na biologia de *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae)**. 2000, 68P. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal Rural de Pernambuco - Recife, 2000.
- TORRES, A. L. et al. Efeito de extratos aquosos de *Azadirachta indica*, *Melia azedarach* e *Aspidosperma pryrifolium* no desenvolvimento e oviposição de *Plutella xylostella*. **Bragantia**, v. 65, n. 3, p. 447-457, 2006.

- TORRES, A. L. et al. Efeito de extratos aquosos de plantas na fase embrionária de *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae). In: **Congresso Brasileiro de Entomologia**, 2002, anais, p. 140. 2002b.
- TORRES, A. L.; BOIÇA JÚNIOR, A. L.; BARROS, R. Determinação da CL50 de extratos aquosos de plantas e efeito na biologia de *Plutella xylostella* (L., 1758) em couve. In: **Congresso Brasileiro de Entomologia**, 2002, anais, p. 135. 2002a.
- TORRES, A.L.; BARROS. R; OLIVEIRA, J.V. Efeitos de Extratos Aquosos de Plantas no Desenvolvimento de *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae). **Neotropical Entomology**, v. 30, p.151-156, 2001.
- TORRES, C. S. A. S.; BARROS, R.; TORRES, J. B. Efeito da idade, fotoperíodo e disponibilidade de hospedeiro no comportamento de parasitismo de *Oomyzus sokolowskii* Kurdjumov (Hymenoptera: Eulophidae). **Neotropical Entomology**, v. 38, p. 512-519, 2009.
- TORRES, M. P.; RACHAGANI, S.; PUROHIT, V.; PANDEY, P.; JOSHI, S.; MOORE, E.; JOHANSSON, S. L.; SINGH P, K.; GANTI, A. K.; BATRA, S. K. Graviola: A novel promising natural-derived drug that inhibits tumorigenicity and metastasis of pancreatic cancer cells in vitro and in vivo through altering cell metabolism. **Cancer letters**, v. 323, n. 1, p. 29-40, 2012.
- TRINDADE; R. C. P. et al. Larvicidal activity and seasonal variation of *Annona muricata* (Annonaceae) extract on *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae). **Revista Colombiana de Entomología**, v. 37, n. 2, p. 223-227, 2011.
- ULMER, B. et al. Diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.), feeding and oviposition preferences on glossy and waxy *Brassica rapa* (L.) lines. **Crop Protection**, v. 21, p. 327-331, 2002.
- UMER, H.Nigam, H.Tamboli, A. M.; NAINAR, M. S. M. (2011). Microencapsulation: Process, Techniques and Applications. **International Journal of Research in Pharmaceutical and Biomedical Sciences**. 2011.
- VACARI, A. M. et al. Comparison of Eggs, Larvae, and Pupae of *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) as Prey for *Podisus nigrispinus* (Hemiptera: Pentatomidae). **Annals of the Entomological Society of America**, v. 106, n. 2, p. 235-242, 2013.

- VAN DAM, N. M.; RAAIJMAKERS, C. E.; VAN DER PUTTEN, W. H. Root herbivory reduces growth and survival of the shoot feeding specialist *Pieris rapae* on *Brassica nigra*. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, v. 115, p. 61–70, 2005.
- VASQUEZ, B.L. Resistance to most Insecticides. In: Book of Insect Records, Chapter 15. 1995. p.34-36.
- VENDRAMIM, J. L.; CASTIGLIONI, E. Aleloquímicos, resistência de plantas e plantas inseticidas. In: Guedes, J. C.; Costa, I. D.; Castiglioni, E. (Org.) Bases e Técnicas do Manejo do Inseto. **Pallotti**, 234p. p.113-128, 2000.
- VILELA, E. F.; DELLA LUCIA, T. M. C. Introdução aos semioquímicos e terminologia. In: Vilela, E. F.; Della Lucia, T. M. C. (Org.). Feromônios de insetos. Biologia, química e emprego no manejo de pragas. 2 ed. Ribeirão Preto: Editora **HOLOS**, p. 9-23, 2001.
- VILLAS BOAS, G. L.; CASTELO BRANCO, M.; GUIMARÃES, A. L. Controle químico da traça das crucíferas no Distrito Federal. **Horticultura Brasileira**, v. 8, p. 10-11, 1990.
- VOGLER INGREDIENTES LTDA., **A Gelatina e seus benefícios para a saúde humana**. Food ingredients Brasil, n. 18, 2011.
- VOIGT, R. Pharmazeutisch Technology. Uberarb. **Auflage Stuttgart: Wissenschaftliche**. 2000.
- WATERHOUSE, D. F. *Plutella xylostella* (Linneus) (Lepidoptera: Yponomeutidae), diamondback cabbage moth. In: WATERHOUSE, D. F.; NORRIS, K. R. (Ed.). **Biological control**, chap. 22, p. 177-191, 1987.
- WHALON, M. E. Department of Entomology, Michigan State University, B11 Center for Integrated Plant Systems, East Lansing, **MI 48824**, USA, 2008.
- ZALUCKI, M. P. et al. Estimating the Economic Cost of One of the World's Major Insect Pests, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae): Just How Long is a Piece of String? **Journal of Economic Entomology**, v. 105, p. 1115-1129, 2012.
- ZHAO, J.; WHISTLER, R. L. Spherical aggregates of starch granules as flavorcarriers. **Food Technology**, v. 48, n. 7, p. 104-105, 1994.

YEO, S. D.; KIRAN, E. Formation of polymer particles with super critical fluids: A review. **Journal of Super critical Fluids**. Blacksburg, v. 34, n. 3, p. 287-308, 2015.

### **3 Desenvolvimento, caracterização e efeito letal de extrato microencapsulado de semente de *Annona muricata* L. (Annonaceae) sobre *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae)**

#### **RESUMO**

O presente estudo teve por objetivo desenvolver, caracterizar e avaliar o efeito letal do extrato etanólico microencapsulado da semente de *Annona muricata* L. (Annonaceae) sobre *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae), estimando as concentrações letais, para avaliações em condições de semi campo e campo. Para o desenvolvimento do microencapsulado, utilizou-se o aparelho de modelo BUCHI Mini Spray Dryer B-290 com os polímeros amido, maltodextrina, gelatina e aerosil. A caracterização foi realizada através da análise de tamanho de partícula, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e estudos termogravimétricos (TGA). O microencapsulado apresentou distribuição de partícula com comportamento bimodal evidente, com diâmetros de 0,48 a 79,43  $\mu\text{m}$  e com índice de polidispersão igual a 6,414. O MEV demonstrou que as micropartículas apresentaram tanto formato esférico, quanto irregular, com superfície lisa e rugosa/ondulada, contínua, homogênea, com tamanho variável e a sua superfície externa revelou continuidade nas paredes, não sendo observado fissuras aparentes, rachaduras e nem interrupções. A curva termogravimétrica do microencapsulado apresentou múltiplas etapas, com 3 etapas de decomposição, uma a menos quando comparado com o extrato etanólico. As Concentrações Letais estimadas para o extrato etanólico e o microencapsulado foram de:  $CL_{50}$  e  $CL_{99}$  de 0,204 e 5,675 mL/L e 0,114 e 4,166 mL/L, respectivamente, tendo o extrato etanólico apresentando menor toxicidade. A média da mortalidade de larvas de 1º instar de *P. xylostella* nos anos 1(2016) e 2 (2017) em casa de vegetação para a  $CL_{50}$  do extrato etanólico e seu microencapsulado foi de 71,25 e 53,70% e 81,25 e 60,00%, respectivamente para cada ano e para a  $CL_{99}$  foi de 88,75 a 100,00%. Quanto a mortalidade de larvas de 3º instar em teste em casa de vegetação, variou de 61,20 a 52,50% para  $CL_{50}$  e de 91,20% para  $CL_{99}$  do extrato etanólico, em ambos os anos. Enquanto mortalidade de 1º instar para o microencapsulado apresentou  $CL_{50}$  variando de 81,25 a 60,00% e  $CL_{99}$  apresentou a mortalidade de 100%, nos dois anos. Já para o 3º instar microencapsulado revelou para o  $CL_{50}$  de 70,00 a 58,70% de mortalidade entre os anos 1 e 2, para a  $CL_{99}$  os valores oscilaram de 96,20 a 91,20% em ambos os anos. No teste em campo as larvas de 1º instar apresentaram mortalidade para a  $CL_{50}$  do extrato etanólico entre 80,00 a 60,00 %, enquanto a  $CL_{99}$  foi de 100,00 a 98,70% de mortalidade. O microencapsulado apresentou mortalidade de 87,50 a 67,50% para  $CL_{50}$  e de 100,00% para  $CL_{99}$ . Para mortalidade de larva de 3º instar em campo o extrato etanólico apresentou entre 52,50 a 41,25% e o microencapsulado de 56,20 a 61,25% de mortalidade para  $CL_{50}$ , enquanto que a  $CL_{99}$  foi de 95,00 a 97,50% para o extrato etanólico e de 97,50 a 100,00% para o microencapsulado. O microencapsulado de *A. muricata* apresentou potencialidades para o controle de lagartas de 1º como 3º instares de *P. xylostella*, tanto em condição de semi campo como para campo, independentemente do ano. Desta forma, conclui-se que o microencapsulamento do extrato etanólico da semente de *A. muricata* mantém sua ação inseticida, mesmo após o microencapsulamento, tornando-se assim, uma alternativa promissora para o controle da traça-das-crucíferas.

**Palavras-chave:** Semente de graviola. Traça-das-crucíferas. Nanotecnologia.

**Development, characterization and lethal effect of microencapsulated seed extract of *Annona muricata* L. (Annonaceae) on *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae)**

**ABSTRACT**

The objective of this study was to develop, characterize and evaluate the lethal effect of the microencapsulated ethanolic extract of the *Annona muricata* L. (Annonaceae) seed on *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae), estimating lethal concentrations for evaluations in semi field and field conditions. The BUCHI Mini Spray Dryer B-290 model with the polymers amido, maltodextrin, gelatin and aerosil was used for the development of the microencapsulate. The characterization was performed through particle size analysis, scanning electron microscopy (SEM) and thermogravimetric studies (TGA). The microencapsulation presented a bimodal behavior with a diameter of 0.48 to 79.43  $\mu\text{m}$  and a polydispersity index of 6.414. The MEV showed that the microparticles had both spherical and irregular shapes, with a smooth and rough / wavy, continuous, homogeneous surface, with variable size, and their external surface revealed continuity in the walls, with no apparent cracks, cracks or interruptions being observed. The thermogravimetric curve of the microencapsulated presented multiple steps, with 3 steps of decomposition, one less when compared with the ethanolic extract. The CLs estimated for the ethanolic extract and the microencapsulated were: CL<sub>50</sub> and CL<sub>99</sub> of 0.204 and 5.675 mL / L and 0.114 and 4.166 mL / L respectively, with the required ethanolic extract having a higher concentration. The average mortality of *P. xylostella* larvae of 1<sup>st</sup> (2016) and 2 (2017) in greenhouse for the LC<sub>50</sub> of the ethanolic extract and its microencapsulated was 71.25 and 53.70% and 81, 25 and 60.00% respectively for each year and for CL<sub>99</sub> was 88.00 to 100.00%. The mortality of 3<sup>rd</sup> instar larvae under greenhouse test ranged from 61.00 to 56.00% for CL<sub>50</sub> and 91.00% for CL<sub>99</sub> of the ethanolic extract, while the microencapsulated LC<sub>50</sub> ranged from 52.00 to 61.00% and CL<sub>99</sub> ranging from 91.00 to 96.00% of mortality between years 1 and 2. In the field test the larvae of 1<sup>st</sup> instar showed mortality for LC<sub>50</sub> of the ethanolic extract between 60.00 and 80.00 %, while CL<sub>99</sub> was 98.00 to 100.00% mortality. The microencapsulated presented mortality from 62.00 to 87.00% for LC<sub>50</sub> and 100.00% for CL<sub>99</sub>. For larval mortality of 3<sup>rd</sup> instar in the field the ethanolic extract presented between 41.00 to 52.00% and the microencapsulate of 56.00 to 61.00% mortality for LC<sub>50</sub>, whereas the CL<sub>99</sub> was of 95.00 a 97.00% for the ethanolic extract and 97.00 to 100.00% for the microencapsulation. The microencapsulation of *A. muricata* presented potentials for the control of caterpillars from 1<sup>st</sup> to 3<sup>rd</sup> instars of *P. xylostella*, both in semi field and field conditions, regardless of the year. Thus, it is concluded that the microencapsulation of the ethanolic extract of the *A. muricata* seed maintains its insecticidal action, even after the microencapsulation, thus becoming a promising alternative for the control of the moth-of-crucifer.

**Key words:** Soursop seed. Moth-cruciferous. Nanotechnology.

### 3.1 INTRODUÇÃO

O uso de extrato botânicos para o manejo de inseto praga frequentemente é limitado pela baixa estabilidade, alta volatilidade, sensibilidade térmica e escassez de estudos sobre os efeitos dessas substâncias em organismos não-alvo (CLOYD; CHIASSON, 2007; ASBAHANI et al., 2015). Uma forma de diminuir essas barreiras é por meio do emprego da microtecnologia, cuja abordagem científica que envolve o uso de materiais em microescala para manusear as características de uma substância em níveis moleculares (PRASAD et al., 2014).

A tecnologia de microencapsulação é responsável pela produção de micropartículas que consiste em envolver, com um fino filme de uma matriz qualquer, pequenas gotículas de uma substância ativa, sendo esta chamada de núcleo (GHARSALLAOUI et al., 2007). A técnica de microencapsular está sendo utilizada para melhorar a estabilidade e eficácia dos inseticidas botânicos, na qual é capaz de desenvolver um sistema de liberação controlada do composto ativo, otimizando sua ação e minimizando sua degradação rápida e os efeitos negativos sobre inimigos naturais, aprimorando o panorama agrícola ao uso de inseticidas por permitir maior controle e estabilidade no ambiente (ISMAN, 2006; GOGOS et al., 2012; RAI; INGLE, 2012).

Segundo A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) é considerada o inseto-praga mais destrutivo para o cultivo de brássicas no Brasil e em várias partes do mundo (MONNERAT et al., 2004, MEDEIROS; BOIÇA JUNIOR; TORRES, 2005; KHALIQ; ATTIQUE; SAYYED, 2007), cujos danos são ocasionados na fase larval, levando à depreciação do produto, retardando o desenvolvimento e/ou acarretando na morte da planta (CASTELO BRANCO et al., 2001; MONNERAT et al., 2004). O método mais empregado para o seu controle é o químico, muitas vezes realizado de forma preventiva, por meio de produtos não seletivos em regime de aplicação de uma a duas vezes por semana (MAZLAN; MUMFORD, 2005; GRZYWACZ et al., 2010), resultando em um gasto de 1,4 bilhão de dólares anualmente (ZALUCKI et al., 2012).

A alta pressão de seleção, devido ao uso abusivo desses inseticidas, tornou essa praga resistente a diversas classes de agrotóxicos (SARFRAZ; KEDDIE, 2005; KHALIQ; ATTIQUE; SAYYED, 2007, ZAGO et al., 2014). Desta forma, produtos naturais extraídos de plantas constituem-se em fonte de substâncias bioativas compatíveis

com programas de manejo integrado de pragas (MIP) e que pode reduzir os efeitos negativos gerados pela aplicação descontrolada dos produtos sintéticos (MEDEIROS; BOIÇA JUNIOR; TORRES, 2005).

A família Annonaceae está entre as mais promissoras (ISMAN; SEFFRIN, 2014), tendo a graviola (*Annona muricata* L.) como uma espécie que apresenta ação biológica comprovada como inseticida, nematicida e bactericida, e a sua semente, é fonte promissora de material para a produção de extratos, pois é descartada no processo de industrialização (HERNÁNDEZ; ANGEL, 1997).

A aplicação da tecnologia de microencapsulamento para melhorar a eficiência de produtos naturais para o controle de pragas agrícolas ainda é muito incipiente, no entanto, constituindo-se em um vasto campo a ser explorado (NEVES, 2013). Sendo assim, o presente estudo teve por objetivos a produção e caracterização química do microencapsulado do extrato etanólico da semente de *A. muricata*, como também avaliar a toxicidade letal do extrato etanólico e de sua formulação microencapsulada de *A. muricata* sobre *P. xylostella* estimando as concentrações letais, para avaliações em condições de semi campo e campo.

## **3.2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **3.2.1 Local e Instalação**

O presente trabalho foi conduzido no Laboratório de Entomologia: Controle Alternativo de pragas no Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal de Alagoas - CECA/UFAL, em Rio Largo/AL, no Laboratório de Pesquisa em Recursos Naturais do Instituto de Química e Biotecnologia, no Laboratório de Tecnologia de Controle de Medicamentos da Universidade Federal de Alagoas, no Laboratório de Química do Instituto Federal de Alagoas do Campus Maceió/AL.

### **3.2.2 Condução da cultura**

Mudas de couve *Brassica oleracea* var. *acephala* (Brassicaceae) cultivar Georgia, com 25 dias foram adquiridas na Estufa SEMEAR®, no povoado Bálsamo no município de Arapiraca/AL e transplantadas para local definitivo em canteiros, preenchidos com mistura de terra preta, esterco e torta de filtro na proporção 1:1:1. Foram adotados tratamentos culturais segundo Filgueira (2008), exceto a utilização de inseticidas. As folhas de couve

foram utilizadas para os experimentos e manutenção da criação do inseto a partir de 45 a 50 dias após o transplântio.

Para os experimentos de efeito letal, as mudas de couve foram transplantadas para copos descartáveis, com capacidade de 500 mL, preenchidos com uma mistura de terra preta, esterco ovino e composto comercial na proporção 1:1:2. Entre 30 e 40 dias depois do transplântio foram realizados os bionsaios quando as plantas possuíam em média de 6 a 8 folhas definitivas.

### **3.2.3 Criação de *Plutella xylostella***

A criação e multiplicação de *P. xylostella* foi realizada no Laboratório de Entomologia: Controle Alternativo de Pragas do Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal de Alagoas, sob condições de temperatura de  $25 \pm 2$  °C, umidade relativa do ar de  $67 \pm 2$  % e fotofase de 12 h. Os adultos foram liberados em gaiolas plásticas transparentes circulares (12 cm de diâmetro x 15 cm de altura) com abertura lateral fechada com tela antiáfídeo, nas quais eram colocados um pote plástico coberto com espuma umedecida, sobre a qual, colocava-se um disco de folha de couve medindo 8 cm de diâmetro para servir de substrato à postura e uma esponja embebida com solução açucarada a 10 %, na parte superior da gaiola, para alimentação dos adultos. Os discos de folhas de couve eram substituídos diariamente, e os discos retirados eram mantidos em placas de Petri com fundo umedecido de 8 cm de diâmetro até a eclosão das lagartas.

Lagartas recém eclodidas eram transferidas para recipientes plásticos (20 cm de comprimento x 10 cm de largura x 5 cm de altura) contendo duas folhas de couve. As folhas eram trocadas a cada 24 horas aproximadamente, até as lagartas atingirem a fase de pupa. As pupas foram transferidas para tubos de vidro de fundo chato (8,5 cm de comprimento x 1,5 cm de diâmetro), fechados com filme plástico transparente. Em cada recipiente eram realizados pequenos furos para a renovação do ar. A cada 24 horas, após a emergência, os adultos eram transferidos para as gaiolas.

### **3.2.4 Obtenção das sementes e preparo dos extratos de *Annona muricata***

As sementes de graviola foram obtidas no município de Anadia/AL, em fábrica de processamento de polpa de frutas. As sementes foram lavadas para retirada de restos de polpa, acondicionadas em uma lona ao sol para retirada do excesso de água e depois colocadas em sacos de papel tipo Kraft para secagem em estufa com circulação de ar a uma temperatura de 60 °C por 72 horas. Após esse período, foram moídas em moinho tipo Wiley e o pó acondicionado em recipiente hermeticamente fechado, pesado e

devidamente identificado até o momento do preparo dos extratos. O extrato da semente de graviola foi preparado e processado no Laboratório de Pesquisa em Recursos Naturais do Instituto de Química e Biotecnologia da Universidade Federal de Alagoas/UFAL.

Para o preparo do extrato orgânico, primeiramente o pó da semente de graviola foi submetida à extração a frio com hexano em percolador de aço inoxidável. Foram utilizados 16 L de hexano em 12,2 kg de pó. Essa extração foi rápida com uma duração de 2 horas e em seguida, a solução foi filtrada e o solvente separado em rotaevaporador a 50 °C sob pressão reduzida. Após esse procedimento, o extrato hexânico foi colocado em frasco de vidro previamente pesado e etiquetado e acondicionados em capela aberta para a evaporação máxima do solvente.

Sobre a torta resultante da extração com o solvente hexano, foi realizada a extração com etanol (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O) a 96 °GL, seguindo a mesma metodologia anterior, porém modificando o solvente, que foram 15 L de etanol no primeiro ciclo, 12 L no segundo ciclo, 10,5 L no terceiro ciclo e 9 L no quarto ciclo, permanecendo no pó por 72 horas, para cada ciclo (total de quatro vezes).

### **3.2.5 Microencapsulação do extrato de *Annona muricata***

A obtenção do microencapsulado de *A. muricata* foi realizada através da secagem por pulverização no Laboratório de Tecnologia de Controle de Medicamentos da UFAL, utilizando o aparelho de modelo Buchi® Mini Spray Dryer B-290 (Switzerland), com bico atomizador de 1,0 mm, a uma temperatura de entrada de 200 °C e temperatura de saída de 100 °C, taxa de alimentação de 10mL/min. Foram testados para o microencapsulamento diferentes polímeros, em concentrações variadas. Para o processo de encapsulação, inicialmente foi feita uma formulação contendo: Extrato etanólico de *A. muricata*, álcool etílico P.A, água destilada e agentes encapsulantes (amido, gelatina, maltodextrina, dióxido de silício -Aerosil), para cada teste.

A determinação do percentual de cada polímero foi baseada no teor de matéria-seca, obtido pelo método gravimétrico, por meio de balança eletrônica de umidade Shimadzu MOC-120H®, com precisão de 1mg e ajustada com secador de infravermelho. Aproximadamente 1 mL do extrato foi seco sob temperatura de 145 °C, até obter perda de umidade inferior a 0,01 %. O teor de matéria-seca utilizada foi de 84%. Os percentuais dos agentes encapsulantes utilizados foram: aerosil (5,55%), amido (8,33%); gelatina em pó sem sabor (8,33%), maltodextrina sem sabor (22,22%), conforme Tabela 1. A emulsão foi preparada utilizando água destilada a uma temperatura de 40 °C, seguido da adição

dos agentes encapsulantes e incorporação do extrato. Após a uniformização, adicionou-se o dióxido de silício coloidal. Todo processo ocorreu em agitação magnética constante a 1700 rpm. A proporção utilizada de extrato/água destilada/álcool etílico absoluto P.A foi de 50/200/200 mL.

**Tabela 1.** Porcentagem do material encapsulante utilizado no preparo da formulação de microencapsulado de extrato etanólico de *Annona muricata*.

<b>Material</b>	<b>Massa (g)</b>	<b>Porcentagem (%)</b>
Extrato Etanólico de Graviola	42,00	55,55
Aerosil*	4,20	5,55
Amido	6,30	8,33
Gelatina	6,30	8,33
Maltodextrina	16,80	22,22
Total	75,60	100,00

\*Dióxido de silício coloidal

Fonte: Autor, 2018

### 3.3 Caracterização do microencapsulado

#### 3.3.1 Análise de tamanho de partículas do microencapsulado

Uma pequena amostra do microencapsulado foi suspensa em água com auxílio de ultrassom para atingir o índice de obscuração e analisada na escala de 0.020 – 2000 µm. O tamanho médio foi monitorado, considerando-se o diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume (Diâmetro de De Brouckere D[4,3]). A polidispersão foi determinada pelo índice span, o qual é calculado por  $(D_{0.9} - D_{0.1}) / D_{0.5}$ , onde, D0.1, D0.5 e D0.9 são respectivamente, os diâmetros das partículas correspondentes a, 10, 50 e 90% da distribuição amostral. As distribuições dos tamanhos das micropartículas de *A. muricata* foram mensuradas por difração a laser em aparelho Malvern Mastersizer 2000 (Malvern Instruments, Inglaterra) no Instituto Tecnológico de Pernambuco (ITEP).

#### 3.3.2 Caracterização morfológica do microencapsulado através do microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Uma pequena quantidade da amostra foi fixada em fita metálica com dupla face adesiva de carbono montada sobre o *stubs* do microscópio com altura e diâmetro de 1,0 cm. Este material foi recoberto com ouro no metalizador QUORUM Q150R ES aplicado uma corrente de 45 mA por 200 segundos. O material foi analisado no Laboratório de Química do Campus Maceió do Instituto Federal de Alagoas no MEV modelo TESCAN

VEGA3 com distância de trabalho de 15,97 mm e com aceleração de voltagem igual a 20 kV.

### 3.3.3 Estudos Termogravimétricos (TGA)

As curvas termogravimétricas do extrato etanólico *A. muricata*, do microencapsulado e dos agentes encapsulantes foram obtidas em aparelho Shimadzu modelo TGA-50, sob fluxo de ar sintético e nitrogênio de 20 mL.min<sup>-1</sup> e razão de aquecimento dinâmico de 10 °C. min<sup>-1</sup>, até uma temperatura final de 900 °C, utilizando cadinho de platina e massa da amostra igual a 5,0 ± 0,5 mg. O aerosil não foi avaliado, pois é pouco denso, sendo inviável esse procedimento. Os dados termoanalíticos foram analisados utilizando o software TA-60WS Collection Monitor, versão 2.21.

### 3.4 Estimativa da CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> do extrato etanólico e do microencapsulado de *Annona muricata* na mortalidade de *Plutella xylostella*

Foram realizados pré-testes com os extratos etanólico de sementes de *A. muricata* e com o microencapsulado em diferentes concentrações para determinar valores próximos do limite inferior, com mortalidade quase nula, e próximos do limite superior, com aproximadamente 100 % de mortalidade. Em seguida, as concentrações testadas foram obtidas pela fórmula de BLISS (1934):  $q = (a_n \div a_1)^{1/n+1}$  onde: q = razão da progressão geométrica (pg); n = número de concentrações a extrapolar; a<sub>n</sub> e a<sub>1</sub> = limites superior e inferior, respectivamente, da pg.

As concentrações testadas para o extrato etanólico foram: 0,031; 0,063; 0,125; 0,250; 0,500; 0,750; 0,820 e 1,00 mL/L e do microencapsulado foram: 0,016; 0,023; 0,046; 0,113; 0,152; 0,305; 0,700 e 0,800 mL/L para o extrato microencapsulado. As soluções do extrato e do microencapsulado foram solubilizadas em água destilada acrescentando-se o emulsificante Tween 80 (0,05%).

Foram confeccionados discos de 8,0cm de diâmetro com folhas de couve, os quais foram pulverizados com os extratos em diferentes concentrações, utilizando-se torre de Potter (Burkard, Rickmansworth, UK). A aplicação foi realizada a uma pressão de 5psi/pol<sup>2</sup> utilizando-se um volume de calda de 1,6 mL, correspondendo a um depósito de 2,0 ± mg/cm<sup>2</sup>. Esta quantidade aplicada está de acordo com o recomendado pela IOBC/WPRS (International Organization for Biological Control of noxious Animals and Plants/ West Palearctic Regional Section) e representa o que ocorrerá no campo (REIS et al.,1998).

Os discos tratados com as soluções foram distribuídos sobre uma superfície coberta com papel toalha, onde permaneceram ao ar livre para evaporação do excesso de água. Lagartas recém-eclodidas foram colocadas em placas de Petri de 15cm de diâmetro, contendo um disco tratado sobre papel de filtro umedecido com água destilada, para manutenção da umidade, mantidos em laboratório (temperatura de  $26 \pm 2^\circ\text{C}$ , UR de  $60 \pm 10\%$  e fotofase de 12h). Um total de 10 lagartas recém eclodidas foram transferidas para cada placa (repetição), totalizando 5 repetições por concentração. Após 72 horas avaliou-se a mortalidade larval. As concentrações letais ( $CL_s$ ) foram estimadas através da análise de Probit pelo programa estatístico SAS (SAS Institute, 2003).

### **3.5 Efeito letal do extrato etanólico e do microencapsulado da semente de *Annona muricata* para o controle de lagartas de 1º e 3º ínstaes de *Plutella xylostella* em casa de vegetação e em campo**

Os ensaios foram realizados em casa de vegetação e em condições de campo em dois anos agrícolas, avaliando-se lagartas no 1º e 3º ínstaes. Os dados coletados de temperatura durante a execução dos experimentos de 1º e 3º ínstaes, em casa de vegetação no período de 14 a 16/11 e 22 a 24/11 de 2016 foram de  $32,06^\circ\text{C}$  e de  $30,38^\circ\text{C}$  de médias para ambos os ínstaes e de 23 a 25/05 e 06 a 08/06 de 2017 foram de  $29,48^\circ\text{C}$  e  $28,66^\circ\text{C}$  para os dois ínstaes, no verão e inverno, respectivamente. Em relação aos dados coletados durante a execução dos experimentos de 1º e 3º ínstaes, em condições de campo nos períodos de 02 a 04/12 e 12 a 14/12 de 2016 foram de  $25,95^\circ\text{C}$  e de  $26,66^\circ\text{C}$  de médias, para ambos os ínstaes, respectivamente e já para os períodos de 06 a 08/03 e 19 a 21/03 de 2017 foram de  $27,88^\circ\text{C}$  e  $27,25^\circ\text{C}$  para os ínstaes no verão e inverno, respectivamente.

Os bioensaios contaram com 7 tratamentos: a testemunha (com a água destilada+ Tween);  $CL_{50}$  com 0,418 mL do extrato etanólico;  $CL_{99}$  com 11,35 mL do extrato etanólico;  $CL_{50}$  com 0,228 mg do extrato Microencapsulado;  $CL_{99}$  com 8,332 mg do Microencapsulado; Azamax® com 0,006 mL do diluído na dose comercial recomendada pelo Agrofite (300 mL/100L de água) e o Decis 25EC (Deltametrina) com 0,006 mL dose comercial recomendada pelo Agrofite (300 mL/100L de água).

Um total de 8 plantas por tratamentos de couve cultivadas em copos descartáveis quando atingiram 8 a 10 folhas definitivas foram pulverizadas com 200 mL de calda através de pulverizador manual e após duas horas foram inoculadas com dez lagartas de 1º e 3º instar de *P. xylostella* por planta em cada experimento, tanto em casa de vegetação

como em condições de campo e em seguida, protegidas com sacos de “voil” para evitar a fuga das lagartas. Para a realização do teste em condições de campo foi usada a mesma metodologia do teste em casa de vegetação, com exceção das plantas de couve que ficaram em canteiros expostos as condições ambientais, as plantas utilizadas no presente estudo foram plantadas em copos descartável. A mortalidade foi submetida a análise estatística e as médias comparadas pelo teste de Tukey usando o programa estatístico SAS (SAS Institute, 2003).

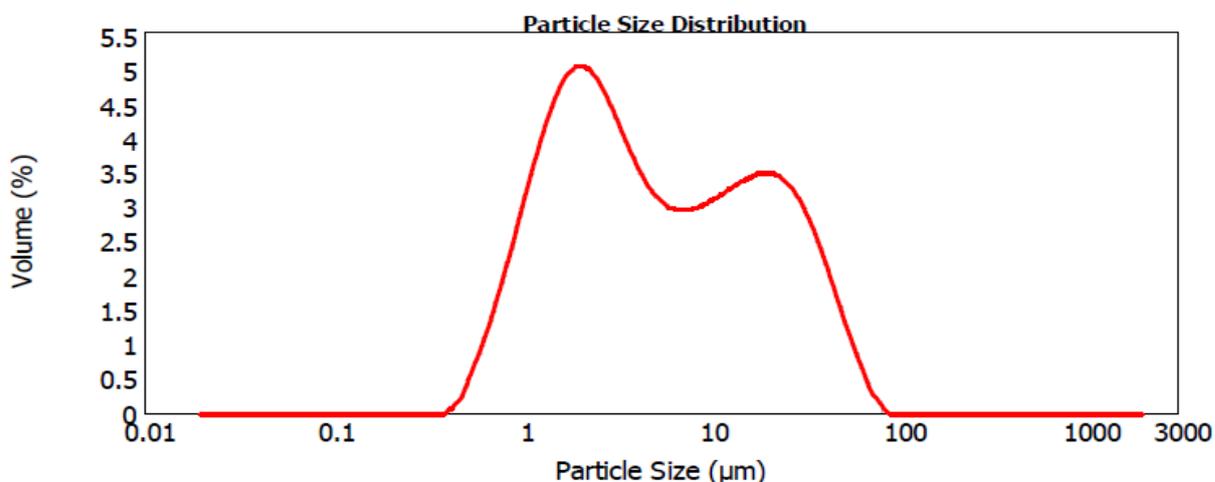
### 3.6 RESULTADOS

#### 3.6.1 Análise de tamanho de partículas do microencapsulado de *Annona muricata*

As micropartículas de *A. muricata* secas por pulverização apresentaram distribuição de partícula com comportamento bimodal evidente, isto é, com dois picos e cada um com um tamanho predominante (Figura 1, Tabela 2). Esta característica é favorável para o microencapsulado, proporcionando a pequenas partículas penetrarem em interstícios presentes entre partículas maiores, fazendo com que o material ocupe menos espaços.

As partículas apresentaram diâmetros variando de 0,48 a 79,43  $\mu\text{m}$  e diâmetro médio em volume D[4,3] de 10,838  $\mu\text{m}$  (Tabela 2).

**Figura 1.** Distribuição de tamanho de partícula do microencapsulado de *Annona muricata* obtida por difração a laser.



Fonte: Autor, 2018.

O índice de polidispersidade do microencapsulado de extrato de *A. muricata* foi igual a 6,414. Quanto menor esse valor mais próximo está o percentual de diâmetro das

partículas, indicando menor variação de tamanho ao longo da amostra, maior será a homogeneidade do diâmetro de partículas no sistema e vice-versa.

**Tabela 2.** Índice de Polidispersidade e diâmetro médio de partículas em volume D[4,3] do microencapsulado de *Annona muricata*.

Índice de Polidispersidade	Tamanho (µm)			
	D (v,0,1)	D (v,0,5)	D (v,0,9)	D [4,3]
6,414	1,135	4,516	30,102	10,838

Fonte: Autor, 2018.

### 3.6.2 Caracterização morfológica do microencapsulado de *A. muricata* por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A secagem por pulverização do extrato de *A. muricata* com polímeros naturais resultou em um pó fino, de cor amarela e pálida. A Figura 2 mostra as fotomicrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das microcápsulas carregadas com extrato de *A. muricata* e microcápsulas formadas apenas pelos agentes encapsulantes.

As micropartículas apresentaram tanto formato esférico, quanto irregular, com superfície lisa e rugosa/ondulada, contínua, homogênea e com tamanho variável, estando de acordo com a análise do tamanho de partículas e com as características das partículas inerentes ao processo de secagem por aspersão (*spray Drying*) (Figura 2 B).

A Figura 2 (microcápsulas placebo) mostra partículas agregadas (A, B, C) e onduladas em maior número quando comparado a Figura 2D (microcápsula de *A. muricata*), sugerindo que a maior viscosidade da formulação e os lipídios contidos no extrato de *A. muricata* estão relacionados com maior número de partículas esféricas e lisas, uma vez que o pó apresentou maior teor de umidade ou hidratação. As Figuras 2C e 2F mostram microencapsulados no estado de coalescência e agregação de particulado na superfície, favorecendo tamanho maior a partícula e menos agregados.

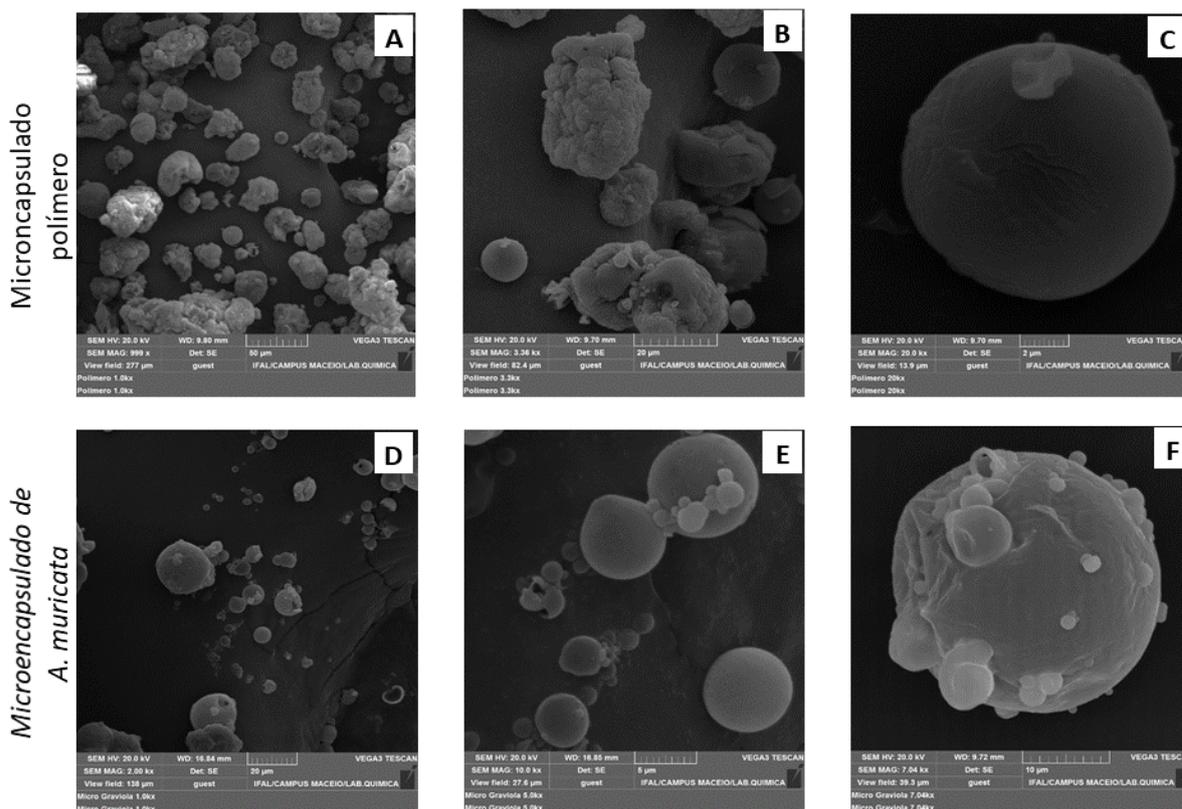
Em geral, a superfície externa dos microencapsulados de *A. muricata* revelou continuidade nas paredes, não foram observadas fissuras aparentes, rachaduras ou interrupções, que são características importantes para garantir menor permeabilidade ao gás, melhor proteção contra oxidação e retenção do extrato (Figuras 2 D e F).

Neste sentido, a MEV vem mostrar que os agentes encapsulantes foram bem incorporados à formulação, ocasionado o aprisionamento do extrato na matriz polimérica,

apresentando resultado satisfatório, uma vez que o extrato é oleoso e dificulta o processo de secagem.

Ao analisar a amostra microencapsulada observa-se a formação de matriz compactada, esse fator ocorre pela presença da gelatina na composição final da formulação.

**Figura 2.** Fotomicrografias dos agentes microencapsulantes e do microencapsulado de *Annona muricata*. Aumento de (A) 990x, (B) 3360x, (C) 20000x, (D) 2000x, (E) 10000x e (F) 7000x



Fonte: Autor, 2018.

### 3.6.3 Estudos Termogravimétricos (TGA)

O processo de termodecomposição é iniciado com o aquecimento e é relativo à perda de água (umidade) ou perda de água de cristalização dos seus componentes (MACEDO et al., 1996). As curvas termogravimétricas do extrato e do microencapsulado de *A. muricata* são mostradas na Figura 3 e Tabela 3, revelando a perda de massa das amostras, proveniente da degradação térmica em múltiplas etapas.

O estudo termogravimétrico do extrato de *A. muricata* revelou 5 processos de decomposição, a partir da avaliação de Tonset (início) e Tendset (fim) em cada etapa. A primeira etapa teve início a 25,30 °C e término a 141,18 °C, com perda de massa de 9,007 %, correspondente à perda de umidade e do solvente etanol residual contido no extrato. A segunda etapa com início de 141,18 °C e final de 278,52 °C com perda de massa

intermediária de 25,545 % proveniente da degradação térmica. A terceira etapa com início na faixa de 278,52 °C e com fim na faixa de 383,71 °C, com degradação ou decomposição térmica mais acentuada com perda de massa de 26,026 %. A quarta e etapa residual teve início na faixa de 383,71 °C e final de 421,12 °C, com perda de massa de 29,688%. A quinta e última etapa teve início a uma faixa de 421,12 °C e final de 700,00 °C, com perda de massa de 8,761%, derivado da perda de voláteis durante a combustão residual. A termodecomposição total correspondeu a perda de massa de 99,025 % e resíduo mineral de 0,975% (Tabela 3 e Figura 3).

**Tabela 3.** Dados termogravimétricos do extrato etanólico, microencapsulado de *Annona muricata* e dos polímeros encapsulantes.

Amostra	Etapas	TG		
		<sup>a</sup> T <sub>i</sub> (°C)	<sup>b</sup> T <sub>f</sub> (°C)	<sup>c</sup> % $\square$ <i>m</i>
Extrato Etanólico de <i>A. muricata</i>	I	25,30	141,18	9,007
	II	141,18	278,52	25,545
	III	278,52	383,71	26,026
	IV	383,71	421,12	29,688
	V	421,12	700,00	8,761
	I-V	25,30	700,00	99,025
Microencapsulado de <i>A. muricata</i>	I	25,00	141,18	6,150
	II	141,18	278,52	16,261
	III	278,52	400,93	35,220
	IV	400,93	487,94	22,709
	V	487,94	894,00	19,748
	I-V	25,00	894,00	100,000
Amido	I	22,00	170,00	11,456
	II	170,00	293,93	2,119
	III	293,93	337,07	60,638
	IV	337,07	897,85	18,842
	I-IV	22,00	897,85	93,055
Gelatina	I	22,95	170,00	13,736
	II	170,00	295,77	10,619
	III	295,77	378,10	34,438
	IV	378,10	897,85	29,297
	I-IV	22,95	895,85	88,091
Maltodextrina	I	22,80	170,00	6,120
	II	170,00	277,17	8,177
	III	277,17	342,00	53,954
	IV	342,00	897,85	24,420
	I-IV	22,80	897,85	93,243
Micro Placedo	I	22,34	141,14	7,680
	II	141,14	291,40	9,022
	III	291,40	346,56	35,845
	IV	346,56	897,85	18,336
	I-IV	22,34	897,85	70,912

<sup>a</sup> Tonset: temperatura de início de perda de massa; <sup>b</sup> Tendset: temperatura final da perda de massa; <sup>c</sup>% $\square$ *m*: perda de massa.

Fonte: Autor, 2018.

A curva termogravimétrica do microencapsulado da *A. muricata* apresentou múltiplas etapas, com um total de 5 etapas de decomposição, a mesma quantidade quando

comparado com o extrato etanólico. A primeira etapa foi de 25,00 a 141,18 °C com perda de massa de 6,150 % derivado da desidratação causada pela umidade contida na matriz polimérica do microencapsulado, apresentando menor percentual de umidade devido a processo de secagem e microencapsulamento pela técnica de secagem *Spray Drying*. A segunda etapa de decomposição ocorreu no intervalo de 141,18 a 278,52 °C, com perda de massa intermediária de 16,261%, proveniente da termodecomposição da amostra. A terceira etapa residual teve início a 278,52 °C e término a 400,93 °C com perda de massa de 35,220 %. A quarta etapa teve início a 400,93 °C e término a 487,94 °C com perda de massa de 22,709 %. A quinta etapa residual teve início a 487,94°C e término a 894,00°C, com perda de massa de 19,748 %. A termodecomposição total correspondeu a perda de massa de 100,00 % (Tabela 3 e Figura 3).

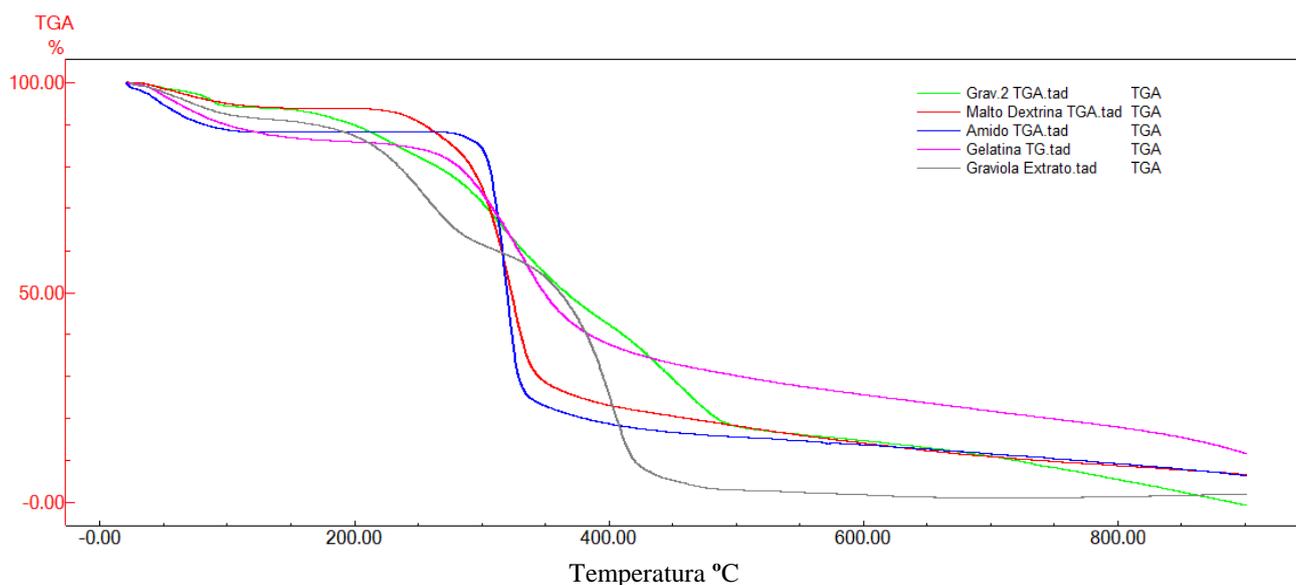
O estudo da curva termogravimétrica do amido apresentou quatro etapas nos processos de decomposição: a primeira teve início a uma temperatura de 22,00 °C e término a 170,00 °C com perda de massa de 11,456 %. O segundo processo ocorreu a uma temperatura entre 170,00 °C a 293,93 °C com perda de massa de 2,119 %. O terceiro teve início a 293,93 °C e término a 337,07 °C, com perda de massa de 60,638 %. A quarta etapa teve a início a 337,07 °C e término a 897,85 °C, com perda de massa de 18,842 %. A termodecomposição total correspondeu a perda de massa de 93,055 % e resíduo mineral de 6,995 % (Tabela 3 e Figura 3).

A curva termogravimétrica da gelatina apresentou quatro processos de decomposição: o primeiro entre 22,95 °C e 170,00 °C com perda de massa de 13,736 %. O segundo ocorreu num intervalo 170,00 °C e 295,77 °C com perda de massa de 10,619 %. O terceiro teve início a 295,77 °C e término a 378,10 °C, com perda de massa de 34,438 %. O quarto teve início a 378,10 °C e término a 897,85 °C, com perda de massa de 29,297 %. A termodecomposição total correspondeu a perda de massa de 88,091 % e resíduo mineral de 11,909 % (Tabela 3 e Figura 3).

No estudo da curva termogravimétrica da maltodextrina que apresentou quatro processos de decomposição: o primeiro teve início a 22,80 °C e término a 170,00 °C com perda de massa de 6,120 %. O segundo processo teve início a 170,00 °C e término a 277,17 °C com perda de massa de 8,177 %. O terceiro teve início a 277,17 °C e término a 342,00 °C, com perda de massa de 53,954 %. O quarto teve início a 342,00 °C e término a 897,85 °C, com perda de massa de 24,420 %. A termodecomposição total correspondeu a perda de massa de 93,243 % e resíduo mineral de 6,757 %.

A curva termogravimétrica do micro placebo (composto de amido, gelatina, maltodextrina e aerosil) apresentou 4 etapas de decomposição, a mesma quantidade quando comparado com os polímeros individuais. A primeira etapa foi de 22,34 a 141,14 °C com perda de massa de 7,680 % derivado da desidratação causada pela umidade contida na matriz polimérica, apresentando menor percentual de umidade devido o processo de secagem e microencapsulamento pela técnica de secagem *Spray Drying*. A segunda etapa de decomposição ocorreu no intervalo de 141,14 a 291,40 °C, com perda de massa intermediária de 9,022 %, proveniente da degradação da termodecomposição da amostra. A terceira etapa residual teve início a 291,40 °C e término a 346,56 °C com perda de massa de 35,845 %. A quarta e última etapa residual teve início a 346,56 °C e término a 897,85 °C com perda de massa de 18,336 %. A termodecomposição total correspondeu a perda de massa de 70,912 % e resíduo de 29,088 °C (Tabela 3 e Figura 3).

**Figura 3.** Curvas de TGA do microencapsulado do extrato etanólico de *Annona muricata* e dos materiais de revestimento aplicados nos estudos de microencapsulação.



Fonte: Autor, 2018.

A adição de uma etapa de decomposição observada na curva termogravimétrica do microencapsulado e do extrato etanólico de *A. muricata*, quando comparado com os polímeros, permite inferir que o extrato microencapsulado conferiu maior estabilidade térmica, podendo ser confirmada com a início das 5 etapas do extrato e microencapsulado que foram maiores do que a encontrada para os polímeros.

### 3.7 Estimativa das CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> do Extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* na mortalidade de *Plutella xylostella*

O extrato etanólico da semente de *A. muricata* apresentou menor toxicidade para a *P. xylostella*, visto que requereu uma concentração maior da quantidade do extrato para causar mortalidade as larvas, apresentando CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> estimadas em 0,204 e 5,675 mL/L, respectivamente. Para o microencapsulado do extrato etanólico, as CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> estimadas foram 0,114 e 4,166 mL/L, respectivamente, apresentando menores concentrações. O microencapsulado foi 1,78 vezes mais tóxico do que o extrato para a CL<sub>50</sub> e foi de 1,36 vezes mais tóxico do que o extrato para a CL<sub>99</sub> (Tabela 4).

**Tabela 4** - Concentração letal (CL) do extrato etanólico de *Annona muricata* e do extrato microencapsulado sobre *Plutella xylostella*.

Produto	N	Inclinação± (EP)	CL <sub>50</sub> (95% IC)	CL <sub>99</sub> (95%IC)	X <sup>2</sup>	RT CL <sub>50</sub>	RT CL <sub>99</sub>
Extrato etanólico	350	1,61±0,15	0,204mL/L (0,158-0,265mL/L)	5,675mL/L (3,179-12,906mL/L)	4,27	-	-
Microencapsulado	350	1,49±0,13	0,114mL/L (0,091-0,142mL/L)	4,166 mL/L (2,362-9,216mL/L)	8,68	1,78	1,36

N = Número de insetos, EP = Erro Padrão da Média, IC = Intervalo de Confiança, CL = Concentração Letal,  $\chi^2$  = Qui-quadrado (significativo ao nível de 5% de probabilidade), RT = Razão de Toxicidade

Fonte: Autor, 2018.

### 3.8 Efeito letal do extrato etanólico e microencapsulado de semente de *Annona muricata* no controle de lagartas de 1º e 3º ínstaes de *Plutella xylostella* em casa de vegetação.

De acordo com a análise, o teste F a 1 % de probabilidade apresentou diferença significativa para todos os fatores, incluindo a interação tratamentos x anos, indicando que os tratamentos foram influenciados pelos anos. Por outro lado, o coeficiente de variação apresentou uma boa precisão experimental, segundo Ferreira (2000).

No período de verão de 2016 para o 1º ínstar, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou a maior mortalidade (100 %) das larvas e não diferiu estatisticamente da CL<sub>99</sub>EXT que apresentou 88,75 % de mortalidade. Mas, diferiram de todos os demais tratamentos. A CL<sub>50</sub>MICRO não diferiu da CL<sub>50</sub>EXT e diferiu do Decis, mesmo apresentando médias de 81,25, 71,25 e 70,00 % de mortalidade, respectivamente (Tabela 5).

Ao comparar as médias da CL<sub>50</sub>EXT com Decis e Azamax observa-se que não houve diferença significativa entre os referidos tratamentos. Já a testemunha apresentou

a menor taxa com 5,00 % de mortalidade diferindo de todos os demais tratamentos (Tabela 5).

**Tabela 5.** Média e comparação da mortalidade de larvas de 1º e 3º ínstars de *Plutella xylostella* em dois anos em casa de vegetação submetidas a Extrato etanólico e microencapsulado da semente de *Annona muricata*.

<b>Tratamentos (1º instar)</b>	<b>Verão (2016)</b>	<b>Inverno (2017)</b>
	<b>Mortalidade</b>	<b>Mortalidade</b>
Testemunha	5,00 ± 0,71a	2,50 ± 0,13a
Decis	70,00 ± 0,76b	55,00 ± 0,33b
Azamax	62,50 ± 0,51b	58,70 ± 0,03b
CL <sub>50</sub> EXT.	71,25 ± 0,84bc	53,70 ± 0,55b
CL <sub>50</sub> MICRO.	81,25 ± 0,76c	60,00 ± 0,42b
CL <sub>99</sub> EXT	88,75 ± 0,75d	100,00 ± 0,34c
CL <sub>99</sub> MICRO	100,00 ± 0,57d	100,00 ± 0,23c
*DP	1,00	
**EP	0,13	
<b>Tratamentos (3º instar)</b>	<b>Verão (2016)</b>	<b>Inverno (2017)</b>
	<b>Mortalidade</b>	<b>Mortalidade</b>
Testemunha	8,70 ± 0,21a	6,20 ± 0,35a
Decis	58,70 ± 0,39b	50,00 ± 0,52b
Azamax	61,20 ± 0,28b	56,20 ± 0,37b
CL <sub>50</sub> EXT.	61,20 ± 0,39b	52,50 ± 0,53b
CL <sub>50</sub> MICRO.	70,00 ± 0,21b	58,70 ± 0,42b
CL <sub>99</sub> EXT.	91,20 ± 0,15c	91,20 ± 0,29c
CL <sub>99</sub> MICRO.	96,20 ± 0,14c	91,20 ± 0,26c
*DP	0,87	
**EP	0,21	

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato etanólico bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente. \*DP = Desvio Padrão\*\*EP = Erro Padrão.

Fonte:( AUTOR, 2018).

No período de inverno de 2017 para o 1º instar, a CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>99</sub>MICRO apresentaram as maiores mortalidades 100 % das larvas diferindo estatisticamente dos demais tratamentos que apresentaram mortalidades inferiores. Não houve diferença entre os demais tratamentos testados. A testemunha apresentou uma taxa de mortalidade de apenas 2,50%.

Observando-se os resultados dos dois experimentos em dois anos, percebeu-se que os tratamentos no verão (2016) e no inverno (2017), apresentaram médias de mortalidade diferentes. No verão a testemunha, Decis, Azamax, CL<sub>50</sub>EXT e CL<sub>50</sub>MICRO apresentaram médias superiores na taxa de mortalidade quando comparadas período de

inverno. Já a CL<sub>99</sub>EXT apresentou um valor inferior no verão e 100% de mortalidade no inverno. No entanto, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou 100% de mortalidade em ambos os anos.

De acordo com o teste F a 1% de probabilidade para lagartas de 3º instar, houve diferença significativa apenas para os tratamentos e para os anos, não havendo diferença significativa a 5% de probabilidade para a interação tratamentos x anos. Por outro lado, o coeficiente de variação apresentou um valor de 14,27 %, o que indica uma boa precisão experimental (FERREIRA, 2000).

Nos dois anos, para lagartas de 3º instar, a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades diferindo estatisticamente dos demais tratamentos (Tabela 5).

No verão (2016) as CL<sub>99</sub>, tanto do microencapsulado como o do extrato orgânico apontaram uma mortalidade de 96,20 e 91,20 % para larvas de 3º instar de *P. xylostella*, respectivamente. Os demais tratamentos não demonstraram diferenças significativas entre si, exceto a testemunha que diferiu de todos os tratamentos com relação a mortalidade de *P. xylostella*

Em relação ao experimento de 2017, a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT. apresentaram a mesma mortalidade de 91,20 % para 3º instar de *P. xylostella*. Os tratamentos CL<sub>50</sub>MICRO, CL<sub>50</sub>EXT, Azamax e Decis não diferiram estatisticamente entre si e evidenciaram mortalidades de 58,70; 52,50; 56,20 e 50,00 %, respectivamente, enquanto a testemunha, foi verificada uma mortalidade 6,20 % diferido dos demais tratamentos (Tabela 5).

De forma geral, para os tratamentos no verão (2016) e no inverno (2017), as médias na taxa de mortalidade de lagartas de 3º instar de *P. Xylostella*, em casa de vegetação apresentaram valores diferentes. No verão a testemunha, Decis, Azamax, as CL<sub>50</sub>EXT e CL<sub>50</sub>MICRO apresentaram médias superiores na taxa de mortalidade quando comparadas com o inverno. Já a CL<sub>99</sub>EXT apresentou a mesma taxa de mortalidade nos dois períodos, com 91,20%. A CL<sub>99</sub>MICRO apresentou de 96,20% de mortalidade para o verão e de 91,20% para o inverno.

### **3.9 Eficiência de extrato etanólico e microencapsulado de semente de *Annona muricata* no controle de 1º e 3º instar de *Plutella xylostella* em condições de campo.**

De acordo com a análise para o 1º instar de *P. xylostella*, o teste F a 1% de probabilidade houve diferença significativa para os fatores individualmente, ou seja, houve diferença significativa para os tratamentos e para os anos. Bem como para a interação tratamentos x anos, indicando que os tratamentos apresentaram variação entre

e nos anos. Já o coeficiente de variação do experimento apresentou um valor de 15,75 %, o que representa uma boa precisão experimental (FERREIRA, 2000).

No verão (2016) a mortalidade das lagartas de 1º ínsta de *P. xylostella* para a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT. foi de 100,00 % o que representou maior mortalidade, não diferindo estatisticamente da CL<sub>50</sub>MICRO que apresentou uma mortalidade de 87,50 %, esse sendo estatisticamente semelhante para os tratamentos CL<sub>50</sub>EXT e Azamax que tiveram 80,00 e 75,00 % de mortalidade, respectivamente. O Azamax diferiu do Decis e da testemunha (Tabela 6).

No inverno (2017), a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou 100,00 % de mortalidade, não diferindo estatisticamente para a CL<sub>99</sub>EXT que obteve 98,70 % de mortalidade de lagartas de 1º ínstar. A CL<sub>50</sub>MICRO foi intermediária com 62,50 % de mortalidade, não diferindo estatisticamente do CL<sub>50</sub>EXT, Azamax e Decis, apresentando assim, os valores de 60,00, 57,50 e 57,50 % de mortalidade, respectivamente. A testemunha diferiu de todos os demais tratamentos, apresentando a menor mortalidade de 7,50 % (Tabela 6).

Em condições de campo, a eficiência das concentrações do extrato etanólico microencapsulado e do extrato etanólico bruto de semente de *A. muricata* apresentaram taxas de mortalidades superiores nos 2 anos agrícolas para lagartas de 1º ínstar de *P. xylostella*. A CL<sub>99</sub>MICRO teve 100 % de mortalidade, o que demonstra que o extrato microencapsulado é mais eficiente na mortalidade de traça-das-crucíferas nos experimentos. O experimento realizado no verão (2016) apresentou as maiores médias para a maioria das concentrações em relação ao inverno (2017), exceto para o Decis que teve a mesma média de 57,50 % nos dois anos e a testemunha teve uma mortalidade de 6,25 % no primeiro ano e 7,50 % no segundo ano (Tabela 6).

De acordo com o teste F a 1 % de probabilidade para lagartas do 3º ínstar de *P. xylostella* houve diferença significativa entre os tratamentos e para a interação tratamentos x anos. Para os anos não houve diferença significativa a 5 % de probabilidade. Em relação ao coeficiente de variação o mesmo apresentou um valor de 11,90 %, o que represente uma boa precisão experimental.

No verão (2016) para larvas de 3º ínstar de *P. xylostella*, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou maior mortalidade com 97,50 %, diferiu do CL<sub>99</sub>EXT. que demonstrou uma mortalidade de 95,00 %. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou 56,20% de mortalidade e não houve diferença estatística do CL<sub>50</sub>EXT, Azamax e Decis, que tiveram mortalidades de 52,50, 57,50 e 55,00 %, respectivamente. A testemunha apresentou a menor mortalidade com um valor de 10,00 %, diferindo de todos os demais tratamentos (Tabela 6).

**Tabela 6** - Média e comparação da mortalidade de larvas de 1º e de 3º instar de *Plutella xylostella* em dois anos em condições de campo com extrato etanólico e microencapsulado da semente de *Annona muricata*.

Tratamentos (1º instar)	Ano 1	Ano 2
	Mortalidade	Mortalidade
Testemunha	6,25 ± 0,17a	7,50 ± 0,15a
Decis	57,50 ± 0,28b	57,50 ± 0,21b
Azamax	75,00 ± 0,05c	57,50 ± 12b
CL <sub>50</sub> EXT	80,00 ± 0,22c	60,00 ± 0,06b
CL <sub>50</sub> MICRO	87,50 ± 0,20cd	62,50 ± 0,21b
CL <sub>99</sub> EXT	100,00 ± 0,15de	98,70 ± 0,19c
CL <sub>99</sub> MICRO	100,00 ± 0,12de	100,00 ± 0,16c
*DP	1,30	
**EP	0,13	

Tratamentos (3º instar)	Ano 1	Ano 2
	Mortalidade	Mortalidade
Testemunha	10,00 ± 0,11a	3,75 ± 0,12a
Decis	55,00 ± 0,21b	62,50 ± 0,25c
Azamax	57,50 ± 0,12b	67,50 ± 0,07c
CL <sub>50</sub> EXT	52,50 ± 0,20b	41,25 ± 0,21b
CL <sub>50</sub> MICRO	56,20 ± 0,11b	61,25 ± 0,15c
CL <sub>99</sub> EXT	95,00 ± 0,11c	97,50 ± 0,14d
CL <sub>99</sub> MICRO	97,50 ± 0,21d	100,00 ± 0,14d
*DP	0,72	
**EP	0,18	

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato etanólico bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente. \*DP = Desvio Padrão \*\*EP = Erro Padrão.

Fonte: (AUTOR, 2018).

No inverno (2017), a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou a maior mortalidade com 100,00 % de eficiência, não diferindo estatisticamente da CL<sub>99</sub>EXT com a mortalidade de 97,5 %. O Decis apresentou mortalidade de 62,50 %, não diferindo estatisticamente do Azamax e CL<sub>50</sub>MICRO que demonstraram uma mortalidade de 67,50 e 41,25 %, respectivamente. A testemunha apresentou a menor mortalidade com um valor de 3,75 %, diferindo de todos os demais tratamentos (Tabela 6).

Em relação à comparação da eficiência das concentrações letais CL<sub>99</sub> do extrato etanólico microencapsulado e do extrato etanólico de semente de *A. muricata* em condição de campo, as taxas de mortalidades foram superiores nos 2 anos agrícolas para lagartas de 3º instar de *P. xylostella*. Para o CL<sub>99</sub>MICRO no verão (2016) teve 97,50% e para o inverno (2017) média de 100,00 %. Já para o CL<sub>99</sub>EXTR média de 95,00 % para o primeiro ano e 97,50 % de mortalidade para o segundo (Tabela 6).

### 3.10 DISCUSSÃO

O estudo do tamanho e da distribuição do tamanho de partícula é uma condição necessária para muitas atividades de produção e processamento envolvendo sistemas de materiais (JILLAVENKATESA et al., 2001).

O conhecimento da distribuição do tamanho de partículas, que consiste em expressar a frequência da quantidade de partículas sólidas em cada faixa de tamanho, que normalmente é dada em fração mássica ou volumétrica, em função dos diferentes diâmetros de partícula encontrados em uma amostra (SATO, 2005). Por isso, a determinação é uma etapa crítica em todos os processos que de alguma maneira envolvam materiais na forma de pós. Caso realizada incorretamente podem ser geradas perdas econômicas decorrentes de produtos de baixa qualidade e de altas taxas de rejeição (JILLAVENKATESA et al., 2001).

Portanto, estando dentro da faixa de tamanho de microencapsulado que são produzidos em secagem por atomização de 5 a 150  $\mu\text{m}$ , (THIES, 1995), são classificadas assim, como microcápsulas que podem oscilar de 0,2 a 5000  $\mu\text{m}$ , segundo AZEREDO (2005), sendo o microencapsulado deste trabalho classificada como microcápsulas.

O tamanho da micropartícula obtida neste estudo foi de menor tamanho quando comparada com os produzidos por SILVA et al. (2012), que relataram um tamanho médio que variou de 15 a 23,3  $\mu\text{m}$  quando a gelatina foi utilizada como agente encapsulante. Essa diferença pode estar associada às diferentes condições de operação do secador de spray, bem como o tamanho da molécula a ser encapsulada. Esta característica é favorável para o microencapsulado, pois, proporcionam as pequenas partículas penetrarem em interstícios presentes entre partículas maiores, fazendo com que o material ocupe menos espaços.

A presença de partículas maiores pode ser atribuída a um começo do processo de aglomeração onde há formação de pontes de ligação irreversíveis para a produção de partículas com maior tamanho (TONON, 2009).

A caracterização de polímeros depende fundamentalmente da determinação de seus parâmetros estruturais e morfológicos, quais sejam: a massa molar média, a polidispersidade, o grau de ramificação, a proporcionalidade entre os comônômeros (para o caso de copolímeros) e outros. Isso porque polímeros produzidos a partir dos mesmos monômeros podem apresentar características estruturais totalmente diferentes e mais importantes que isso, propriedades também distintas (SPERLING, 2006).

A polidispersidade é uma característica de qualquer material polimérico, que é sempre uma mistura. Se essa mistura for de cadeias com massas molares próximas, a polidispersidade será baixa, se a dispersão de massas molares for grande, a polidispersidade será alta. Geralmente se usa o índice de polidispersidade para medir essa característica (FLORENZANO, 2008). Segundo Liu; Wu (2010) o estudo do índice de polidispersidade fornece informações sobre o grau de homogeneidade de uma amostra. Isso indica que quanto menor esse valor, mais próximo está o percentual de diâmetro das partículas, indicando menor variação de tamanho ao longo da amostra, como no presente trabalho para o extrato microencapsulado que apresentou valores semelhantes.

A caracterização morfológica do microencapsulado de *A. muricata* foi realizada pela Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) que tem uma maior profundidade em seu foco, atingindo 3 nm de resolução (300 vezes maior que o microscópio óptico), refere-se a uma sonda de elétrons que é focada sobre a amostra, fazendo uma varredura em linhas paralelas (BORGNER et al., 2007). Por isso, as principais vantagens no seu uso incluem a fácil preparação da amostra, ampla variedade de magnitude, alta profundidade de campo e fácil interpretação das micrografias que são geradas e a diversidade do tipo de informação no processo de microencapsulação. Já as suas desvantagens estão relacionadas na dificuldade de avaliar amostras isoladas e a impossibilidade em examinar amostras hidratadas (JAMES, 2009). A MEV é uma ferramenta importante para o processo de caracterização do extrato etanólico microencapsulado, representando assim, um ponto positivo, uma vez que essa característica representa uma menor permeabilidade das cápsulas a gases, aumentando a proteção e a retenção do material ativo microencapsulado dentro da matriz produzida. Conforme o que foi observado em outros microencapsulados contendo gelatina (BASÍLIO JÚNIOR, 2009).

Em pesquisa realizada com a microencapsulação do óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis*) produzido com inulina ou isolado proteico de soro, embora as partículas não tenham apresentado fissuras, foi observado aspecto rugoso na superfície ao aumentar a concentração de inulina (FERNANDES, et al., 2016).

Deve-se salientar que o processo de termodecomposição começa com o aquecimento e é relativo à perda de água (umidade) ou perda de água de cristalização dos seus componentes (MACEDO et al., 1996).

O conhecimento da termodecomposição dos diferentes polímeros da formulação mostraram perfis de perda de massa entre os componentes com características e temperaturas de decomposição diferentes, podendo-se observar que os componentes das

fórmulas do extrato microencapsulado e extrato etanólico apresentaram 5 etapas de decomposição e o placebo microencapsulado e os polímeros (maltodextrina, gelatina e amido) apresentam quatro etapas sendo que a primeira etapa de decomposição é referente à perda de umidade (MACEDO et al., 1996).

Ao observar as curvas de termodecomposição, a maior parte da massa perdida nas amostras do extrato etanólico, microencapsulado foi na III e IV etapas, com perda de massa de 55,714 % e de 57,929 %, respectivamente. No caso, do amido, gelatina, maltodextrina e micro placebo a maior quantidade de massa perdida foram na etapa III de decomposição com perdas de 60,638; 34,438; 53,954 e 35,845 %, respectivamente.

Souza et al. (2012) relataram que amido apresenta características térmicas que dependem da sua composição química, já que as proporções de amilopectina e amilose presentes no amido influenciam de forma acentuada o comportamento térmico, onde os produtos de reações da amilose com aminoácidos são mais estáveis do ponto de vista térmico que os produtos de reação destes ácidos com amilopectina.

No processo microencapsulação do extrato etanólico de semente de *A. muricata*, dentre os polímeros usados, a maltodextrina foi o que apresentou a maior concentração, por ser um amido especial e que apresenta boa capacidade de proteção dos materiais encapsulados, sendo este fato atribuído à sua capacidade de formar filme, às suas propriedades plásticas e ao seu poder redutor (ELNAGGAR et al., 2010). Alguns estudos provam que a maltodextrina é utilizada por apresentar, além do baixo custo, a baixa higroscopicidade, evitando a aglomeração das partículas, efeito antioxidante e por se destacar na retenção de voláteis na faixa de 65 a 80 % (SHAHIDI e HAN, 1993).

A atividade da ação inseticida de extratos vegetais no controle de *P. xylostella* já é bastante conhecida na literatura (JESUS et al., 2011; TRINDADE et al., 2013); ao mesmo tempo que, já se conhecem a bioatividade da *A. muricata* sobre as traças-das-crucíferas (GOMES et al., 2016; TRINDADE et al., 2018), o que também foi constatado neste presente estudo. Quando foi analisado o efeito letal dos extratos (Tabela 5), foi perceptível que o microencapsulado de *A. muricata* apresentou concentração inferior ao extrato etanólico. Resultados semelhantes também foram observados por Gavanji et al. (2013), ao avaliarem a eficiência de nanopartículas de enxofre sobre o ácaro *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae), estes autores observaram que as nanopartículas de enxofre em comparação com o enxofre, apresentaram efeitos mais significativos sobre adultos e ninfas de *T. urticae*, com concentrações letais menores para as nanopartículas de enxofre, tanto nos bioensaios laboratoriais como em casa de vegetação.

No entanto, no que se trata sobre a comparação da eficiência do extrato etanólico de *A. muricata* e seu microencapsulado foi percebido nos testes de mortalidade (Tabelas 5 e 6), que os tratamentos CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>50</sub>EXT e CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>99</sub>MICRO apresentaram valores de mortalidades similares entre cada ano, quando comparados entre si. De acordo com os dados observados, foi percebido que ao microencapsular o extrato etanólico de *A. muricata* possivelmente a ação inseticida não foi alterada, pois o mesmo continuou eficiente, pois, muitas vezes ao microencapsular alguns tipos de elementos, podem ocorrer algumas alterações, incompatibilidades e aparência modificada, como também suas propriedades químicas ou físico-químicas (SHAHIDI; HAN, 1993). Esse mesmo comportamento foi observado por Gomes et al. (2016), ao avaliarem a ação da CL<sub>50</sub> dos extratos etanólico de *A. muricata* e microencapsulados da semente de *A. muricata* sobre a traça-das-crucíferas, o qual não foi constatado diferença significativa na mortalidade sobre larvas de 1º ínstar da praga, mesmo estes autores utilizando a goma arábica com agente microencapsulante, diferentemente do presente estudo, foi observado resultados semelhantes na mortalidade da *P. xylostella*. Mostrando assim, que a microencapsulação conserva o princípio ativo do extrato.

Marcomini (2009), avaliando a bioatividade de nanoformulações de neem sobre *Spodoptera frugiperda*, (J.E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae), verificou mortalidade larval entre 40 a 46% nas concentrações de 0,5 e 0,75g e redução de peso médio de lagartas quando utilizado nanoformulações com nim em sua dieta artificial. Silva (2005), também ao avaliar nanocápsulas e emulsão de neem a 1% sobre lagartas de *S. frugiperda* constatou que houve mortalidade de 90 a 100%.

No experimento de comparação de mortalidade de lagartas de 3º instar (Tabela 5), também não foi observado diferença na mortalidade das CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>50</sub>EXT e CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>99</sub>MICRO, independente do ano de avaliação. Indicando que os extratos das CL<sub>50</sub>MICRO, CL<sub>50</sub>EXT, CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>99</sub>MICRO não perderam sua capacidade inseticida. Segundo Trindade et al. (2014), os primeiros ínstars larvais, geralmente são mais suscetíveis à ação dos metabólitos secundários da planta, isso pelo contato direto através da ingestão do produto durante a alimentação inicial. No entanto, no presente estudo, não foi observado este comportamento, pois, os extratos etanólicos de *A. muricata* e seu microencapsulado apresentaram mortalidade similar para lagartas de 1º e 3º instares (Tabelas 3 e 5). Nota-se que o tratamento químico Decis apresentou eficiência de mortalidade larval inferior aos tratamentos CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>99</sub>MICRO, sugerindo sua baixa eficiência no controle de *P. xylostella*. A baixa eficiência do produto comercial Decis,

observada no presente estudo, pode ser elucidada pelo fato de uma provável obtenção de resistência do inseto a esse grupo químico, como foi descrito por Castelo Branco; Amaral (2002), em populações de traça das crucíferas, em Brasília, Distrito Federal.

Quanto à comparação de mortalidade de lagartas de 1º e 3º ínstars de *P. xylostella* não foi observado diferença nas avaliações em casa de vegetação e campo (Tabelas 5 e 6), mostrando mais uma vez que o extrato de *A. muricata* e seu microencapsulado não perderam sua eficiência, mesmo sujeitos as intempéries do ambiente, como umidade, radiação, temperatura e etc., estes ainda continuaram causando alta mortalidade, principalmente nos testes de casa de vegetação e campo. A baixa persistência dos extratos vegetais apresenta-se como vantagem e ao mesmo tempo limitação do seu uso como planta inseticida. Devido às características de baixo impacto ambiental e de baixa toxicidade aos organismos benéficos e aos mamíferos, formas alternativas de prolongar o efeito dos princípios ativos são almejadas (FERREIRA, 2012).

Kanis et al. (2012), expuseram que o microencapsulados de *Copaifera* sp. (Leguminosae) apresentaram redução de atividade no primeiro dia, porém a ação inseticida permaneceu acima dos 40 % por 17 dias. A redução da atividade no primeiro dia pode ser explicada pelo fato do microencapsulado liberar o princípio ativo lentamente, diferentemente do extrato puro, onde o princípio ativo é liberado todo de uma só vez. Diferentemente dos dados de Kanis et al. (2012), não foi possível fazer esta afirmação no presente trabalho, entretanto, é perceptível que o microencapsulado de *A. muricata* continuou liberando seus princípios ativos, provavelmente igual ao extrato etanólico de *A. muricata*, pelo menos nas primeiras avaliações. Contudo, muitos trabalhos ainda precisam ser realizados, principalmente aqueles voltados para a avaliação da persistência do microencapsulado em campo.

Carvalho (2012), ao avaliar a eficácia de 19 nanoformulações a base de derivados de neem no controle de ninfas de *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae), biótipo B através da ação sistêmica do ingrediente ativo liberado. Duas nanoformulações foram escolhidas (NC L5-2 e NC L6-1) por ocasionarem mortalidade similar ao do óleo comercial de neem. A ação sistêmica do óleo e das nanoformulações depende das condições ambientais em que são aplicadas e que as nanoformulações são bioativas por 30 dias após a aplicação.

O encapsulamento do extrato etanólico da semente de *A. muricata* dentro de membranas ou parede de polímeros melhora a eficiência, uma vez que, este método protege o princípio ativo contra distintas reações, podendo controlar também a taxa de liberação

dos compostos e prevenindo assim, as perdas de compostos voláteis. O microencapsulamento também aumenta a estabilidade do extrato no ambiente, impedindo a contaminação do ambiente e de agricultores. Além disso, a microencapsulação pode converter extratos líquidos em pó, que pode facilitar na manipulação e preparo da calda de aplicação no campo (RIYAJAN; SAKDAPIPANICH, 2009).

### 3.9 CONCLUSÕES

A microencapsulação por *Spray Drying* mostrou-se eficiente na encapsulação do extrato de *A. muricata*, com a obtenção de produto com qualidade que permite aplicá-los com eficiência sobre *P. xylostela*;

O índice de polidispersão do microencapsulado apresentou micropartículas lisas, sem rachaduras e com pouca variação de tamanho ao longo da amostra, boa estabilidade térmica em relação ao extrato de *A. muricata* microencapsulado;

A CL<sub>99</sub> de microencapsulado de extrato etanólico de *A. muricata* apresentou eficiência de mortalidade de lagartas 1º e 3º instares de *P. xylostella* nos dois ambientes;

O microencapsulado de *A. muricata* apresentou potencialidades para o controle de lagartas de 1º como 3º instares de *P. xylostella*, tanto em condições de casa de vegetação quanto de campo;

As CL<sub>50</sub> do extrato etanólico de *A. muricata* e do microencapsulado apresentaram mortalidades semelhantes aos produtos comerciais Azamax e Decis.

## REFERÊNCIAS

- ASBAHANI, E.A. et al. Essential oils: from extraction to encapsulation. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 483, p.220-243, 2015.
- AZEREDO, H.M.C. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e Nutrição**, v. 16, n. 1, p. 89-97, 2005.
- BASÍLIO JÚNIOR, I.D. **Desenvolvimento e validação de metodologias analíticas para produtos de *Mentha piperita* L. obtidos de diferentes tecnologias farmacêuticas**. 177f. 2009. Tese (Doutorado em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, PB, 2009.
- BLISS, C.I. The method of probits. **Science**, v. 79, p. 38-39, 1934.
- BOGNER, A. et al. A history of scanning electron microscopy developments: towards “wet-stem” imaging. **Micron**, v. 38, n. 4, p. 390-401, 2007.
- CARVALHO, S.S. **Avaliação do efeito sistêmico de nanoformulações a base de derivados de *nimAzadirachta indica* A. Juss) sobre *Bemisiatabaci*(Genn.) biótipo B (Hemiptera: Aleyrodidae) em tomateiro**. Piracicaba, 2012. 78f. Dissertação de Mestrado. Escola Superior Luiz de Queiroz, 2012.
- CASTELO BRANCO, M.; AMARAL, P.S.T. Inseticidas para controle da traça-das-crucíferas: como os agricultores os utilizam no Distrito Federal. **Horticultura Brasileira**, v.20, n. 3, p. 410-415, 2002.
- CASTELO BRANCO, M. et al. Uso de inseticidas para o controle da traça-do-tomateiro e traça-das-crucíferas: um estudo de caso. **Horticultura Brasileira**, v. 19, n. 1, p.60-63, 2001.
- CLOYD, R.A; CHIASSON, H. Activity of an essential oil derived from *Chenopodium ambrosioides* on greenhouse insect pests. **Journal of Economic Entomology**. v.100, p.459-466, 2007.
- ELNAGGAR, Y.S.R.; EL-MASSIK, A.M.; ABDALLAH O.Y. EBIAN, A.E.R. **Maltodextrin: a novel excipient used in sugar-based orally disintegrating tablets and phase transition process**. AAPS Pharm Sci Tech, 11, 645-651 (2010).

- FERNANDES, R.V.B. et al. Comportamento de óleo essencial de alecrim microencapsulado por *spray drying* em diferentes umidades relativas. **Ciência Agrícola**, v. 14, n. 1, p. 73-82, 2016.
- FERREIRA, F.T.R., VENDRAMIM, J.D.; FORIM, M.R. Bioatividade de nanoformulações de nim sobre a traça-do-tomateiro. **Ciência Rural**, v. 42, p. 1347-1353, 2012. <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-84782012000800003>.
- FERREIRA, P.V. Estatística experimental aplicada à Agronomia. 3º Ed-Maceió: **ADUFAL**, 2000. 422p.
- FILGUEIRA, F.A.R. **Novo manual de olericultura: agrotecnologia moderna na produção e comercialização de hortaliças**. 3. ed. Viçosa. MG: Universidade Federal de Viçosa, 421p. 2008.
- FLORENZANO, F.H. Perspectivas Atuais para a Obtenção Controlada de Polímeros e sua Caracterização. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 18, n. 2, p. 100-105, 2008.
- GAVANJI, S. et al. Comparative acaricidal efficacy of sulfur and nano sulfur against *Tetranychus urticae*. **International Journal of Scientific Research in Inventions and New Ideas**, v. 1, n. 2, p. 23-28, 2013.
- GHARSALLAOUI, A. et al. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, p. 1107-1121, 2007.
- GOGOS, K. KNAUER, T.D. BUCHELI, **Journal of Agricultural Food Chemistry** v. 60, p. 9781-9792, 2012.
- GOMES, I.B. et al. Bioactivity of microencapsulated soursop seeds extract on *Plutella xylostella*. **Ciência Rural**, v. 46, n. 5, p. 771-775, 2016.
- GOMES, I.B. **Toxicidade e Formulação de Extratos de *Annona muricata* L. (Annonaceae) para o Controle de *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae)**. 2013. 88f. Dissertação (Mestrado em Proteção de Plantas) - Universidade Federal de Alagoas, Rio Largo, AL, 2013.
- GRZYWACZ, D. et al. Current control methods for diamondback moth and other brassica insect pests and the prospects for improved management with lepidopteran-

resistant Bt vegetable brassicas in Asia and Africa. **Crop Protection**, v. 29, p. 68-79, 2010.

HERNANDÉZ, C.R.; ANGEL, D.N. **Anonáceas con propiedades insecticidas**. In: SÃO JOSÉ, A.R.; SOUZA, I.V.B.; MORAIS, O.M. & REBOUÇAS, T.N.H. Anonáceas produção e mercado (pinha, graviola, atemóia e cherimóia). p. 229-239, 1997.

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

ISMAN, M. B.; SEFFRIN, R. Natural insecticides from the *Annonaceae*: a unique example for developing biopesticides. In: SINGH, D. (Ed.). **Advances in plant biopesticides**. Amsterdam: Springer, 2014. V. 15, Chap. 2, p. 21-33, 2014.

JAMES, B. Advances in “wet” electron microscopy techniques and their application to the study of food structure. **Trends in Food Science & Technology**, v.20, p. 114-124, 2009.

JESUS, F.G. et al. Efeito de plantas inseticidas no comportamento e biologia de *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae). **Arquivo do Instituto de Biologia**, v.78, n.2, p. 279-285, 2011.

JILLAVENKATESA, A. et al *Particle Size Characterization*. **NIST Recommended Practice guide** - Special Publication 960-1, Washington, 2001.

KANIS, L..A. et al. Larvicidal activity of *Copaifera* sp. (Leguminosae) oleores in microcapsules against *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) larvae. **Parasitol Research Journal**, v. 2, p. 48-51, 2012.

KHALIQ, A.; ATTIQUE M.N.R.; SAYYED, A.H. Evidence for resistance to pyrethroids and organophosphates in *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) from Pakistan. **Bulletin of entomological research**, v. 97, p. 191-200, 2007.

LIU, C.H.; WU, C.T. Optimization of nanostructured lipid carriers for lutein delivery. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 353, n. 2-3, p. 149-156, 2010.

- MARCOMINI, A.M. **Bioatividade e efeito residual de nanoformulações de nim sobre *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith)**. 2009. 82f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade de São Paulo Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Piracicaba, SP, 2009.
- MEDEIROS, C.A.M.; BOIÇA JUNIOR, A.L.; TORRES, A.L. Efeito de extratos aquosos de plantas na oviposição da traçadas-crucíferas, em couve. **Bragantia**, v.64, n.2, p.227-232, 2005.
- MONNERAT, R.G. et al. Caracterização de populações geograficamente distintas da traça-das-crucíferas por susceptibilidade ao *Bacillus thuringiensis* Berliner e RAPD-PCR. **Horticultura Brasileira**, v. 22, p. 607-609, 2004.
- NEVES, R.C.S. Avaliação do potencial acaricida de óleos essenciais de plantas aromáticas que ocorrem no bioma de Pernambuco sobre o ácaro rajado (*Tetranychus urticae*). **Dissertação de mestrado**. UFRPE, Recife, 2013.
- RAI, M.; INGLE, A. Role of nanotechnology in agriculture with special reference to management of insect pests. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 94, n. 2, p. 287-293, 2012.
- RAJENDRAN, S.; SRIRANJINI, V. Plant products as fumigants for stored-product insect control. **Journal of Stored Products Research**, v.44, p.126-135, 2008.
- REIS, P. R. et al. Seletividade de agroquímicos ao ácaro predador *Iphiseiodes zuluagai* Denmark & Muma (Acari: Phytoseiidae). **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, v. 27, p. 265-274, 1998.
- RIYAJAN S. A., SAKDAPIPANICH J.T. Development of a controlled release neem capsule with a sodium alginate matrix, crosslinked by glutaraldehyde and coated with natural rubber. **Polym Bull.**, v. 63, n. 4, p. 609–622, 2009.
- SARFRAZ, M.; KEDDIE, B.A. Conserving the efficacy of insecticides against *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae). **Journal of Applied Entomology**, v. 129, p. 149-157, 2005.
- SAS® Statistical Analysis System, **SAS Institute Inc.**, 2003.

SATO, M.E. et al. Toxicidade diferencial de agroquímicos a *Neoseiulus californicus* (McGregor) (Acari: Phytoseiidae) e *Tetranychus urticae* Koch (Acari: Tetranychidae) em morangueiro. **Neotropical Entomology**, v. 31, n. 3, p. 449-456, 2002.

SHAHIDI, F.; HAN, X.Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 501-547, 1993.

SILVA, A.D. **Ação inseticida de óleo de Nim, *Azadirachta indica* nas formulações de nanocápsula, pó molhável e concentrado emulsionável sobre *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae)**. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias – Agronomia. Jabotical – SP. 2005.

SILVA, P.T.S. et al. Microencapsulation: Concepts, Mechanisms, Methods and Some Applications in Food Technology. **Ciência rural**. v. 44, n. 7, p. 1304–11, 2014.

SPERLING, A. J. et al. Motion perception deficits and reading impairment. **Psychological Science**. **Reading Journal Club**, v. 17, 1047-1053. 2006.

SOUZA, P. M. S. et al. Desenvolvimento de nanocápsulas de poli-ε-caprolactona contendo o herbicida atrazina. **Química Nova**. v. 35, n. 1, p. 132–137, 2012.

THIES, C., 1995. **How to Make Microcapsules Lecture and Laboratory Manual**. St. Louis, MO.

THIES, C. How to make microcapsules combined lecture and laboratory manual. Sant Louis: Thiestechnology, 2011.

TONON, R.V.; GROSSO, A.R.F.; HUBINGER, M.D. Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. **Food Research International**, v. 44, p. 282-289, 2011

TRINDADE, R.C.P. et al. Toxicity of soursop extracts to diamondback moth. **Bioscience Journal**, v. 34, n. 1, p. 104-111, 2018.

TRINDADE, R.C.P.; ARAÚJO-JÚNIOR, J.X.; GOULART SANT'ANA, A.E.G.; AQUINO, P.G.V.; SOUSA, R.S.S.; COSTA, A.P.A.A. Utilização de extratos aquosos de *Aspidosperma macrocarpum* sobre diferentes estágios de lagartas da traça-das-crucíferas. **Ciência Agrícola**, v.12, n.1, p.21-26, 2014.

TRINDADE, R.C.P; LIMA, I. SANT'ANA, A.E.G.; SILVA, P.P. Atividade de extratos de plantas na mortalidade de lagartas da traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* L. (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE. **Ciência Agrícola**, v. 11, n. 1, 2013.

ZAGO, H.B. et al. Resistance and behavioural response of *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) populations to *Bacillus thuringiensis* formulations. **Pest Management Science**, v. 70, p. 488-495, 2014.

ZALUCKI, M.P. et al. Estimating the Economic Cost of One of the World's Major Insect Pests, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae): Just How Long is a Piece of String? **Journal of Economic Entomology**, v. 105, p.1115-1129, 2012.

#### **4 Efeito residual de extrato etanólico e de microencapsulado de *Annona muricata* L. (Annonaceae) sobre *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) em condições de casa de vegetação e campo**

##### **RESUMO**

A cada dia, o uso de plantas inseticidas que causam um menor efeito contaminante sobre o ambiente vêm aumentando e o processo de microencapsulamento de inseticidas botânicos pode favorecer essa redução. A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae), é a mais importante praga de brássicas no mundo, principalmente por curto ciclo, sua fácil dispersão, e grande capacidade de desenvolver resistência a inseticidas. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito residual de extrato etanólico e do extrato microencapsulado de sementes de *A. muricata* em condições casa de vegetação e de campo sobre *P. xylostella*. O desenvolvimento do microencapsulado foi realizado com o extrato etanólico, utilizando o aparelho de modelo BUCHI Mini Spray Dryer B-290. Os polímeros utilizados foram: amido, maltodextrina, gelatina e aerosil. As concentrações letais estimadas para o extrato etanólico foram:  $CL_{50} = 0,204$  e  $CL_{99} = 5,675$  mL/L. Para o microencapsulado foram:  $CL_{50} = 0,114$  e  $CL_{99} = 4,166$  mL/L. Levando em consideração avaliação do efeito residual, o tratamento com a  $CL_{99}$ MICRO é mais eficiente, pois apresenta mortalidades superiores, tanto no 1º como no 3º instar, em todo período avaliado e em todos os ambientes. A  $CL_{99}$ EXT foi o segundo mais eficiente e a  $CL_{50}$ MICRO foi superior aos produtos comerciais Azamax e Decis. O microencapsulado de *A. muricata* apresentou potencialidades para o controle de lagartas de 1º e 3º instar de *P. xylostella*, tanto em casa de vegetação como em campo, independentemente do ano. O microencapsulamento de *A. muricata* mantém sua ação inseticida, tornando-se assim, uma alternativa promissora para o controle da traça-das-crucíferas.

**Palavra-chave:** Traça-das-crucíferas; Microencapsulação; Mortalidade.

**Residual effect of ethanolic extract and microencapsulated of *Annona muricata* L. (Annonaceae) on *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) under greenhouse and field conditions**

**ABSTRACT**

Each day, the use of insecticidal plants, which cause a lower polluting effect on the environment and the microencapsulation of bioactive substances favors this reduction. The crucifer's moth, *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Plutellidae), is the most important brassica plague in the world, mainly for short cycle, its easy dispersion, and great capacity to develop resistance to insecticides. Therefore, the use of extracts of plants with insecticidal action, such as the family Annonaceae, such as graviola *A. muricata* L. (Annonaceae). Therefore, the microencapsulation process safeguards and postpones undesirable reactions in the core material, since they partially or completely remove the encapsulated material from the external environment and optimize its effects against the pests. In this way, the objective of this work was to develop and characterize the microcapsulate of ethanolic extract of *A. muricata* and toxicity on *P. xylostella*. The development of the microencapsulated was carried out with the ethanolic extract, using the BUCHI Mini Spray Dryer B-290 model, the polymers used were: starch, maltodextrin, gelatine and aerosil. Afterwards, the characterization of the microencapsulated by the particle size analysis, scanning electron microscopy (SEM) and thermogravimetric studies (TGA) were performed. The CLs estimated for the ethanolic extract and microencapsulated were: CL<sub>50</sub> and CL<sub>99</sub> of 0.204 and 5.675 mL / L and 0.114 and 4.166 mL / L, respectively, with the required ethanolic extract having a higher concentration. Taking into account residual evaluation, it is observed that the treatment with CL<sub>99</sub>MICRO, stood out for presenting higher mortalities, on all evaluated days, CL<sub>99</sub>EXT was the second most efficient and CL<sub>50</sub>MICRO was superior than commercial products Azamax and Decis. The microencapsulation of *A. muricata* presented potentials for the control of caterpillars from 1st to 3<sup>o</sup> instars of *P. xylostella*, both in semi field and field conditions, regardless of the year. Thus, it is concluded that the microencapsulation of the ethanolic extract of the *A. muricata* seed maintains its insecticidal action, even after the microencapsulation, thus becoming a promising alternative for the control of the moth-of-crucifer.

**Keywords:** Diamondback. Microencapsulation. Residual effect.

#### 4.1 INTRODUÇÃO

O uso de extratos vegetais em proteção de plantas apresenta muitas vantagens, quando comparados aos produtos sintéticos, devido ao fato de gerar novos compostos, além de serem menos tóxicos ao meio ambiente, possuírem um amplo modo de ação e de serem derivados de recursos renováveis (FERRAZ; LOPES; AMORA, 2008).

Dentre as várias famílias que apresentam plantas com função de bioenseticias, tem-se a família Annonaceae que se destaca por seu potencial no controle de pragas. Essa família apresenta em sua composição diversas substâncias com potencial inseticida, fungicida e acaricida, entre elas as acetogeninas que são as mais importantes por apresentarem bioatividade contra diversas espécies de insetos. Na família Annonaceae, a espécie *Annona muricata* L., graviola, é atualmente a mais utilizada para o estudo de potencial (KRINSKI et al., 2014).

A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (Linnaeus 1758) (Lepidoptera: Plutellidae) é um micro lepidóptero importante para a agricultura, por ser uma das pragas primárias que mais danificam as culturas de crucíferas no Brasil e em todo o mundo (SHELTON et al., 2008; SRINIVASAN et al., 2012). O maior prejuízo da ocorrência desse inseto refere-se aos gastos com o controle, que somam mais de um bilhão em dólares anualmente (ZALUCKI et al., 2012).

De acordo com Rokka e Rantamaki (2010) a microencapsulação demonstrou ser uma das práticas mais competentes para manter a alta estabilidade e viabilidade em bioenseticias. Importante ressaltar que a tecnologia associada à transformação da liberação de princípios ativos, como fármacos, biopesticidas, corantes e aromatizantes, é ampla. As micropartículas são subdivididas em microesferas e microcápsulas, segundo a sua estrutura.

São chamadas microesferas as partículas compactas formadas por uma rede polimérica, na qual a substância ativa se encontra difundida no seu estado sólido ou molecular. Já as microcápsulas são as partículas formadas por um núcleo interno contendo o agente ativo recoberto por uma camada de polímero de espessura variável. (SILVA, et al., 2015).

Desse modo, o encapsulamento de inseticidas a base de extratos e óleos essenciais de plantas pode ser uma boa estratégia no controle de pragas e doenças, além de ser uma proteção para os agricultores ao atenuar o contato com pesticidas e diminuir o risco de contaminação (SARLAK et al., 2014).

Esse trabalho teve como objetivo principal avaliar o efeito residual de extrato etanólico e do extrato microencapsulado da semente de *A. muricata* em condições casa de vegetação e campo sobre *P. xylostella*.

## **4.2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **4.2.1 Local de execução**

O presente trabalho foi conduzido no Laboratório de Entomologia: Controle Alternativo de Pragas, em casa-de-vegetação e em campo, na área experimental da Unidade Acadêmica Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal de Alagoas (CECA/UFAL), em Rio Largo, AL, de coordenadas geográficas 9° 27' 06" S e 35° 49' 05". E no Laboratório de Tecnologia de Controle de Medicamentos da Universidade Federal de Alagoas, em Maceió, AL.

### **4.2.2 Cultivo de *Brassica oleracea***

Mudas de couve Georgia, *B. oleracea* var. *acephala*, foram adquiridas em casa-de-vegetação, em bandeja de isopor contendo substrato comercial Bioplant® indicado para preparo de zementeira. Após 35 dias, as mudas foram transplantadas para local definitivo em canteiros de alvenaria preenchidos com mistura de terra preta e torta de filtro. Foram adotados tratos culturais segundo Filgueira (2008), exceto a utilização de inseticidas. Folhas de couve foram utilizadas para os experimentos a partir de 40 a 55 dias após o transplântio.

### **4.2.3 Criação de *Plutella xylostella***

A criação e multiplicação de *P. xylostella* foram realizadas em laboratório sob condições de temperatura de  $25 \pm 2$  °C, umidade relativa do ar de  $67 \pm 2$  % e fotofase de 12h, a partir de pupas oriundas de criação do Laboratório de Entomologia Agrícola da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE) e de área de plantio do Centro de Ciências Agrárias em Rio Largo - AL.

Após a emergência, os adultos foram liberados em gaiolas plásticas transparentes circulares (12cm de diâmetro x 15cm de altura) com abertura lateral fechada com tela antiáfídeo. Em cada gaiola foi colocado um pote plástico coberto com espuma umedecida, sobre o qual foi colocado um disco de folha de couve medindo 8 cm de diâmetro para servir de substrato à postura, no sentido de simular a folha em condições de campo e uma

esponja embebida com solução açucarada a 10% na parte superior da gaiola para alimentação de adultos.

Os discos de folhas foram substituídos diariamente e mantidos em placas de Petri de 8 cm de diâmetro até a eclosão das lagartas. Lagartas recém eclodidas, oriundas de posturas realizadas em folhas de couve foram transferidas para recipientes plásticos maiores (20 cm de comprimento x 10 cm de largura x 5 cm de altura) contendo várias folhas de couve. As folhas foram trocadas diariamente até as lagartas atingirem a fase de pupa. As pupas foram transferidas para tubos de vidro de fundo chato (8,5 cm de comprimento x 1,5 cm de diâmetro) fechados com filme plástico transparente. Em cada recipiente foram realizados pequenos furos para que houvesse possibilidade de entrada de oxigênio. A cada 24 horas após a emergência, os adultos foram transferidos para as gaiolas.

#### **4.2.4 Obtenção de extratos de *Annona muricata***

As sementes de graviola foram obtidas no município de Anadia, AL, em fábrica de processamento de frutas para confecção de polpa, lavadas, secas e acondicionadas em sacos de papel Kraft, secas em estufa com circulação de ar a uma temperatura de 60°C por 72 horas, moídas em moinho tipo Wiley e acondicionado em recipiente hermeticamente fechado e devidamente identificado até o momento do preparo dos extratos.

O extrato da semente de graviola foi preparado no Laboratório de Pesquisa em Recursos Naturais do Instituto de Química e Biotecnologia da Universidade Federal de Alagoas/UFAL. Para o preparo do extrato orgânico, primeiramente o pó da semente de graviola foi submetida à extração a frio com hexano [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ ] em percolador de aço inoxidável. Foram utilizados 16 L de hexano em 12,2kg de pó. Essa extração foi rápida com uma duração de 2 horas, foi realizado apenas um ciclo para o extrato hexânico, em seguida foi filtrada. O extrato foi submetido à evaporação do solvente com o auxílio de rotaevaporador a 50°C sob pressão reduzida. Após esse procedimento, o extrato hexânico foi colocado em frasco de vidro previamente pesado e etiquetado e acondicionados em capela aberta para a evaporação máxima do solvente. Foi produzido um total de 2,023L de extrato hexânico.

Após a obtenção do extrato hexânico, sobre a torta resultante foi realizado a extração com etanol ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ), seguindo a mesma metodologia anterior, porém, modificando a quantidade de solvente que foram 15L de etanol no primeiro ciclo, 12 L

no segundo ciclo, 10,50 L no terceiro ciclo e 9,0 L no quarto ciclo, permanecendo no pó por 72 horas, para cada ciclo. Sendo que parte do etanol foi reaproveitado dos ciclos anteriores e a outra parte foi perdido no processo de rotaevaporação (as mesmas sementes foram utilizadas quatro vezes). Foi produzido um total de 3,21 L de extrato etanólico após a extração.

### **4.3 Microencapsulação de extrato de *Annona muricata***

A obtenção do microencapsulado de *A. muricata* foi realizada através da secagem por pulverização, utilizando o aparelho de modelo Buchi® Mini Spray Dryer B-290 (Switzerland), com bico atomizador de 1,0 mm, a uma temperatura de entrada de 200°C e temperatura de 100°C, taxa de alimentação de 10ml<sup>-1</sup>/min. Foram testados para o microencapsulamento diferentes polímeros, em concentrações variadas. Para o processo de encapsulação, inicialmente foi feita uma formulação contendo: Extrato etanólico de *A. muricata*, álcool etílico, água destilada e agentes encapsulantes (amido, gelatina, maltodextrina, dióxido de silício), para cada teste. Depois de vários testes, várias proporções e combinações dos agentes encapsulantes, foi produzido o microencapsulado a base de amido, gelatina, maltodextrina, aerosil, extrato etanólico, água destilada e álcool (99%).

A escolha do percentual de cada polímero foi baseada no teor de matéria-seca, obtido pelo o método gravimétrico, por meio de balança eletrônica de umidade Shimadzu MOC-120H®, com precisão de 1 mg e ajustada com secador de infravermelho. Aproximadamente 1 mL do extrato foi seco sob temperatura de 145°C, até obter perda de umidade inferior a 0,01%. O teor de matéria-seca utilizada foi de 84%. Os percentuais dos agentes encapsulantes utilizados foram: aerosil (5,55%), amido (8,33%); gelatina em pó sem sabor (8,33%), maltodextrina sem sabor (22,22%). A emulsão foi preparada utilizando água destilada a uma temperatura de 40°C, seguido da adição dos agentes encapsulantes e incorporação do extrato. Após a uniformização, adicionou-se o dióxido de silício coloidal. Todo processo ocorreu em agitação magnética constante a 1700rpm. A proporção utilizada de extrato/água destilada/álcool etílico absoluto foi de 50/200/200 mL.

#### 4.4 Estimativas das CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> do extrato etanólico e do extrato microencapsulado de *Annona muricata* sobre *Plutella xylostella*.

Foram realizados pré-testes com os extratos etanólico e extrato microencapsulado de sementes de *A. muricata* em diferentes concentrações para determinar valores próximos do limite inferior, com mortalidade quase nula, e próximos do limite superior, com aproximadamente 100% de mortalidade. Em seguida, as concentrações testadas foram obtidas pela fórmula de BLISS (1934):  $q = (a_n \div a_1)^{1/n+1}$  onde: q = razão da progressão geométrica (pg); n = número de concentrações a extrapolar; an e a1 = limites superior e inferior, respectivamente, da pg. As concentrações testadas para o extrato etanólico foram: 0,031; 0,063; 0,125; 0,250; 0,500; 0,750; 0,820 e 1,00mL/L. Já para as concentrações testadas para o extrato etanólico microencapsulados foram: 0,016; 0,023; 0,046; 0,113; 0,152; 0,305; 0,700 e 0,800mL/L, As soluções dos extratos foram solubilizadas em água destilada acrescentando-se o emulsificante Tween 80 (0,05%). O controle utilizado foi uma solução de água destilada e Tween 80 (0,05%).

Foram confeccionados discos de 8,0 cm de diâmetro com folhas de couve, os quais foram pulverizados com os extratos em diferentes concentrações, utilizando-se torre de Potter (POTTER, 1952) (Burkard, Rickmansworth, UK). A aplicação foi realizada a uma pressão de 5 psi/pol<sup>2</sup> utilizando-se um volume de calda de 2,3 mL, o que corresponde a um depósito de  $1,9 \pm 0,37$  mg.cm<sup>-2</sup>. Esta quantidade aplicada está de acordo com o recomendado pela IOBC/WPRS (International Organization for Biological Control of Noxious Animals and Plants/ West Palearctic Regional Section) e representa o que ocorre no campo (REIS et al., 1998).

Os discos tratados com extrato etanólico e extrato microencapsulado foram distribuídos sobre uma superfície coberta com papel toalha, onde permaneceram ao ar livre para evaporação do excesso de água. Foram colocadas em placas de Petri de 15cm de diâmetro, contendo um disco tratado sobre papel de filtro umedecido com água destilada, para manutenção da umidade, mantidos em laboratório (temperatura de  $26 \pm 2^\circ\text{C}$ , UR de  $60 \pm 10\%$  e fotofase de 12h). Um total de 10 foram transferidas para cada placa (repetição), totalizando 5 repetições por concentração. Após 72 horas a mortalidade larval foi avaliada. As concentrações letais (CL) foram estimadas pelo programa estatístico SAS (SAS Institute, 2003).

#### **4.5 Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de *Annona muricata* sobre o 1° e 3° instares da *Plutella xylostella* em casa de vegetação.**

Os experimentos foram executados em condições de casa de vegetação, em dois anos, novembro de 2016 e agosto de 2017, no qual foi verificada com o auxílio de um termohigrômetro as condições de temperatura e umidade relativa do ar. Para avaliar o efeito residual do extrato etanólico e do extrato etanólico microencapsulado em condição de casa de vegetação, com as concentrações letais estimadas para os dois ínstaes (CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub>), juntamente com os produtos Azamax<sup>®</sup>, Decis<sup>®</sup> e a testemunha. Grupos de 10 plantas de couve por tratamento, totalizando 70 plantas que foram cultivadas em vasos de 2,8L e quando apresentavam, no mínimo, 10 folhas definitivas e foram pulverizadas com as diferentes concentrações utilizando um pulverizador manual (2,0L de capacidade) com volume de calda de 200mL para cada tratamento e aplicada uniformemente em todas as 10 plantas de cada tratamento. As plantas tratadas foram mantidas em casa de vegetação a uma temperatura de  $30,5 \pm 1^\circ\text{C}$  e  $62 \pm 5\%$  de U.R para o ano de 2016 (verão) e temperatura de  $29,5 \pm 1^\circ\text{C}$  e de  $60 \pm 5\%$  U.R. para o ano de 2017 (inverno).

Os intervalos de avaliação do efeito residual dos diferentes tratamentos para o semi campo foram: 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 e 16 dias para o experimento realizado no verão de 2016 e para o experimento realizado no inverno de 2017 foram: 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20 e 22 dias. No dia zero as plantas foram pulverizadas e duas horas após a aplicação foi realizada a inoculação das lagartas.

A cada intervalo de avaliação as folhas de cada tratamento foram destacadas das plantas, identificadas e levadas ao laboratório para serem cortadas em discos de 8 cm de diâmetro e colocadas em placas de Petri, revestidas com papel filtro umedecido, para inocular as lagartas recém eclodidas 1° ínstar e lagartas de 3° ínstar. Após 72 horas foram avaliadas a mortalidade das lagartas de cada instar, em experimentos separados.

Os experimentos da avaliação residual do extrato etanólico e do extrato microencapsulado em condição de casa de vegetação foi em Delineamento Inteiramente Casualizados (DIC) em esquema fatorial (7 x 2 x 5), 7 tratamentos, 2 ínstaes, com 5 repetições, contendo 10 lagartas cada repetição. As médias foram comparadas pelo teste de Tukey através do programa SISVAR.

#### **4.6 Efeito residual do extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* sobre o 1° e 3° instares de *Plutella xylostella* em campo**

O experimento de efeito residual no campo seguiu a mesma metodologia do experimento de semi campo. A diferença é que os vasos contendo as plantas de couve ficaram dispostos em condições ambientais. As condições de campo foram de dezembro de 2016 e junho de 2017. Os dados meteorológicos foram disponibilizados pela Estação Agrometeorológica do CECA-UFAL, Rio Largo - AL.

Os intervalos de avaliação do efeito residual dos diferentes tratamentos foram: 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 e 18 dias para o experimento realizado no verão de 2016. Para o experimento realizado no inverno de 2017 foram: 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 e 16 dias, sendo que para o intervalo 0 (valor zero), as plantas foram pulverizadas na casa de vegetação e levadas ao local definitivo (campo). Duas horas após a realização da aplicação foi feita a inoculação das lagartas.

Os experimentos de avaliação residual do extrato etanólico da graviola no ambiente campo foi em Delineamento Inteiramente Casualizados (DIC) em esquema fatorial (7 x 2), 7 tratamentos, 2 épocas (inverno e verão). As médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade através do programa SISVAR.

#### **4.7 RESULTADOS**

##### **4.7.1 Estimativas das CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> do extrato etanólico e do extrato microencapsulado de *Annona muricata* sobre *P. Xylostella*.**

O extrato etanólico da semente de *A. muricata* apresentou menor toxicidade para a *P. xylostella*, visto que requereu uma concentração maior da quantidade do extrato para causar mortalidade as lagartas, apresentando CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> estimadas em 0,204 e 5,675 mL/L, respectivamente, com intervalo de confiança de (0,158-0,265mL/L) e (3,179-12,906mL/L), respectivamente. Já para o microencapsulado do extrato etanólico, as CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> estimadas foram 0,114 e 4,166 mL/L, intervalo de confiança foram de (0,091-0,142mL/L) e (2,362-9,216mL/L), respectivamente, apresentando menores concentrações e o teste do qui quadrado para o extrato etanólico foi de 4,27 e para o extrato microencapsulado foi de 8,68. As concentrações estimadas para o terceiro ínstar se ajustaram da mesma forma para lagartas de primeiro ínstar.

#### 4.7.2 Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de *Annona muricata* sobre o 1° e 3° instares da *Plutella xylostella* em condição de casa de vegetação em 2016.

De acordo com a Tabela 7, o teste F a 1% de probabilidade demonstrou diferença significativa para todas as fontes de variação, para as interações não houve diferença significativa para tratamentos x ínstaes x dias, tratamentos x dias e ínstaes x dias. O coeficiente de variação foi de 17,88%, justificando assim, uma boa precisão experimental (FERREIRA, 2000).

**Tabela 7** - Análise de variância da mortalidade de larvas de 1° e 3° ínstar de *Plutella xylostella* submetidas ao extrato etanólico e ao microencapsulado de *Annona muricata* em condição de casa de vegetação em 2016.

Fonte de Variação	GL	QM Mortalidade	F	P
Tratamentos	6	538,12**	760,974	0,0001
Instares	1	14,33**	20,258	0,0001
Dias	8	189,29**	267,676	0,0001
Trat x Ins x Dias	48	047 <sup>ns</sup>	0,661	0,9614
Trat x Ins	6	0,41 <sup>ns</sup>	0,581	0,7459
Trat x Dias	48	10,72**	15,173	0,0001
Ins x Dias	8	1,73**	2,450	0,0131
Resíduo	504	0,71	629	
CV%			17,88	

\*\*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,01); \*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,05); NS= Não significativo pelo teste F (P 0,05); CV%= Coeficiente de Variação. Fonte:( AUTOR, 2018).

De acordo com o teste de Tukey a 5 % de probabilidade pode-se concluir:

No dia 0, a CL<sub>99</sub>MICRO e a CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades para o 1° e 3° ínstaes com 100,00 %, diferindo estatisticamente para todos os demais tratamentos. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou a segunda maior média de mortalidade para os dois instares, com 74,00 % para o 1° e não diferiu do Azamax de 70,00 % e não diferiu do Decis. Azamax e CL<sub>50</sub>EXT para o 3° ínstar e não diferiu dos outros tratamentos e da testemunha (Tabela 8).

Para o dia 2, nos dois ínstaes a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT apresentaram a maior mortalidade com 100,00 % de eficiência. Para o 1° instar houve diferença significativa e não diferiu para o 3° instar. Já para a CL<sub>50</sub>MICRO e os demais tratamentos apresentaram médias secundárias para a mortalidade (Figura 4) e (Tabela 8).

**Tabela 8** - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e de 3º instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de casa de vegetação em 2016.

<b>Primeiro Ínstar</b>									
<b>Trat/Épocas</b>	<b>Dia 0</b>	<b>Dia 2</b>	<b>Dia 4</b>	<b>Dia 6</b>	<b>Dia 8</b>	<b>Dia 10</b>	<b>Dia 12</b>	<b>Dia 14</b>	<b>Dia 16</b>
<b>Testemunha</b>	0,00a	4,00a	6,00a	12,00a	2,00a	4,00a	6,00a	6,00a	1,00a
<b>Decis</b>	62,00b	56,00b	46,00b	46,00b	38,00b	40,00b	40,00bc	24,00ab	14,00ab
<b>Azamax</b>	74,00c	62,00b	52,00bc	54,00b	64,00b	44,00b	34,00b	28,00bc	16,00abc
<b>CL<sub>50</sub>Ext</b>	62,00b	58,00b	52,00bc	48,00b	62,00b	38,00b	34,00b	28,00bc	16,00abc
<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	74,00c	70,00b	66,00c	52,00b	70,00b	44,00b	52,00bcd	34,00bc	22,00bc
<b>CL<sub>99</sub>Ext</b>	100,00d	100,00c	100,00d	100,00c	100,00d	66,00c	54,00cd	40,00bc	26,00c
<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	100,00d	100,00c	100,00d	100,00c	100,00d	82,00d	64,00d	48,00d	34,00d

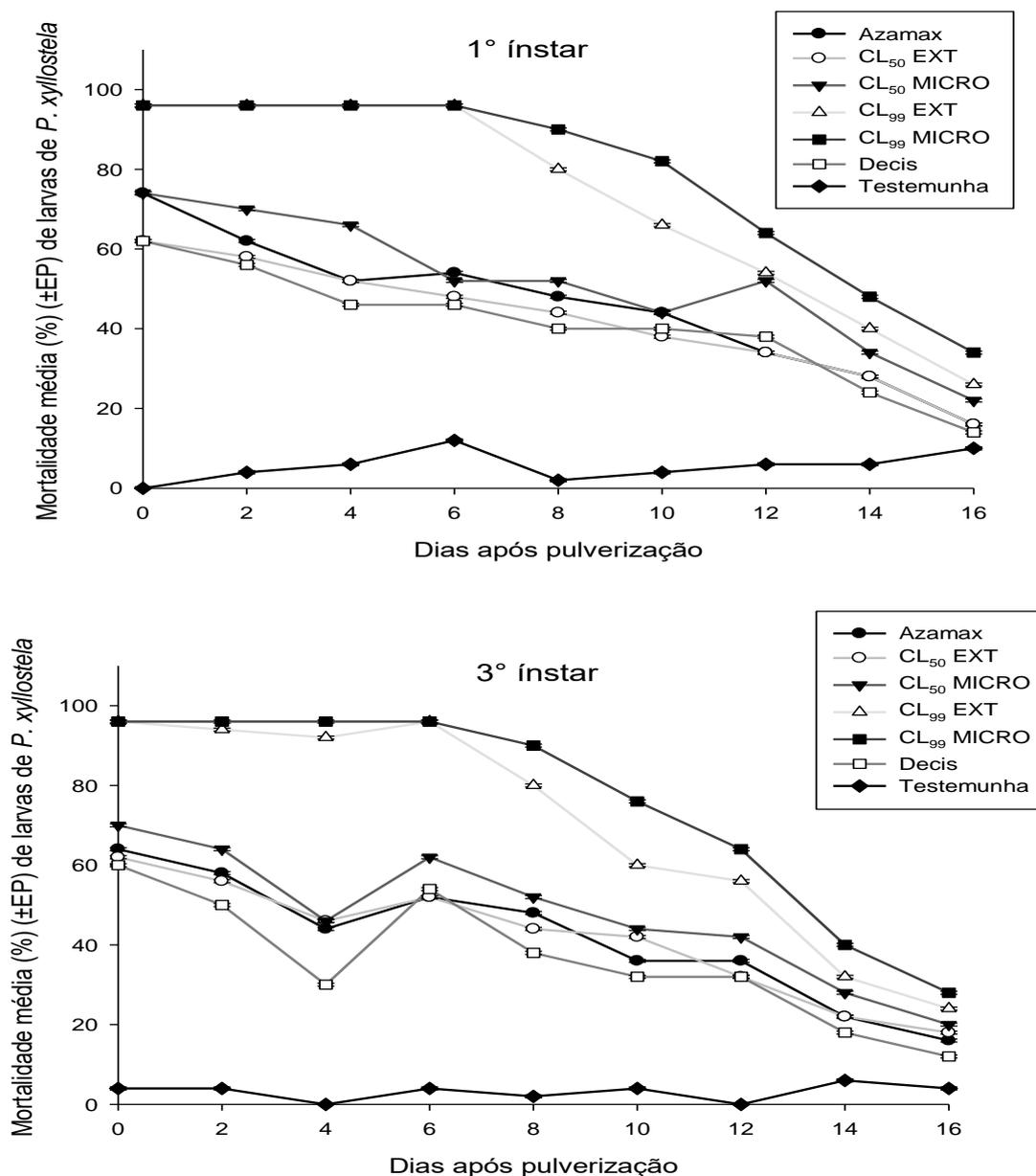
<b>Terceiro Ínstar</b>									
<b>Trat/Épocas</b>	<b>Dia 0</b>	<b>Dia 2</b>	<b>Dia 4</b>	<b>Dia 6</b>	<b>Dia 8</b>	<b>Dia 10</b>	<b>Dia 12</b>	<b>Dia 14</b>	<b>Dia 16</b>
<b>Testemunha</b>	4,00a	4,00a	0,00a	4,00a	2,00a	4,00a	0,00a	6,00a	4,00a
<b>Decis</b>	60,00b	50,00b	30,00b	54,00b	38,00b	32,00b	32,00b	18,00a	12,00ab
<b>Azamax</b>	64,00b	58,00b	44,00bc	52,00b	48,00b	36,00b	36,00b	22,00b	16,00bc
<b>CL<sub>50</sub>Ext</b>	62,00b	56,00b	46,00c	52,00b	44,00b	42,00b	32,00b	22,00b	18,00bcd
<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	70,00b	94,00c	46,00c	62,00b	80,00c	42,00b	44,00bc	28,00bc	20,00bcd
<b>CL<sub>99</sub>Ext</b>	100,00c	100,00c	92,00d	100,00c	52,00b	60,00c	56,00cd	32,00cd	24,00cd
<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	100,00c	100,00c	100,00d	100,00c	90,00d	76,00d	64,00d	40,00d	28,00d

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

No dia 4 a CL<sub>99</sub>MICRO e a CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades para os dois instares, sendo que para a CL<sub>99</sub>MICRO obteve-se 100,00% de mortalidade em ambos e para a CL<sub>99</sub>EXT demonstrou 100,00 % para o 1º e 92,00 % para o 3º instar, diferindo estatisticamente dos demais tratamentos. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou o segundo maior índice de mortalidade para o 1º e 3º instar, respectivamente e não diferindo estatisticamente para a CL<sub>50</sub>EXT e Azamax, por sua vez não diferiram do Decis e testemunha (Figura 4)

**Figura 4** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado *Annona muricata* sobre lagartas de *Plutella xylostella* em condição de Casa de vegetação em 2016: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar.



Fonte: (AUTOR, 2018).

Para o dia 6, a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades, com valores de 100,00 % para ambos os ínstares, diferindo estatisticamente dos demais tratamentos para os dois ínstares. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou a segunda maior mortalidade em ambos ínstares, não diferindo estatisticamente da CL<sub>50</sub>EXT, Azamax, Decis e a testemunha (Figura 4) e (Tabela 8).

No dia 8, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou a maior mortalidade para os dois instares, não diferindo estatisticamente da CL<sub>99</sub>EXT para os dois instares. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou a terceira maior mortalidade para ambos instares, não diferindo estatisticamente para a CL<sub>50</sub>EXT, o Azamax e Decis. A testemunha apresentou a menor mortalidade nos dois instares (Figura 4).

Para o efeito residual em casa de vegetação os dias 10, 12 e 14, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou a maior mortalidade para os dois instares, diferindo estatisticamente da CL<sub>99</sub>EXT em ambos os instares. A CL<sub>99</sub>EXT apresentou a segunda maior mortalidade, diferindo estatisticamente da CL<sub>50</sub>MICRO e não diferindo da CL<sub>50</sub>EXT, Azamax e Decis e testemunha para os dois instares, respectivamente. Em relação ao dia 16, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou mortalidades superiores a todos os demais tratamentos, diferido assim, dos demais tratamentos os instares, respectivamente. (Figura 4).

O efeito residual na mortalidade de *P. xylostella* em condição de casa de vegetação em 16 dias revelou que apenas no 4º dia para o 1º e 3º instar houve diferença significativa para a CL<sub>50</sub>MICRO (F = 14,14; P = 0,0002) e para Decis (F = 9,051; P = 0,0028) e para os demais tratamentos não houve diferença significativa entre os instares.

Os resultados dos experimentos em semi campo no ano de 2016 mostraram diferenças significativas entre os tratamentos para o 1º instar foram: Testemunha (F = 0,09; P < 0,455), Decis (F = 15,41; P < 0,0001), Azamax (F = 22,23; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>EXT (F = 15,44; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>MICRO (F = 20,25; P < 0,0001), CL<sub>99</sub>EXT (F = 58,89; P < 0,0001) e CL<sub>99</sub>MICRO (F = 45,07; P < 0,0001). Já para o 3º instar foram: Testemunha (F = 0,29; P < 0,969), Decis (F = 16,27; P < 0,0001), Azamax (F 14,92; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>EXT (F = 15,82; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>MICRO (F = 19,35; P < 0,0001), CL<sub>99</sub>EXT (F = 60,18; P < 0,0001) e CL<sub>99</sub>MICRO (F = 54,27; P < 0,0001).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade pode-se concluir pela Tabela 3 que:

Para o Azamax no 1º instar o dia 0 apresentou a maior mortalidade, não diferindo do dia 2, que por sua vez não diferiu dos dias 4 e 6, que não diferiram dos dias 8, 10 e 12. No dia 16 houve a menor mortalidade, não diferindo do dia 14.

Para a CL<sub>50</sub>EXT no 1º instar, o dia 0 apresentou a maior mortalidade, não diferindo dos dias 2, 4, 6 e 8, esse último não diferiu dos dias 10, e 12. Os dias 16 e 14 apresentaram as menores mortalidades.

Para a CL<sub>50</sub>MICRO no 1º ínstar no dia 0 ocorreu a maior mortalidade, não diferindo dos dias 2 e 4, esse último não diferindo dos dias 6, 8, 10 e 12. Os dias 16 e 14 apresentaram as menores mortalidades.

Para a CL<sub>99</sub>EXT no 1º ínstar, a maior mortalidade ocorreu nos dias 0, 2, 4 e 6, diferindo das demais avaliações. As menores mortalidades ocorreram nos dias 16 e 14.

Para a CL<sub>99</sub>MICRO no 1º ínstar as maiores mortalidades ocorreram nos dias 0, 2, 4, e 6, não diferindo do dia 8, que não diferiu do dia 10. As menores mortalidades ocorreram nos dias 16 e 14 e não diferindo do dia 12.

Para o 1º ínstar o Decis apresentou a maior mortalidade ocorreu no dia 0, não diferindo dos dias 2, 4 e 6, esse último não diferiu dos dias 8, 10, e 12. As menores mortalidades ocorreram nos dias 16 e 14.

Para a testemunha não houve diferença significativa entre as épocas de avaliação para o 1º ínstar.

Para o Azamax no 3º ínstar o dia 0 apresentou a maior mortalidade, não diferindo estatisticamente dos dias 2, 6 e 8, que por sua vez não diferiu dos dias 4, 10 e 12. Aos 16 dias houve a maior mortalidade e não diferiu para o dia 14 (Tabela 9).

Para a CL<sub>50</sub>EXT no 3º ínstar no dia 0 houve a maior mortalidade, não diferindo dos dias 2, 4 e 6, que por sua vez não diferiram dos dias 8 e 10. Aos 16 dias houve a menor mortalidade, não diferindo estatisticamente para os dias 14 e 12 (Tabela 3).

Para a CL<sub>50</sub>MICRO no 3º ínstar o dia 0 apresentou a maior mortalidade, não diferindo estatisticamente para os dias 2 e 6, esses não diferindo dos dias 4, 8 e 10. No dia 16 houve a menor mortalidade, não diferindo do dia 14 (Tabela 9).

Para o 3º ínstar a CL<sub>99</sub>EXT nos dias 0 e 2 houve a maior mortalidade, não diferindo estatisticamente dos dias 4 e 6, que por sua vez não diferiram do dia 8. A menor mortalidade ocorreu no dia 16, não apresentando diferença significativa para o dia 14 (Tabela 9).

Para o 3º ínstar a CL<sub>99</sub>MICRO nos dias 0, 2, 4 e 6 ocorreram as maiores mortalidades, não apresentando diferença significativa para o dia 8, que por sua vez não diferiu do dia 10. No dia 16 ocorreu a menor mortalidade, não diferindo do dia 14. Já para o 3º ínstar a testemunha não houve diferença significativa para a mortalidade entre os dias de avaliação (Tabela 9).

**Tabela 9** - Médias dos dias x produtos aos 16 dias, do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1° e de 3° instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de casa de vegetação em 2016.

<b>Primeiro Ínstar</b>							
<b>Dias/produtos</b>	<b>Testemunha</b>	<b>Azamax</b>	<b>CL<sub>50</sub>Ext</b>	<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	<b>CL<sub>99</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	<b>Decis</b>
0	4,00a	74,00f	62,00f	74,00e	100,00e	100,00c	62,00e
2	4,00a	62,00ef	58,00ef	70,00e	100,00e	100,00c	56,00de
4	0,00a	52,00de	52,00def	66,00de	100,00e	100,00c	46,00cde
6	4,00a	54,00de	48,00cdef	52,00cd	100,00e	100,00d	46,00cde
8	2,00a	48,00cde	44,00cdef	52,00cd	80,00d	90,00cd	38,00bc
10	4,00a	44,00bcd	38,00bcd	44,00bc	66,00cd	82,00c	40,00bcd
12	0,00a	34,00bc	34,00bc	52,00cd	54,00bc	64,00b	40,00bcd
14	6,00a	28,00ab	28,00ab	34,00ab	40,00ab	48,00ab	24,00ab
16	4,00a	16,00a	16,00a	22,00a	26,00a	34,00a	14,00a

<b>Terceiro Ínstar</b>							
<b>Dias/produtos</b>	<b>Testemunha</b>	<b>Azamax</b>	<b>CL<sub>50</sub>Ext</b>	<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	<b>CL<sub>99</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>99</sub>Micr</b>	<b>Decis</b>
0	10,00a	64,00e	62,00d	70,00f	100,00d	100,00d	60,00e
2	6,00a	58,00de	56,00cd	64,00ef	100,00d	100,00d	50,00de
4	6,00a	44,00cd	46,00bcd	46,00cd	94,00cd	100,00d	30,00bc
6	4,00a	52,00cde	52,00cd	62,00def	92,00cd	100,00d	54,00de
8	2,00a	48,00cde	44,00bc	52,00cde	80,00c	90,00cd	38,00cd
10	12,00a	36,00bc	42,00bc	42,00bc	56,00b	76,00bc	32,00bc
12	6,00a	36,00bc	32,00ab	44,00bc	60,00b	64,00b	32,00bc
14	4,00a	22,00ab	22,00a	28,00ab	32,00a	40,00a	18,00ab
16	0,00a	16,00a	18,00a	20,00a	24,00a	28,00a	12,00a

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

#### **4.7.3 Efeito residual de extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* sobre o 1° e 3° instares de *Plutella xylostella* em condição de campo em 2016.**

De acordo com a Tabela 10 o teste F a 1% de probabilidade pelo teste F, houve diferença significativa para a mortalidade para todas as fontes de variação e suas interações, ou seja, o efeito dos tratamentos sob a mortalidade foi influenciado pelos dias de avaliação e pelos instares. O coeficiente de variação foi de 19,55% de probabilidade.

**Tabela 10-** Análise de variância da mortalidade 1º e 3º ínstar de *Plutella xylostella* submetidas a extrato etanólico e a extrato microencapsulado de *Annona muricata* em condição de campo em 2016.

Fonte de Variação	GL	QM Mortalidade	F	P
Tratamentos	6	541,68**	541,683	0,0001
Instares	1	74,26**	105,124	0,0001
Dias	9	246,81**	349,376	0,0001
Trat x Ins x Dias	54	1,28**	1,813	0,0006
Trat x Ins	6	4,74**	6,714	0,0001
Trat x Dias	54	9,44**	13,368	0,0001
Ins x Dias	9	4,25**	6,025	0,0001
Resíduo	560	0,71		
CV%			19,55	

\*\*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,01); \*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,05); NS= Não significativo pelo teste F (P 0,05); CV%= Coeficiente de Variação.

Fonte:( AUTOR, 2018).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade conclui-se que:

Observa-se que 1º ínstar de *P. xylostella* para os dias 0, 2 e 4, a mortalidade para CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>99</sub>MICRO foram de 100,00%. Em relação a CL<sub>50</sub>MICRO e Azamax apresentaram a segunda maior mortalidade. O Decis e CL<sub>50</sub>EXT diferiram da testemunha, que apresentou a menor mortalidade (Figura 5) e (Tabela 11).

No dia 6, a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades, diferindo estatisticamente dos demais tratamentos e apresentaram diferença significativa para a testemunha. Já para o dia 8, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou maior mortalidade, diferindo estatisticamente da CL<sub>99</sub>EXT e CL<sub>50</sub>MICRO. O Decis, Azamax e CL<sub>50</sub>EXT não diferiram entre si e diferiram da testemunha (Figura5) e (Tabela 11). Para os dias 10, 12 e 14, a CL<sub>99</sub>MICRO demonstrou a maior mortalidade, diferindo estatisticamente dos demais tratamentos e não diferiu da CL<sub>99</sub>EXT no dia 10. A CL<sub>99</sub>EXT apresentou a segunda maior mortalidade e não diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO e que não diferiu do Azamax. O Decis, Azamax e CL<sub>50</sub>EXT apresentaram diferença significativa quando comparados com a testemunha (Figura5) e (Tabela 11).

Em relação ao dia 16, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou a maior mortalidade com 34,00%, não diferindo estatisticamente para a CL<sub>99</sub>EXT que apresentou uma mortalidade de 24,00%, que por sua vez não diferiu do Decis, Azamax, CL<sub>50</sub>MICRO, CL<sub>50</sub>EXT e todos os tratamentos diferiram da testemunha que apresentou uma taxa de 6,00% de mortalidade (Figura5) e (Tabela 11).

**Tabela 11** - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1° e 3° ínstar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de campo no ano de 2016.

<b>Primeiro Ínstar</b>										
<b>Trat./Épocas</b>	<b>0 ° Dia</b>	<b>2° Dia</b>	<b>4° Dia</b>	<b>6° Dia</b>	<b>8° Dia</b>	<b>10° dia</b>	<b>12° dia</b>	<b>14° dia</b>	<b>16° dia</b>	<b>18° dia</b>
<b>Testemunha</b>	10,00a	8,00a	4,00a	6,00a	8,00a	6,00a	4,00a	8,00a	6,00a	10,00a
<b>Decis</b>	68,00b	58,00b	62,00bc	54,00b	50,00b	42,00b	36,00b	22,00ab	12,00ab	12,00a
<b>AZAMAX</b>	70,00b	62,00b	64,00bc	56,00b	54,00b	50,00bc	44,00bc	24,00b	12,00ab	14,00a
<b>CL<sub>50</sub>EXT</b>	82,00b	60,00b	52,00b	44,00b	48,00b	36,00b	30,00b	24,00b	12,00ab	14,00a
<b>CL<sub>50</sub>MICRO</b>	72,00b	78,00c	72,00c	58,00b	62,00bc	50,00bc	40,00b	32,00bc	18,00ab	18,00a
<b>CL<sub>99</sub>EXT</b>	100,00c	100,00d	100,00d	84,00c	70,00c	58,00c	56,00cd	40,00cd	24,00bc	18,00a
<b>CL<sub>99</sub>MICRO</b>	100,00c	100,00d	100,00d	98,00c	96,00d	78,00d	68,00d	52,00d	34,00c	24,00a

<b>Terceiro Ínstar</b>										
<b>Trat./Épocas</b>	<b>0 ° Dia</b>	<b>2° Dia</b>	<b>4° Dia</b>	<b>6° Dia</b>	<b>8° Dia</b>	<b>10° dia</b>	<b>12° dia</b>	<b>14° dia</b>	<b>16° dia</b>	<b>18° dia</b>
<b>Testemunha</b>	6,00a	4,00a	12,00a	6,00a	6,00a	10,00a	2,00a	8,00a	10,00a	8,00a
<b>Decis</b>	54,00b	54,00b	64,00b	48,00b	46,00bc	28,0b	24,00b	20,00ab	16,00a	14,00a
<b>AZAMAX</b>	58,00b	60,00bc	62,00b	52,00bc	52,00cd	34,00b	30,00b	22,00ab	16,00a	16,00a
<b>CL<sub>50</sub>EXT</b>	44,00b	56,00b	62,00b	46,00b	32,00b	32,00b	26,00b	22,00ab	14,00a	14,00a
<b>CL<sub>50</sub>MICRO</b>	58,00b	58,00bc	72,00b	60,00bc	52,00cd	38,00b	32,00b	26,00b	18,00ab	16,00a
<b>CL<sub>99</sub>EXT</b>	92,00c	72,00cd	76,00bc	66,00cd	64,00de	42,00b	36,00b	32,00bc	22,00ab	16,00a
<b>CL<sub>99</sub>MICRO</b>	100,00c	82,00d	90,00c	78,00d	74,00e	66,00c	56,00c	44,00c	32,00b	22,00a

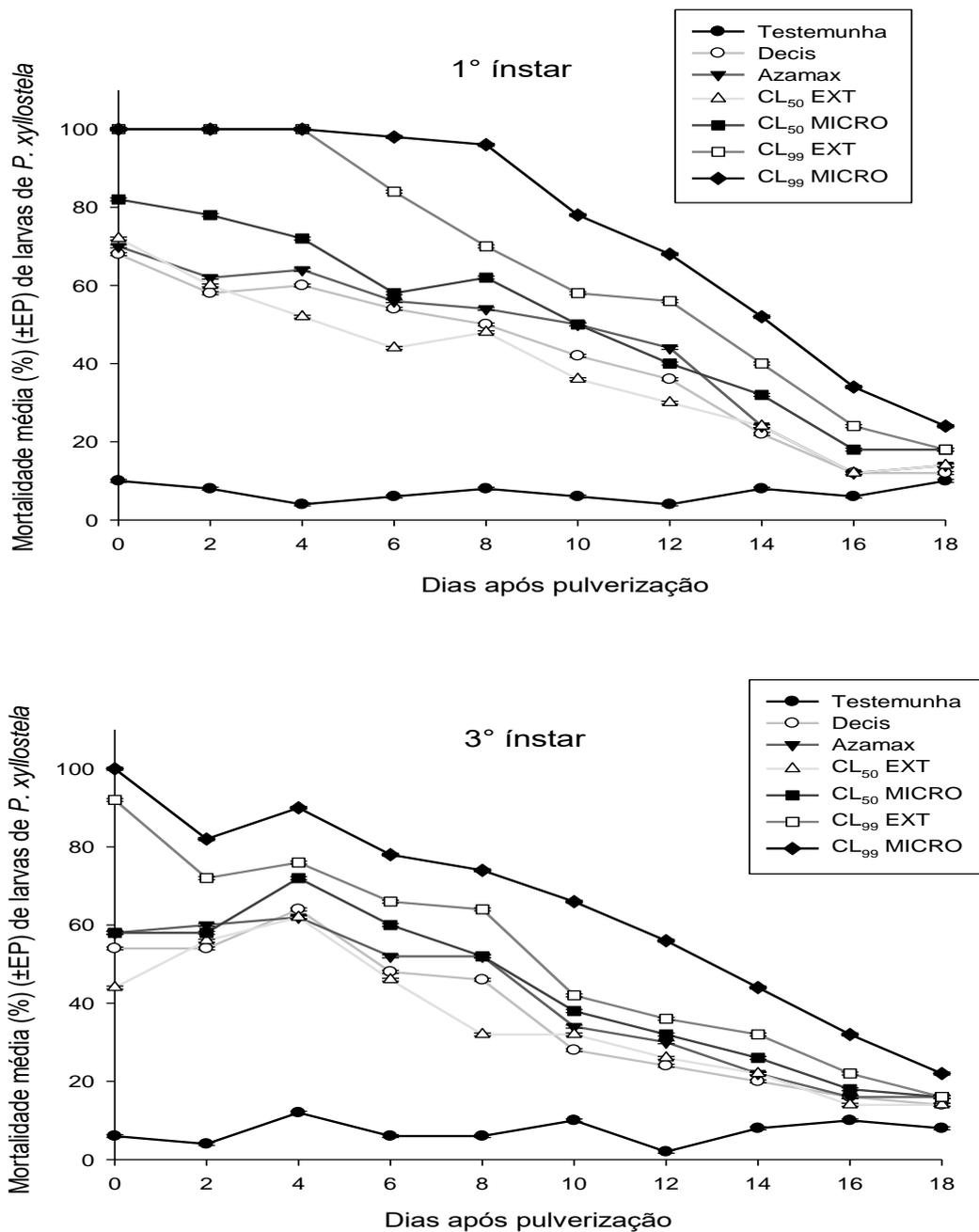
Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

Para o 1° instar para *P. xylostella* no dia 18, mesmo as mortalidades dos tratamentos oscilando entre 24,00% para a CL<sub>99</sub>MICRO e a testemunha apresentando 10,00% de mortalidade não houve diferença significativa entre os tratamentos (Figura 2).

De acordo o tempo letal em condição de campo sobre *P. xylostella* nos dias 0, 2, 4, 6, e 8, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou maior mortalidade não diferindo estatisticamente da CL<sub>99</sub>EXT que evidenciou a 2° maior mortalidade nesse período e diferiu dos demais tratamentos. Já a CL<sub>99</sub>EXT diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO até o 6° dia e não diferiu do 8° dia. A CL<sub>50</sub>MICRO diferiu da CL<sub>50</sub>EXT Decis, Azamax e Esses diferiram da testemunha para larvas de 3 ínstar de *P. xylostela* em condição de campo (Figura5) e (Tabela 11). Em relação aos dias 10 e 12, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou maior mortalidade e diferiu da CL<sub>99</sub>EXT e dos demais tratamentos. No caso da CL<sub>99</sub>EXT não diferiu da CL<sub>99</sub>MICRO e dos demais tratamentos. Esses por sua vez diferiram da testemunha que evidenciou uma mortalidade menor em ambos os dias (Figura5) e (Tabela 11).

**Figura 5** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado *Annona muricata* sobre lagartas de *P. xylostella* em condição de campo em 2016: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar



Fonte: (AUTOR, 2018).

O efeito residual para os dias 14 e 16, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou uma mortalidade e não diferiu da CL<sub>99</sub>EXT que não diferiu estatisticamente da CL<sub>50</sub>MICRO, CL<sub>50</sub>EXT, Decis, Azamax e testemunha. Já para o dia 18 não houve diferença significativa entre os tratamentos. Mesmo a mortalidade a maior foi da CL<sub>99</sub>MICRO com 22,00% e a menor da testemunha com 8,00% de mortalidade.

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade pode-se concluir que:

Os experimentos em condições de campo em 2016 mostraram diferenças significativas entre os tratamentos para o 1º instar foram: Testemunha ( $F = 0,330$ ;  $P < 0,9649$ ), Decis ( $F = 45,978$ ;  $P < 0,0001$ ), Azamax ( $F = 31,410$ ;  $P < 0,0001$ ), CL<sub>50</sub>EXT ( $F = 33,184$ ;  $P < 0,0001$ ), CL<sub>50</sub>MICRO ( $F = 34,855$ ;  $P < 0,0001$ ), CL<sub>99</sub>EXT ( $F = 68,466$ ;  $P < 0,0001$ ) e CL<sub>99</sub>MICRO ( $F = 60,665$ ;  $P < 0,0001$ ). Já para o 3º Foram: Testemunha ( $F = 0,642$ ;  $P < 0,7615$ ), Decis ( $F = 29,683$ ;  $P < 0,0001$ ), Azamax ( $F = 24,439$ ;  $P < 0,0001$ ), CL<sub>50</sub>EXT ( $F = 19,831$ ;  $P < 0,0001$ ), CL<sub>50</sub>MICRO ( $F = 27,132$ ;  $P < 0,0001$ ), CL<sub>99</sub>EXT ( $F = 46,144$ ;  $P < 0,0001$ ) e CL<sub>99</sub>MICRO ( $F = 45,978$ ;  $P < 0,0001$ ).

De acordo com o Azamax no dia 0, 10 e 12 houve maior mortalidade do 1º instar em relação ao 3º instar. Para os dias 2, 4, 6, 8, 14, 16 e 18 não houve diferença significativa entre os instares (Tabela 12).

Em relação a CL<sub>50</sub>EXT, nos dias 0 e 8 houve diferença significativa na taxa de mortalidade entre o 1º instar e 3º instar em relação aos dias 2, 4, 6, 10, 12, 14, 16 e 18 não houve diferença significativa entre os dois instares (Tabela 12).

Para a CL<sub>50</sub>MICRO nos dias 0, 2 e 10 houve diferença significativa entre o 1º instar e o 3º instar. No entanto, para os dias 4, 6, 8, 12, 14, 16 e 18 não houve diferença significativa entre os instares (Tabela 12).

Para a CL<sub>99</sub>EXT nos dias 6, 10, e 12 houve diferença significativa na taxa de mortalidade entre o 1º instar e o 3º instar. Já para os dias 2, 4, 8, 14, 16 e 18 não houve diferença significativa entre os instares (Tabela 12).

De acordo CL<sub>99</sub>MICRO nos dias 2, 6, 8, 10 e 12 houve diferença significativa para a mortalidade entre o 1º instar e o 3º instar. Todavia, para os dias 0, 4, 14, 16 e 18 não houve diferença significativa entre os dois instares (Tabela 12).

Para o Decis a 0, 10 e 12 dias houve diferença significativa para a mortalidade entre o 1º instar e o 3º instar, já em relação aos dias 2, 4, 6, 8, 14, 16 e 18, não houve diferença significativa para os dois instares (Tabela 12).

**Tabelas 12** - médias dos dias x produtos do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1° e 3° instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de campo em 2016.

<b>Primeiro Ínstar</b>							
Dias/ Produtos	Azamax	CL <sub>50</sub> Ext	CL <sub>50</sub> Micro	CL <sub>99</sub> Ext	CL <sub>99</sub> Micro	Decis	Testemunha
0	70,00d	60,00f	72,00ef	100,00f	100,00d	68,00f	10,00a
2	62,00cd	52,00ef	78,00f	100,00f	100,00d	58,00def	8,00a
4	64,00cd	48,00ef	72,00ef	100,00f	100,00d	62,00ef	4,00a
6	56,00bcd	44,00def	58,00de	84,00ef	98,00d	54,00def	6,00a
8	54,00bcd	48,00ef	62,00def	70,00de	96,00d	50,00cde	8,00a
10	54,00bcd	48,00ef	62,00def	70,00de	96,00d	50,00cde	8,00a
12	44,00b	30,00bcd	40,00bc	56,00cd	68,00bc	36,00bc	4,00a
14	24,00a	24,00abc	32,00ab	40,00bc	52,00b	22,00ab	8,00a
16	12,00a	14,00ab	18,00a	24,00ab	34,00a	12,00a	6,00a
18	14,00a	12,00a	18,00a	18,00a	24,00a	12,00a	10,00a

<b>Terceiro Ínstar</b>							
Dias/ Produtos	Azamax	CL <sub>50</sub> Ex <sup>3°</sup>	CL <sub>50</sub> Micro	CL <sub>99</sub> Ext	CL <sub>99</sub> Micro	Decis	Testemunha
0	58,00c	44,00cd	58,00de	92,00e	100,00g	54,00bc	6,00a
2	60,00c	56,00de	58,00de	72,00d	82,00ef	54,00bc	4,00a
4	62,00c	62,00e	72,00e	76,00de	90,00fg	64,00c	12,00a
6	52,00c	46,00cde	60,00de	66,00d	78,00ef	48,00bc	10,00a
8	52,00c	32,00bc	52,00cd	64,00d	74,00ef	46,00b	2,00a
10	34,00b	32,00bc	38,00bc	42,00c	66,00de	28,00a	2,00a
12	30,00ab	26,00ab	32,00ab	36,00bc	56,00cd	24,00a	10,00a
14	30,00ab	26,00ab	32,00ab	36,00bc	56,00cd	24,00a	8,00a
16	16,00a	14,00a	18,00a	22,00ab	32,00ab	16,00a	-
18	16,00a	14,00a	16,00a	16,00a	22,00a	14,00a	-

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

Para a testemunha não houve diferença significativa para os dois instares em nenhuma dos dias avaliados.

#### 4.7.4 Efeito residual de extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* sobre o 1° e 3° instares de *Plutella xylostella* em condição de campo em 2017.

De acordo com a Tabela 13 o teste F a 1% de probabilidade houve diferença significativa para todas as fontes de variação, para as interações houve diferença significativa para Tratamentos x Ínstares x Dias, Tratamentos x dias e Ínstares x Dias, ou seja, as fontes de variação apresentam dependência das outras fontes de variação. O coeficiente de variação foi de 20,16% de probabilidade.

**Tabela 13** - Análise de variância da mortalidade 1º e 3º ínstar de *Plutella xylostella* submetidas a extrato etanólico e a extrato microencapsulado de *Annona muricata* em condição de campo em 2017.

Fonte de Variação	GL	QM Mortalidade	F	P
Tratamentos	6	262,79**	566,983	0,0001
Instares	1	32,91**	71,014	0,0001
Dias	8	212,62**	458,739	0,0001
Trat x Ins x Dias	48	0,57**	1,230	0,1455
Trat x Ins	6	2,76 <sup>ns</sup>	5,968	0,0001
Trat x Dias	48	11,33**	24,450	0,0001
Ins x Dias	8	1,98**	4,292	0,0001
Resíduo	629	0,46		
CV%			20,16	

\*\*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,01); \*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,05);

NS= Não significativo pelo teste F (P 0,05); CV%= Coeficiente de Variação.

Fonte: (AUTOR, 2018).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade pode-se concluir que:

O efeito residual dos experimentos em campo revelou que nos dias 0 e 2, a CL<sub>99</sub>MICRO e a CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades e não diferiram. A CL<sub>99</sub>MICRO apresentou para o 1º e 3º ínstars 100,00% de mortalidade e a CL<sub>99</sub>EXT 100,00% para o 1º nos dois dias e valores menores para o 3º, diferindo estatisticamente para todos os demais tratamentos. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou a segunda maior média de mortalidade para 3º instar e o Azamax para o 1º. Sendo que para o 1º e 3º ínstars não apresentaram diferenças significativas para a CL<sub>50</sub>MICRO e Azamax. Não havendo diferença para CL<sub>50</sub>EXT e Decis e o Decis diferiu da testemunha em ambos os ínstars (Figura 6) e (Tabela 14).

De acordo com os dados coletados nos dias 4, 8, 10 e 12, a CL<sub>99</sub>MICRO e a CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades e diferiram entre si para ambos os ínstars. Para o 1º instar a CL<sub>99</sub>EXT não diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>50</sub>EXT e diferiu do Azamax e Decis. Em relação ao 3º instar CL<sub>99</sub>EXT não diferiu dos demais tratamentos. Já testemunha revelou as menores mortalidades para ambos os ínstars (Figura 6) e (Tabela 14).

Em relação ao dia 6, 14 e 16, a CL<sub>99</sub>MICRO apresentou mortalidade para o 1º e 3º ínstars e não diferiu para a CL<sub>99</sub>EXT, que diferiu em 1º instar para o dia 6 e não diferiu no dia 14 e 16. A CL<sub>50</sub>MICRO apresentou mortalidade intermediária e não diferiu estatisticamente dos demais tratamentos em ambos os ínstars. Em relação a testemunha,

a mesma apresentou as menores mortalidades para o 1º e 3º ínstaes (Figura 6) e (Tabela 14).

**Tabela 14** - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de campo em 2017.

<b>Primeiro Ínstar</b>									
<b>Desdobramento Trat/Ep/Ínst</b>	<b>Dia 0</b>	<b>Dia 2</b>	<b>Dia 4</b>	<b>Dia 6</b>	<b>Dia 8</b>	<b>Dia 10</b>	<b>Dia 12</b>	<b>Dia 14</b>	<b>Dia 16</b>
<b>Teste</b>	4,00a	6,00a	8,00a	10,00a	4,00a	6,00a	6,00a	8,00a	12,00a
<b>Decis</b>	52,00bc	44,00b	26,00b	32,00b	28,00b	26,00bc	16,00ab	12,00ab	6,00a
<b>AZAMAX</b>	64,00c	60,00c	44,00c	34,00b	30,00b	28,00bc	18,00ab	14,00ab	10,00a
<b>CL<sub>50</sub>EXT</b>	48,00b	50,00bc	40,00c	34,00b	34,00b	24,00b	18,00ab	14,00ab	12,00a
<b>CL<sub>50</sub>MICRO</b>	58,00bc	54,00bc	44,00d	40,00b	38,00cb	30,00bc	24,00b	20,00abc	14,00ab
<b>CL<sub>99</sub>EXT</b>	100,00d	100,00d	60,00d	72,00c	48,00c	38,00c	28,00b	22,00bc	18,00ab
<b>CL<sub>99</sub>MICRO</b>	100,00d	100,00d	80,00e	84,00c	64,00d	54,00d	44,00c	30,00c	26,00b

<b>Terceiro Ínstar</b>									
<b>Desdobramento Trat/Ep/Ínst</b>	<b>Dia 0</b>	<b>Dia 2</b>	<b>Dia 4</b>	<b>Dia 6</b>	<b>Dia 8</b>	<b>Dia 10</b>	<b>Dia 12</b>	<b>Dia 14</b>	<b>Dia 16</b>
<b>Teste</b>	4,00a	2,00a	6,00a	8,00a	12,00a	4,00a	4,00a	4,00a	10,00ab
<b>Decis</b>	50,00b	48,00b	36,00b	26,00b	26,00b	16,00ab	12,00ab	12,00ab	10,00ab
<b>AZAMAX</b>	54,00b	54,00b	36,00b	32,00b	26,00b	18,00b	14,00ab	14,00ab	8,00a
<b>CL<sub>50</sub>EXT</b>	58,00b	52,00b	36,00b	30,00b	28,00b	16,00ab	14,00ab	10,00ab	8,00a
<b>CL<sub>50</sub>MICRO</b>	60,00b	56,00b	38,00b	34,00bc	32,00b	20,00b	18,00b	16,00abc	12,00ab
<b>CL<sub>99</sub>EXT</b>	96,00c	92,00c	50,00b	46,00c	38,00b	26,00b	24,00bc	18,00bc	14,00ab
<b>CL<sub>99</sub>MICRO</b>	100,00c	100,00c	64,00c	60,00d	52,00c	40,00c	34,00c	28,00c	22,00b

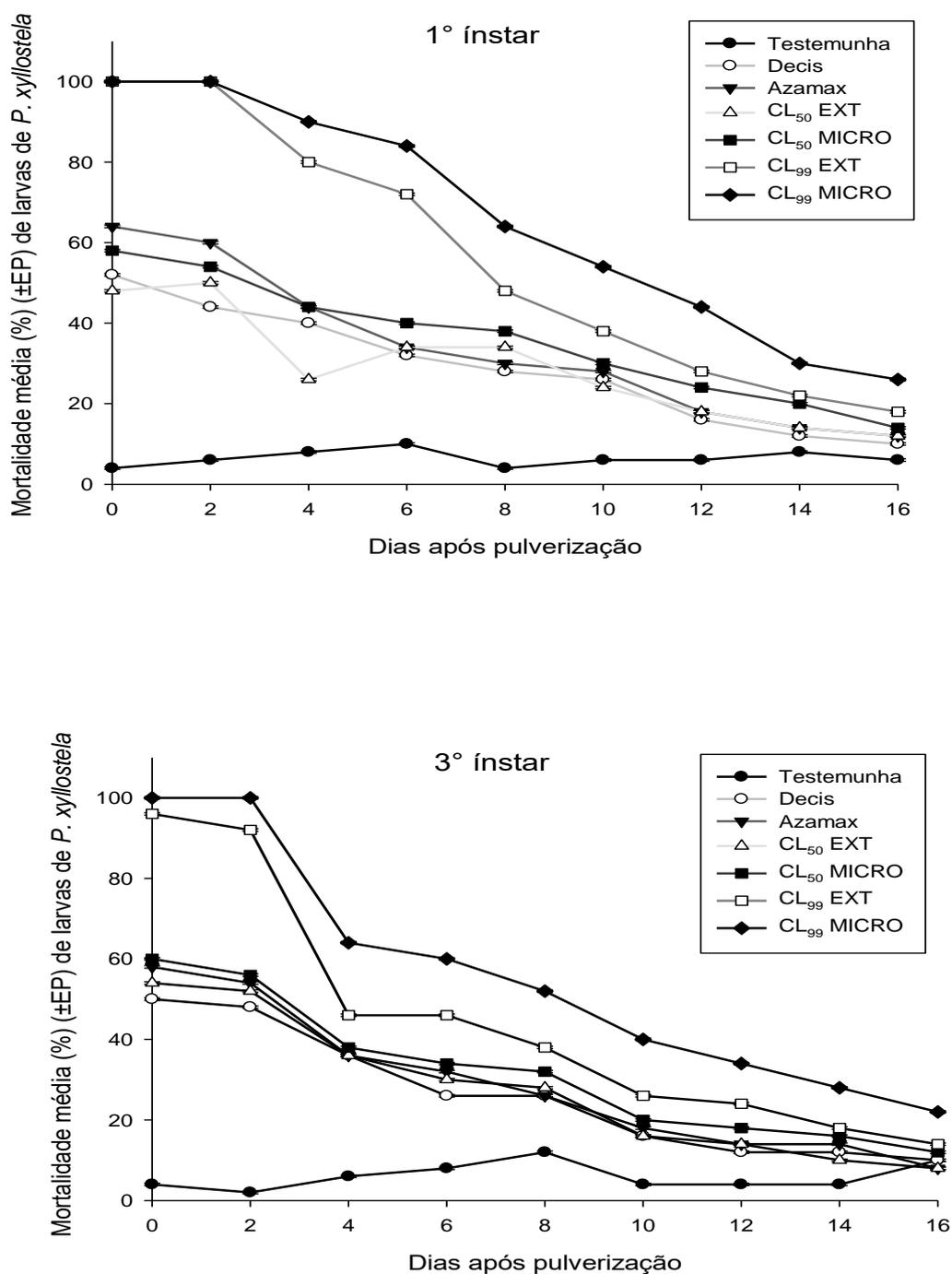
Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade pode-se concluir:

Os experimentos em campo em 2017 mostraram diferenças significativas entre os tratamentos para o 1º instar foram: Testemunha (F = 0.767; P < 0.6319), Decis (F = 25.327; P < 0,0001), Azamax (F = 39.890; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>EXT (F = 20.509; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>MICRO (F = 24.428; P < 0,0001), CL<sub>99</sub>EXT (F = 106.259; P < 0,0001) e CL<sub>99</sub>MICRO (F = 85.546; P < 0,0001). Já para o 3º Foram: Testemunha (F = 1.187; P < 0.3048), Decis (F = 25.723; P < 0,0001), Azamax (F = 34.317; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>EXT (F = 32.123; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>MICRO (F = 32.303; P < 0,0001), CL<sub>99</sub>EXT (F = 99.115; P < 0,0001) e CL<sub>99</sub>MICRO (F = 89.622; P < 0,0001).

**Figura 6** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado *A. muricata* sobre lagartas de *P. xylostella* em condição de campo em 2017: **A.** 1º instar e **B.** 3º ínstar.



Fonte: (AUTOR, 2018).

O efeito residual em 16 dias sobre *P. xylostella* para o Azamax revelou que apenas no dia 10 houve maior mortalidade para o 1º ínstar, diferindo estatisticamente do 3º ínstar. Já em relação a todos os demais dias não houve diferença significativa para os instares (Tabela 15).

Os dados de efeito residual revelaram que para o Decis nos 4, 6, 8 e 10 dias houve maiores mortalidades para o 1º instar, diferindo estatisticamente do 3º instar. Em relação aos demais dias, não houve diferença significativa para entre os instares (Tabela 15).

De acordo com o efeito residual para a CL<sub>50</sub>EXT e para a testemunha não houve diferença significativa entre os instares (Tabela 15).

**Tabela 15** - Médias dos dias/ produtos do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de campo em 2017.

<b>Primeiro Instar</b>							
<b>Dias/ Produtos</b>	<b>Testemunha</b>	<b>Azamax 1º</b>	<b>CL<sub>50</sub>Ext</b>	<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	<b>CL<sub>99</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	<b>Decis</b>
<b>0</b>	4,00a	64,00e	48,00d	58,00f	100,00f	100,00e	52,00f
<b>2</b>	6,00a	60,00e	50,00d	54,00ef	100,00f	100,00e	44,00ef
<b>4</b>	8,00a	44,00d	26,00bc	44,00de	60,00de	80,00d	40,00def
<b>6</b>	10,00a	34,00cd	34,00c	40,00cd	72,00e	84,00d	32,00cde
<b>8</b>	4,00a	30,00bc	34,00c	38,00cd	48,00cd	64,00c	28,00bcd
<b>10</b>	6,00a	28,00bc	24,00abc	30,00bc	38,00bc	54,00cb	26,00ab
<b>12</b>	6,00a	18,00ab	18,00ab	24,00ab	28,00ab	44,00b	16,00ab
<b>14</b>	8,00a	14,00a	14,00ab	20,00ab	22,00a	30,00a	12,00a
<b>16</b>	12,00a	10,0a	12,00a	14,00a	18,00a	26,00a	6,00a
<b>Terceiro Instar</b>							
<b>Dias/ Produtos</b>	<b>Testemunha</b>	<b>Azamax 3º</b>	<b>CL<sub>50</sub>Ext</b>	<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	<b>CL<sub>99</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	<b>Decis</b>
<b>0</b>	4,00a	58,00d	54,00d	60,00d	96,00d	100,00e	50,00e
<b>2</b>	2,00a	54,00d	52,00d	56,00d	92,00d	100,00e	48,00de
<b>4</b>	6,00a	36,00c	36,00c	38,00c	46,00c	64,00d	36,00cd
<b>6</b>	8,00a	32,00c	30,00c	34,00c	46,00c	60,00d	26,00bc
<b>8</b>	12,00a	26,00bc	28,00bc	32,00bc	38,00bc	52,00cd	26,00bc
<b>10</b>	4,00a	18,00ab	16,00ab	20,00ab	26,00ab	40,00bc	16,00ab
<b>12</b>	4,00a	14,00ab	14,00a	18,00a	24,00a	34,00ab	12,00a
<b>14</b>	4,00a	14,00ab	10,00a	16,00a	18,00a	28,00ab	12,00a
<b>16</b>	10,00a	8,00a	8,00a	12,00a	14,00a	22,00a	10,00a

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

Em relação ao efeito residual para a CL<sub>50</sub>MICRO aos 10 dias houve maior mortalidade para o 1º instar, diferindo estatisticamente do 3º instar. Já para os demais dias, não houve diferença significativa para os instares.

De acordo com a CL<sub>99</sub>EXT a maior mortalidade ocorreu nos dias 0 e 2. Já a segunda maior mortalidade ocorreu aos 6 dias, não diferindo do dia 4. O dia 8 e dia 10

apresentaram mortalidades intermediárias e não diferiram entre si. A menor mortalidade ocorreu no dia 16, não diferindo dos dias 14 e 12 (Tabela 15).

Os experimentos em condição de campo para o efeito residual de *P. xylostella* detectou que para a CL<sub>99</sub>MICRO aos 6, 8 e 10 dias houve maior mortalidade para o 1º ínstar, diferindo estatisticamente do 3º ínstar. Já para os demais dias não houve diferença significativa para os instares (Tabela 15).

#### 4.7.5 Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado de *Annona muricata* sobre o 1º e 3º instares da *Plutella xylostella* em casa de vegetação em 2017.

De acordo com a Tabela 16, o teste F a 1% de probabilidade houve diferença significativa para todas as fontes de variação e suas interações, ou seja, a mortalidade ocorrida em função dos tratamentos foi influenciada pelos dias de avaliação e pelos instares. O coeficiente de variação foi de 15,49%, destacando assim, uma boa precisão experimental (FERREIRA, 2000).

**Tabela 16** - Análise de variância da mortalidade 1º e 3º ínstar de *Plutella xylostella* submetidas a extrato etanólico e a extrato microencapsulado de *Annona muricata* em condição casa de vegetação em 2017.

Fonte de Variação	GL	QM Mortalidade	F	P
Tratamentos	6	489,48**	1246,607	0,0001
Instares	1	60,80**	154,542	0,0001
Dias	11	178,81**	453,161	0,0001
Trat x Ins x Dias	66	0,84**	2,135	0,0001
Trat x Ins	6	10,41**	26,438	0,0001
Trat x Dias	66	10,87**	27,617	0,0001
Ins x Dias	11	3,23**	8,211	0,0001
Resíduo	672	0,40		
CV%			15,49	

\*\*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,01); \*= Diferem estatisticamente pelo teste F (P 0,05); NS= Não significativo pelo teste F (P 0,05); CV%= Coeficiente de Variação.

**Fonte:** (AUTOR, 2018).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade pode-se concluir que:

Em relação ao 1º Ínstar nos dias 0, 2, 4 e 6, a CL<sub>99</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>EXT apresentaram as maiores mortalidades, com 100,00% de mortalidade até o dia 8 para a CL<sub>99</sub>MICRO e até o dia 6 para a CL<sub>99</sub>EXT. diferiram estatisticamente dos demais tratamentos. A CL<sub>50</sub>MICRO e Azamax não diferiram entre si, nos dias 0 e 8, mas, diferiram dos demais tratamentos nos dias 2, 4 e 6. Já o Decis e CL<sub>50</sub>EXT a evidenciaram as menores mortalidades entre os produtos testados e diferiu da testemunha. Nos demais

dias a CL<sub>50</sub>MICRO não diferiu dos demais tratamentos e a testemunha apresentou a menor mortalidade (Figura 7) e (Tabela 17).

O resultado para o 1º Ínstar aos 18, 20 e 22 dias demonstrou que a maior mortalidade ocorreu para a CL<sub>99</sub>MICRO não diferindo da CL<sub>99</sub>EXT, que não diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO e diferiu dos outros tratamentos nos dias 18 e 20. A menor mortalidade ocorreu para o Decis e diferiu da Testemunha. Em relação ao dia 22, não houve diferença significativa entre os tratamentos (Figura 7) e (Tabela 17).

**Tabela 17** - Comparação das médias do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição de casa de vegetação em 2017.

Primeiro Ínstar												
Trat. /Época	0 Dia	2 Dias	4 Dias	6 Dias	8 Dias	10 dias	12 dias	14 dias	16 dias	18 dias	20 dias	22 dias
Teste	4,00a	6,00a	6,00a	10,00a	10,00a	8,00a	2,00a	12,00a	10,00a	12,00a	14,00a	14,00a
Decis	52,00b	44,00bc	50,00b	44,00b	40,00b	38,00b	32,00b	28,00b	24,00b	16,00a	16,00ab	14,00a
Azamax	64,00c	60,00c	52,00b	46,00b	44,00bc	40,00bc	34,00b	28,00b	24,00b	18,00ab	16,00ab	14,00a
CL <sub>50</sub> EXT	48,00b	50,00bc	52,00b	46,00b	42,00bc	40,00bc	36,00bc	30,00b	26,00b	20,00ab	16,00ab	16,00a
CL <sub>50</sub> MICRO	58,00bc	54,00bc	58,00b	52,00b	52,00c	50,00c	46,00c	42,00c	34,00b	28,00bc	22,00ab	16,00a
CL <sub>99</sub> EXT	100,00d	100,00d	100,00c	100,00c	96,00d	82,00d	70,00d	58,00d	48,00c	36,00cd	26,00bc	18,00a
CL <sub>99</sub> MICRO	100,00d	100,00d	100,00c	100,00c	100,00d	94,00e	82,00e	70,00e	60,00d	44,00d	34,00c	24,00a

Terceiro Ínstar												
Trat	0 Dia	2 Dias	4 Dias	6 Dias	8 Dias	10 dias	12 dias	14 dias	16 dias	18 dias	20 dias	22 dias
Testemunha	2,00a	4,00a	10,00a	8,00a	10,00a	8,00a	4,00a	10,00a	6,00a	12,00a	10,00a	12,00a
Decis	54,00b	52,00b	46,00b	40,00b	36,00b	32,00b	30,00b	26,00b	20,00b	16,00ab	14,00a	12,00a
Azamax	56,00b	54,00b	50,00b	42,00b	38,00b	38,00bc	32,00b	26,00b	22,00b	18,00ab	16,00a	14,00a
CL <sub>50</sub> EXT	58,00b	58,00b	50,00b	44,00b	38,00b	36,00bc	34,00b	26,00b	22,00b	18,00ab	14,00a	14,00a
CL <sub>50</sub> MICRO	62,00b	62,00b	54,00b	48,00b	46,00bc	44,00c	38,00bc	32,00b	28,00bc	24,00b	18,00a	16,00ab
CL <sub>99</sub> EXT	98,00c	90,00c	86,00c	72,00bc	56,00c	56,00d	46,00c	44,00c	34,00c	26,00b	20,00a	18,00ab
CL <sub>99</sub> MICRO	100,00c	96,00c	94,00c	82,00c	74,00d	64,00d	58,00d	56,00d	46,00d	38,00c	32,00b	26,00b

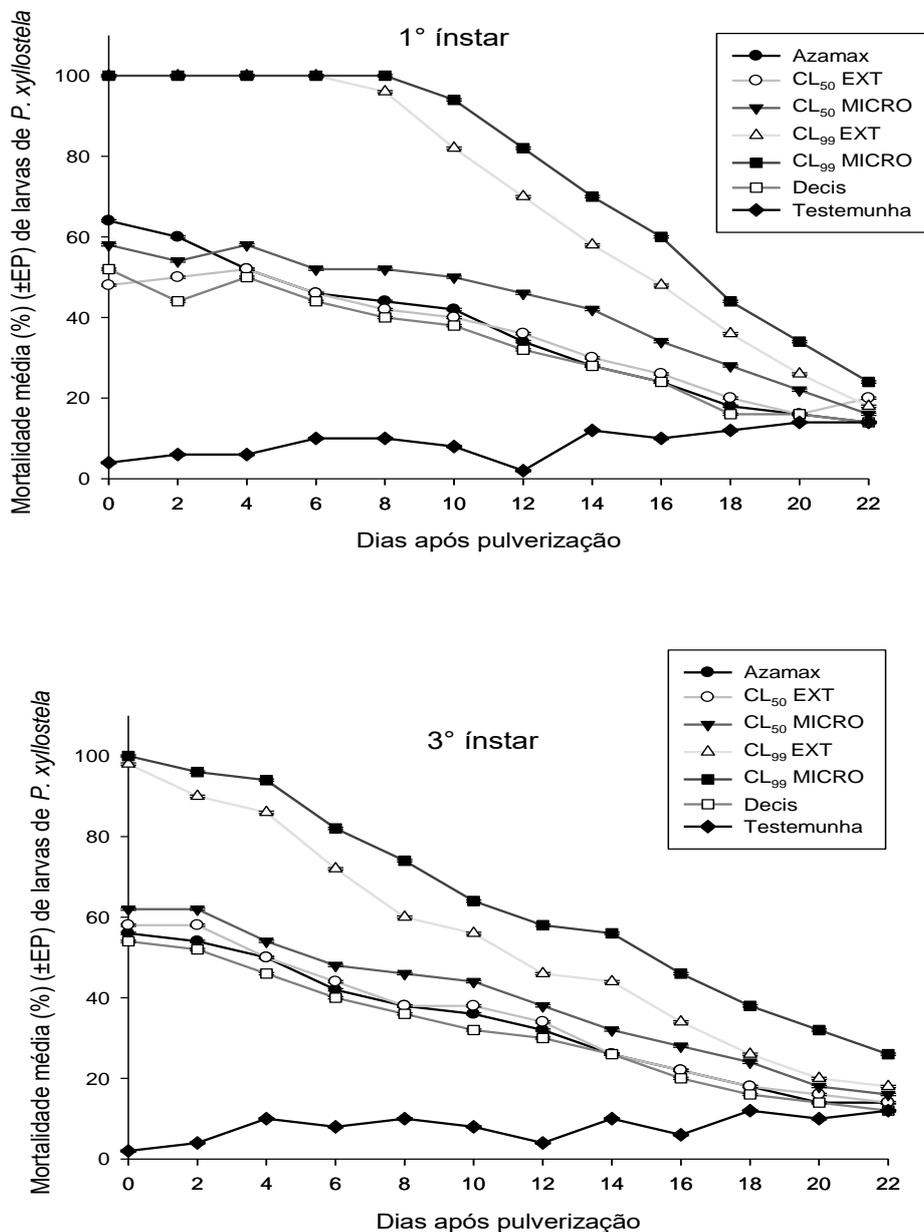
Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

O efeito residual para o 3º Ínstar de *P. xylostella* nos dias 0, 2, e 6 demonstrou que a maior mortalidade ocorreu com a CL<sub>99</sub>MICRO e não diferiu da CL<sub>99</sub>EXT. Mas, diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO para os dias 0, 2 e 4 e não diferiu no dia 6. A CL<sub>50</sub>MICRO não diferiu da CL<sub>50</sub>EXT, Azamax e Decis. A menor mortalidade entre os tratamentos ocorreu

com uso do Decis, diferindo da testemunha que obteve um valor inferior (Figura 7) e (Tabela 17).

**Figura 7** - Efeito residual do extrato etanólico e do microencapsulado *Annona muricata* sobre lagartas de *Plutella xylostella* em condição de campo em 2017: **A.** 1º instar e **B.** 3º instar.



Fonte:( AUTOR, 2018).

Os resultados para o 3º Instar, nos 8, 12, 14, 16 e 18 dias demonstrou que a maior mortalidade foi da CL<sub>99</sub>MICRO, diferindo CL<sub>99</sub>EXT que demonstrou a segunda maior mortalidade não diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO e essa, não diferiu da CL<sub>50</sub>EXT, Azamax e Decis. A menor mortalidade ocorreu com o uso do Decis e da testemunha (Figura 7) e (Tabela 17). De acordo com dados coletados do efeito residual para o 3º Instar aos 20 e 22

dias, a maior mortalidade ocorreu para a CL<sub>99</sub>MICRO, diferindo da CL<sub>99</sub>EXT no dia 20 e não diferiu no dia 22. A CL<sub>99</sub>EXT não diferiu da CL<sub>50</sub>MICRO, CL<sub>50</sub>EXT, Azamax, Decis e testemunha nos dois dias avaliados (Figura 7) e (Tabela 17).

Os experimentos em casa de vegetação em 2017 mostraram diferenças significativas entre os tratamentos para o 1º instar foram: Testemunha (F = 1.895; P < 0.0370), Decis (F = 23.240; P < 0,0001), Azamax (F = 37.288; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>EXT (F = 20.714; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>MICRO (F = 26.186; P < 0,0001), CL<sub>99</sub>EXT (F = 125.243; P < 0,0001) e CL<sub>99</sub>MICRO (F = 104.237; P < 0,0001). Já para o 3º Foram: Testemunha (F = 1.386; P < 0.1744), Decis (F = 26.814; P < 0,0001), Azamax (F = 28.046; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>EXT (F = 32.240; P < 0,0001), CL<sub>50</sub>MICRO (F = 32.378; P < 0,0001), CL<sub>99</sub>EXT (F = 96.901; P < 0,0001) e CL<sub>99</sub>MICRO (F = 83.315; P < 0,0001).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade, pode-se concluir:

Para o Azamax no 1º instar no dia 0 houve uma maior mortalidade, não diferindo estatisticamente do dia 2 e 4, esse último não diferiu dos dias 6, 8 e 10. Esse último não diferiu do dia 12. Os dias 12, 14 e 16 foram intermediários e não diferiram entre si. A menor mortalidade ocorreu aos 22 dias, não diferindo dos dias 20, 18 e 16 (Tabela 18).

Para a CL<sub>50</sub>EXT no 1º instar a maior mortalidade foi no dia 4, não diferindo dos dias 2 e 0. Ao comparar as mortalidades para os dias 6, 8, 10 e 12, observa-se que não houve diferença significativa entre si. Não houve diferença significativa para os dias 12, 14 e 16 que apresentaram valores intermediários. A menor mortalidade ocorreu aos 20 dias, não diferindo estatisticamente dos dias 22, 18 e 16 dias (Tabela 18).

Em relação a CL<sub>50</sub>MICRO no 1º instar, a maior mortalidade ocorreu no dia 0 e 4, não diferindo do dia 2, esse não diferiu dos dias 6, 8, 10, 12 e 14. Com relação aos dias 14 e 16, os mesmos não diferiram estatisticamente. A menor mortalidade ocorreu aos 22 dias, não diferindo dos dias 20 e 18 que não diferiu do dia 16 (Tabela 18).

Para a CL<sub>99</sub>EXT. no 1º instar a maior mortalidade ocorreu nos dias 0, 2, 4 e 6, não diferindo do dia 8. Não houve diferença significativa na mortalidade em 1º instares entre os dias 10 e 12, esse último não diferiu dos dias 14 e 16. A menor mortalidade ocorreu no dia 22, não diferindo do dia 20, esse último não diferiu do dia 18, que não diferiu do dia 16 (Tabela 18).

**Tabela 18** - médias dos dias/ produtos do efeito residual da mortalidade de lagartas de 1º e 3º instar de *Plutella xylostella* com extrato etanólico e microencapsulado de *Annona muricata* em condição em casa de vegetação em 2017.

<b>Primeiro Ínstar</b>							
<b>Dias/ Produtos</b>	<b>Azamax</b>	<b>CL<sub>50</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	<b>CL<sub>99</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	<b>Decis</b>	<b>Testemunha</b>
0	64,00f	48,00fg	58,00e	100,00g	100,00f	52,00g	4,00a
2	60,00f	50,00g	54,00de	100,00g	100,00f	44,00efg	6,00a
4	52,00ef	52,00g	58,00e	100,00g	100,00f	50,00fg	6,00a
6	46,00de	46,00ef	52,00de	100,00g	100,00f	44,00efg	10,00a
8	44,00de	42,00def	52,00de	96,00g	100,00f	40,00def	10,00a
10	42,00de	40,00def	50,00de	82,00f	94,00ef	38,00def	8,00a
12	34,00cd	36,00cde	46,00cde	70,00ef	82,00de	32,00cde	2,00a
14	28,00bc	30,00bcd	42,00cd	58,00de	70,00cd	28,00bcd	12,00a
16	24,00abc	26,00abc	34,00bc	48,00cd	60,00c	24,00abc	10,00a
18	18,00ab	20,00ab	28,00ab	36,00bc	44,00b	16,00ab	12,00a
20	16,00ab	16,00a	22,00ab	26,00ab	34,00ab	16,00ab	14,00a
22	14,00a	20,00ab	16,00a	18,00a	24,00a	14,00a	14,00a

<b>Terceiro Ínstar</b>							
<b>Dias/ Produtos</b>	<b>Azamax</b>	<b>CL<sub>50</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>50</sub>Micro</b>	<b>CL<sub>99</sub>Ext.</b>	<b>CL<sub>99</sub>Micro</b>	<b>Decis</b>	<b>Testemunha</b>
0	56,00g	58,00f	62,00g	98,00f	100,00h	54,00h	2,00a
2	54,00fg	58,00f	62,00g	90,00f	96,00h	52,00gh	4,00a
4	50,00efg	50,00ef	54,00fg	86,00f	94,00gh	46,00fgh	10,0a
6	42,00def	44,00de	48,00ef	72,00e	82,00fg	40,00efg	10,0a
8	38,00cde	38,00cde	46,00ef	56,00d	74,00ef	36,00def	10,00a
10	38,00cde	36,00cd	44,00def	56,00d	64,00de	32,00cde	8,00a
12	32,00bcd	34,00bcd	38,00cde	46,00cd	58,00cd	30,00cde	4,00a
14	26,00abc	26,00abc	32,00bcd	44,00cd	56,00cd	26,00bcd	10,00a
16	22,00ab	22,00ab	28,00abc	34,00bc	46,00bc	20,00abc	6,00a
18	18,00a	18,00a	24,00ab	26,00ab	38,00ab	16,00ab	12,00a
20	16,00a	14,00a	18,00a	20,00a	32,00a	14,00ab	10,00a
22	14,00a	14,00a	16,00a	18,00a	26,00a	12,00a	12,00a

Médias seguidas da mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (P 0,05); CL<sub>50</sub>EXT. e CL<sub>99</sub>EXT = Concentração letal de extrato bruto que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente; CL<sub>50</sub>MICRO e CL<sub>99</sub>MICRO = Concentração letal de extrato microencapsulado que mata 50% e 99% dos indivíduos, respectivamente.

Fonte: (AUTOR, 2018).

Para a CL<sub>99</sub>MICRO o 1º instar revelou a maior mortalidade ocorreu nos dias 0, 2, 4, 6 e 8 que apresentaram 100% de mortalidade, não diferindo do dia 10, que demonstrou uma mortalidade de 94,00% e esse por sua vez não diferiu do dia 12, que obteve mortalidade 82,00%. Não houve diferenças entre os dias 16 e 18. A menor mortalidade ocorreu no dia 22, não diferindo do dia 20, que não diferiu do dia 18 (Tabela 18).

Para o Decis no 1º ínstar a maior mortalidade ocorreu no dia 0, não diferindo do dia 2, 4 e 6, esse último não diferindo do dia 8, 10 e 12. Esse último não diferiu dos dias 14 e 16. A menor mortalidade ocorreu no dia 22, não diferindo dos dias 20, 18 e 16.

Para o 1º ínstar a testemunha apresentou mortalidades semelhantes e os tratamentos não diferiram (Tabela 18).

De acordo com o teste de Tukey a 5% de probabilidade, pode-se concluir:

Para a Azamax no 3º ínstar, a maior mortalidade ocorreu aos 0 dias, não diferindo estatisticamente dos dias 2 e 4, esse último não diferindo estatisticamente dos dias 6, 8, 10, 12 e 14. A menor mortalidade ocorreu aos 22 dias, não diferindo estatisticamente dos dias 20, 18, 16 e 14 (Tabela 18).

Para a CL<sub>50</sub>EXT no 3º ínstar a maior mortalidade ocorreu aos dias 0, 2 e 4, esse último não diferindo dos dias 6, 8, 10 e 12. Para a CL<sub>50</sub>EXT, a maior mortalidade ocorreu aos 0 e 2 dias, não diferindo do dia 4, que não diferiu estatisticamente dos dias 6 e 8. A menor mortalidade ocorreu aos 22 dias, não diferindo estatisticamente dos dias 20, 18, 16 e 14 (Tabela 18).

Para a CL<sub>50</sub>MICRO no 3º ínstar a maior mortalidade ocorreu aos 0 e 2 dias, não diferindo do dia 2. A menor mortalidade ocorreu no dia 22, não diferindo estatisticamente dos dias 20, 18 e 16, esse último não diferiu dos dias 14 e 12 (Tabela 18).

Para a CL<sub>99</sub>EXT no 3º ínstar a maior mortalidade ocorreu no dia 0, não diferindo estatisticamente para os dias 2 e 4, que apresentaram mortalidades de 98,00, 90,00 e 86,00%, respectivamente. O dia 6 obteve uma mortalidade intermediária. Para os dias 8, 10, 12 e 14 não diferiram entre si. A menor mortalidade ocorreu no dia 22, não diferindo do dia 20 e 18, esse último não diferiu do dia 16 (Tabela 18).

Para a CL<sub>99</sub>MICRO no 3º ínstar a maior mortalidade ocorreu no dia 0 com 100,00% e não diferindo para o dia 2 e 4 que apresentaram mortalidades de 96,00 e 94,00%, respectivamente. Esses por sua vez, não diferiram do dia 6, que não diferiu do dia 8. Já o dia 8 não diferiu do dia 10. Entre os dias 10, 12 e 14 não apresentou diferença significativa. Como também, para os dias 12, 14, 16 não diferiram entre si. A menor mortalidade ocorreu aos 22 dias, não diferindo dos dias 20 e 18 (Tabela 18).

Para o Decis 3º ínstar a maior mortalidade ocorreu no dia 0, não diferindo para o dia 2 e 4, esse último não diferiu para os dias 6 e 8. A menor mortalidade ocorreu no dia 22, não diferindo dos dias 20, 18 e 16 (Tabela 18).

Para a testemunha no 3º ínstar os tratamentos não apresentaram diferença significativa.

#### 4.8 DISCUSSÃO

Pesquisas que envolvem estudos de inseticidas oriundos de fontes naturais recebem bastante atenção, principalmente devido a algumas características almeçadas, como a resistência à ação das intempéries (DILL; PEREIRA; COSTA, 2012; SCHLESENER et al. 2013; MACIEL et al., 2015). Quanto mais persistente for um inseticida, maior será o seu período residual, possibilitando o controle de pragas em um maior intervalo de tempo, propiciando ao agricultor máxima flexibilidade na proteção de sua lavoura (EDWARDS, 1975). No presente estudo, foi observado que os tratamentos que apresentaram maior persistência em semi-campo e campo, foram os produtos provenientes de extratos da semente de *A. muricata*, esses se mostraram mais eficientes quando comparados aos produtos comerciais Azamax e Decis, independentemente do ano estudado.

O efeito tóxico do extrato de semente de *A. muricata* sobre a *P. xylostella* e outros artrópodes já foram descritos por uma gama de pesquisadores, mostrando seu potencial efeito inseticida (RODRIGUES et al. 2014; MACIEL et al., 2015; GOMES et al., 2016; TRINDADE et al., 2018), no entanto, quanto ao estudo de persistência do extrato e do microencapsulado apenas Gomes (2013), desenvolveu tal pesquisa, contudo, o autor só avaliou a persistência do produto durante o período de quatro dias, o que talvez não seria tempo suficiente de avaliação, diferentemente do presente estudo. De acordo com o autor, aos quatro dias de avaliação o microencapsulado do extrato da semente de *A. muricata* apresentou uma eficiência de 35% de mortalidade de *P. xylostella*, diferentemente dos dados encontrados neste estudo, no qual, só foi possível obter resultados próximos de Gomes (2013) a partir do 14º dia para as condições de casa de vegetação e campo do ano 2016 e ano 2017 a partir do 18º dia para o experimento de casa de vegetação e 10º dia para o experimento em condição de campo. Embora tais resultados encontrados nos diferentes estudos possam ser explicados devido a mudança de ambiente e variações ambientais existentes nos diferentes anos, como precipitação pluvial, temperatura e radiação solar entre outros. Edwards (1975) descreve que a persistência de inseticidas é influenciada por alguns fatores como: características do produto, incluindo a sua estabilidade, composto parental ou metabólitos, a sua volatilidade, solubilidade,

formulação, método e local de aplicação e fatores ambientais, particularmente temperatura, precipitação (e umidade) e circulação de ar (vento).

Possivelmente a CL<sub>99</sub>Micro apresentou melhores resultados que os outros tratamentos, devido a tecnologia do microencapsulamento, pois segundo os autores Mattoso; Medeiros; Martin Neto (2005) e Perez-De-Luque; Rubiales (2009), a tecnologia do microencapsulamento faz com que produtos naturais apresentem melhor estabilidade, provocando uma liberação lenta do princípio ativo, reduzindo problemas como a fotodegradação. Outro fator observado foi quanto aos valores das CL<sub>50</sub>Micro e CL<sub>99</sub>Micro, que apresentaram concentrações inferiores as CL<sub>50</sub>Ext e CL<sub>99</sub>Ext, isso pode ser explicado, devido ao microencapsulamento do princípio ativo (acetogeninas), pois o extrato bruto da semente de *A. muricata* é composto basicamente por óleo, o que pode dificultar sua cobertura durante sua aplicação. O microencapsulamento atribuí estabilidade física a solução, facilitando sua aplicação e como consequência fazendo com que os insetos tenham maior contato com o produto. Além disso, a microencapsulação pode converter extratos líquidos em pó, que pode facilitar na manipulação e preparo da calda de aplicação no campo (RIYAJAN; SAKDAPIPANICH, 2009).

O microencapsulado de maneira geral apresentou eficácia semelhante ao extrato etanólico da semente de *A. muricata*, contudo proporcionou vantagem de atenuar o seu efeito tóxico ao meio ambiente, visto que o extrato está encapsulado com materiais que não são tóxicos, facilitando a aplicação do produto pelos agricultores de forma mais segura, com menor risco de causar intoxicações. Assim como, possuir uma liberação controlada e com igual toxicidade letal sobre a praga.

Gomes et al. (2016) também estudaram o efeito inseticida do microencapsulado de extrato de *A. muricata* em larvas da traças-das-crucíferas e obtiveram CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> estimadas em 258 e 3081 mg L<sup>-1</sup>, respectivamente. Demonstrando eficiência do microencapsulado na mortalidade dessa praga.

Recentemente, Maciel (2018), ao estudar o efeito do microencapsulamento da semente de extrato hexânico de *A. squamosa* sobre o ácaro *Tetranychus urticae* (Koch, 1836) (Acari: Tetranychidae) obteve CL<sub>50</sub> e CL<sub>99</sub> maiores para o extrato microencapsulado quando comparada as CLs do extrato bruto de *A. squamosa*. Neste estudo, a autora também avaliou o efeito residual do extrato da semente de *A. squamosa* e seu microencapsulado, sendo observado efeito residual similar para o extrato bruto (dez dias) e microencapsulado do extrato (nove dias), a autora justifica que tal resultado pode

ter sofrido influenciado pelas condições externas, como ocorrência das chuvas e a fotodegradação.

Quando se compara a eficiência do microencapsulado com os produtos comerciais Azamax e Decis nos diferentes anos e nos diferentes ambientes (Figura 1, 2 ano 2016 e 2017), observou-se uma constante no experimento em casa de vegetação, em termos de mortalidade causada pelo microencapsulado até o sexto dia (ano 2016) e oitavo dia (ano 2017), diminuindo a eficiência do tratamento após esse dia, mesmo assim ainda superior aos demais produtos. Já os produtos comerciais diminuíram sua eficiência entre o terceiro e quarto dia após a aplicação, sendo que no décimo sexto dia (ano 2016) e vigésimo segundo dia (ano 2017) tanto o microencapsulado quanto os produtos comerciais perdem seu efeito. Do mesmo modo que os experimentos em campo, o microencapsulado apresentou mortalidade constante até o oitavo dia (ano 2016) para larvas de primeiro instar, no entanto, tal comportamento não ocorreu com o experimento com larvas de terceiro instar, pois a mortalidade não foi constante. No experimento de campo do ano 2 (2017) a mortalidade de larvas de primeiro e terceiro instar pelo microencapsulado se manteve constante até o segundo dia, contudo, a eficiência decaiu mais rápida sobre as larvas de terceiro instar.

A alta mortalidade em larvas de primeiro instar pode estar associada ao fato de esse período ser um dos mais críticos na vida do inseto (SANCHEZ et al. 1999), momento em que ele eclode do ovo e suas reservas energéticas estão muito baixas e eles necessitam obter rapidamente alimento para repor essas reservas (ROMOSER; STOFFOLANO, 1994), ao entrarem em contato com o microencapsulado morrem rapidamente.

No presente estudo, a tecnologia de microencapsulação do extrato etanólico da semente de *A. muricata* ajuda a proteger o princípio ativo e, além disso, pode reduzir a contaminação do meio ambiente. Além disso, o extrato da semente de *A. muricata* é muito oleoso o que dificulta a sua aplicação de forma eficiente, mesmo utilizando espalhante ou emulsificante, sendo que a solubilização do microencapsulado é completa.

#### 4.9 CONCLUSÃO

- O tratamento com a CL<sub>99</sub>MICRO é mais eficiente, pois apresenta mortalidades superiores, tanto no 1º como no 3º ínstar, em todos os dias avaliados e em todos os ambientes;

- O tratamento com a CL<sub>99</sub>EXT é o segundo mais eficiente, pois apresenta a segunda maior mortalidade de lagartas de *P.xylostella*

- A CL<sub>50</sub>MICRO é superior em relação a atividade inseticida sobre lagartas de *P.xylostella* quando comparada aos produtos comerciais Azamax, Decis e para a CL<sub>50</sub>EXT.

## REFERÊNCIAS

- DILL, E.M; M.J.B. PEREIRA, M.J.B; COSTA, M.S. efeito residual do extrato de *Annona coriacea* sobre *Aedes aegypti*. **Arquivo do Instituto Biológico**, v.79, n.4, p.595-601, 2012.
- FERRAZ, S.; LOPES, E. A.; AMORA, D. X. Controle de fitonematoides com o uso de extratos e óleos essenciais de plantas. In: POLTRONIERI, L. S.; ISHIDA, A. K. N. (Ed). **Métodos alternativos de controle de insetos-praga, doenças e plantas daninhas**. Panorama atual e perspectivas na agricultura. Belém: EMBRAPA Amazônia Oriental, 2008. 308 p.
- KRINSKI, D.; MASSAROLI, A.; MACHADO, M. Potencial inseticida de plantas da família Annonaceae. **Revista Brasileira de Fruticultura**. v. 36, edição especial, e., p. 224-243, 2014.
- MACIEL, A. G. S. et al. Effect of *Annona muricata* L. (1753) (Annonaceae) seeds extracts on *Tetranychus urticae* (Koch, 1836) (Acari: Tetranychidae). **African Journal of Agricultural Research**, v. 10, n. 48, p. 4370- 4375, 2015.
- MACIEL, A. DA G. S. **Preparo do microencapsulado de *Annona squamosa* L. (Annonaceae) e toxicidade letal e subletal a *Tetranychus urticae* (Koch, 1836) (Acari: Tetranychidae)**. Tese (Doutorado em Proteção de Plantas) - Universidade Federal de Alagoas, Rio Largo, p.95, 2018.
- PEREZ-DE-LUQUE, A. D.; RUBIALES, D. Nanotechnology for parasitic plant control. **Pest Management Science**, v. 65, n. 5, p. 540-545, 2009.
- MATTOSO, L. H. C.; MEDEIROS, E. S.; MARTIN NETO, L. A revolução nanotecnológica e o potencial para o agronegócio. **Revista de Política Agrícola**, v. 14, n. 4, p. 38-48, 2005.
- POTTER, C. An improved laboratory apparatus for applying direct sprays and surface films, with data on the electrostatic charge on atomized spray films. **Annals of Applied Biology**, v. 39, p. 1-29. 1952.

- REIS, P. R. et al. Seletividade de agroquímicos ao ácaro predador *Iphiseiodes zuluagai* Denmark & Muma (Acari: Phytoseiidae). **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, v. 27, p. 265-274, 1998.
- RIYAJAN, S.; SAKDAPIPANICH, J.T. Development of a controlled release neem capsule with a sodium alginate matrix, crosslinked glutaraldehyde and coated with natural rubber. **Polymer Bulletin**, Berlin, v.63. p.609–622, 2009.
- RODRIGUES, V. M., VALENTE, E. C. N., LIMA, H. M. A., TRINDADE, R. C. P., & DUARTE, A. G. (2014). Avaliação de extratos de *Annona muricata* L. sobre *Aphis craccivora* Koch, 1854 (Hemiptera: Aphididae). **Revista Brasileira de Agroecologia**, 9(3), 75-83.
- ROKKA S, RANTAMAKI, P. Protecting probiotic bacteria by microencapsulation: challenges for industrial applications. **Eur Food Res Technol**. 231, 1-12, 2010.
- ROMOSER, W. S., J. G. STOFFOLANO. 1994. The Biological functions of behavior. 219-241. In: ROMOSER, W. S., J. G. STOFFOLANO. 1994. **The Science of Entomology**. 3. ed. Dubuque: Wm. C. Brown. Publishers. 532p.
- SANCHEZ, M. C. DIAZ, D. MARSELLI, M. 1999. El comportamiento y tiempo de desarrollo de la chinche *Edessa meditabunda* (F.) (Hemiptera: Pentatomidae). **Rev. Fac. Agro.** (Maracay) 25. 149-158p.
- SANTOS, L. et al. Effect of anonaceous extracts on *Aphis gossypii* (Glover, 1887) (Hemiptera: Aphididae) and selectivity to *Eriopis connexa* (Germar, 1824) (Coleoptera: Coccinellidae). **Acta Scientiarum**. Doi: 10.4025/actasciagron.v40i1.36267, 2018.
- SARLAK G., JENWITHEESUK A., CHETSAWANG B., GOVITRAPONG P. Effects of melatonin on nervous system aging: neurogenesis and neurodegeneration. **J. Pharmacol. Sci.** 123 9–24, 2014.
- SCHLESENER, D. C. H. et al. Efeitos do nim sobre *Tetranychus urticae* Koch (Acari: Tetranychidae) e os predadores *Phytoseiulus macropilis* (Banks) e *Neoseiulus californicus* (McGregor) (Acari: Phytoseiidae). **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 35, n. 1, p. 59-66, 2013.

SHELTON, A. M.; COLLINS, H. L.; ZHANG, Y. J.; WU, Q. J. **Proceedings of the Fifth International Workshop on the Management of Diamondback Moth and Other Crucifer Pests**. Beijing, China: China Agriculture Science Technology. Press. 2008.

SILVA, P. T. DA et. al. Microencapsulação de probióticos por *spray drying*: avaliação da sobrevivência sob condições gastrointestinais simuladas e da viabilidade sob diferentes temperaturas de armazenamento. **Ciência Rural**. Vol .45 no.7. 2015.

SRINIVASAN, R.; SHELTON, A. M.; COLLINS, H. L. (eds.). **Management of the Diamondback Moth and Other Crucifer Insect Pests: Proceedings of the Sixth International Workshop**. AVRDC-The World Vegetable Center, Shanhua, Taiwan, 2011.

TRINDADE, R. C. P. et al. Toxicity of soursop extracts to diamondback moth. **Bioscience Journal**, v. 34, n. 1, p. 104-111, 2018.

ZALUCKI, M. P.; SHABBIR, A.; SILVA, R.; ADAMSON, D.; LIU, S. S.; FURLONG, M. J. Estimating the economic cost of one of the world's major insect pests, *Plutella xylostella*: Just how long is a piece of string?. **Journal of Economy Entomology**, v. 105, p. 1115–1129, 2012.