**Universidade de São Paulo
Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”**

**Extratos vegetais de Solanaceae: investigação química e bioatividade
sobre *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) em grãos de
milho armazenado**

Cecília Beatriz Nascimento Lima

Dissertação apresentada para obtenção do título de
Mestra em Ciências. Área de concentração: Entomologia

**Piracicaba
2019**

Cecília Beatriz Nascimento Lima
Engenheira Agrônoma

**Extratos vegetais de Solanaceae: investigação química e bioatividade sobre
Sitophilus zeamais Mots. (Coleoptera: Curculionidae) em grãos de milho
armazenado**

versão revisada de acordo com a resolução CoPGr 6018 de 2011

Orientador:

Prof. Dr. **JOSÉ DJAIR VENDRAMIM**

Dissertação apresentada para obtenção do título de
Mestra em Ciências. Área de concentração: Entomologia

Piracicaba
2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
DIVISÃO DE BIBLIOTECA - DIBD/ESALQ/USP

Lima, Cecília Beatriz Nascimento

Extratos vegetais de Solanaceae: investigação química e bioatividade sobre *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) em grãos de milho armazenado / Cecília Beatriz Nascimento Lima. - - versão revisada de acordo com a resolução CoPGr 6018 de 2011. - - Piracicaba, 2019.

83 p.

Dissertação (Mestrado) - - USP / Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz".

1. Bioprospecção 2. Gorgulho-do-milho 3. Cromatografia 4. Inseticidas botânicos 5. Metabólitos secundários I. Título

Dedico este trabalho à minha avó Maria do Carmo Alves do Nascimento (*In memoriam*), por todo amor, dedicação e incentivo.

AGRADECIMENTOS

Ao Eterno, por todo o amor, força e esperança. A Ele toda honra e toda glória.

Ao Programa de Pós-Graduação em Entomologia, da Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo (ESALQ/USP), à Fundação de Apoio à Pesquisas do Estado de São Paulo (FAPESP), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Conselho Nacional de Pesquisa (CNPq), pelo apoio logístico e financeiro.

Aos professores do Departamento de Entomologia e Acarologia (LEA) da ESALQ, pela graciosidade na transferência do conhecimento. Às secretárias e funcionárias do LEA, em especial à Andrea Varella Sintoni, pela prontidão e eficiência em ajudar.

Aos meus pais, José Carlos Lima Sobrinho e Maria Luisa do Nascimento Lima, pelo amor, suporte e por acreditarem em mim a todo momento. Aos meus irmãos, Guilherme e Isadora, por serem meu porto seguro em matéria e espírito! Amo vocês do tamanho do universo!

Ao professor Dr. José Djair Vendramim, por aceitar me orientar, pelo conhecimento passado e pelo grande exemplo de professor, educador e pesquisador.

À professora Dra. Simone Possedente de Lira, pela orientação e suporte para execução das frações químicas em seu laboratório, que foram essenciais para o desenvolvimento do presente estudo, e por me fazer parte do seu grupo de pesquisa, mesmo não sendo sua orientada direta.

Ao professor Dr. Roberto Gomes de Souza Berlinck, responsável pelo Laboratório de Química Orgânica de Sistemas Biológicos, no Instituto de Química de São Carlos (IQSC/USP), pelo fornecimento de equipamentos para análise química; e também ao Dr. Eduardo José Crevelin, por realizar a análise química com frações de espécies de Solanaceae na Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto (FFCLRP/USP).

Ao M.Sc. Gabriel Luiz Padoan Gonçalves e ao acadêmico Roberto Yan Lopes Ricci, pela ajuda na avaliação dos bioensaios, pela amizade e momentos de descontração no laboratório.

Ao M.Sc. Felipe Gabriel Andrino e Dr. Luiz Humberto Gomes, por toda ajuda e apoio para obter as frações químicas no Laboratório de Produtos Naturais do Departamento de Ciências Exatas (LCE) da ESALQ.

Aos grandes amigos que fiz, os quais se tornaram minha família em Piracicaba, em especial à Amanda Tuler, Ana Flavia Gomes, Giovana Melo, Inana Schutze, Ingrid Schmidt, Letícia Slongo, Luciane Paes, Sandy Spineli, Thais Matioli e Tamara Moraes.

BIOGRAFIA

CECÍLIA BEATRIZ NASCIMENTO LIMA, filha de José Carlos Lima Sobrinho e Maria Luisa do Nascimento Lima, nasceu em 25 de fevereiro de 1993, em Aracaju/SE.

Em março de 2010, ingressou no curso de Engenharia Agrônômica, na Universidade Federal de Sergipe. Durante a graduação, foi bolsista do Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC) e do Programa Institucional de Bolsas em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (PIBITI), na área de Entomologia, sob orientação do professor Dr. Leandro Bacci.

Entre agosto de 2014 e dezembro de 2015, realizou intercâmbio na *University of Nebraska-Lincoln* - USA, onde foi estagiária no laboratório de *Resistance Management and Pest Management, Department of Entomology*, UNL, sob orientação dos professores Dr. Nicholas Miller e Dr. Lance Meinke.

Em fevereiro de 2017, iniciou o curso de mestrado em Entomologia, na Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” - ESALQ/USP, sob orientação do professor Dr. José Djair Vendramim, defendendo sua dissertação em fevereiro de 2019.

SUMÁRIO

RESUMO	9
ABSTRACT	10
1. INTRODUÇÃO.....	11
2. REFERENCIAL TEÓRICO.....	13
2.1. ASPECTOS BIOECOLÓGICOS E DANOS DE <i>SITOPHILUS ZEAMAI</i> MOT. 1855 (COLEOPTERA: CURCULIONIDAE)	13
2.2. COMPOSTOS BOTÂNICOS NO CONTROLE DE INSETOS-PRAGA	14
2.3. METABÓLITOS SECUNDÁRIOS EM SOLANACEAE	15
2.4. BIOATIVIDADE DE DERIVADOS DE SOLANACEAE SOBRE ARTRÓPODES-PRAGA	16
2.5. BIOATIVIDADE DE DERIVADOS DE SOLANACEAE SOBRE INSETOS-PRAGA DE PRODUTOS ARMAZENADOS	17
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	19
3.1. CRIAÇÃO DE <i>SITOPHILUS ZEAMAI</i> MOT. 1855 (COLEOPTERA: CURCULIONIDAE).....	19
3.2. EXTRATOS VEGETAIS DAS ESPÉCIES DE SOLANACEAE	19
3.3. BIOENSAIOS	19
3.4. TRIAGEM PARA IDENTIFICAÇÃO DOS EXTRATOS VEGETAIS MAIS EFICIENTES	20
3.4.1. AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE INSETICIDA	20
3.4.2. AVALIAÇÃO DOS EFEITOS SUBLETAIS SOBRE A PROGENIE F ₁ E DO DANO NOS GRÃOS ...	21
3.5. ESTIMATIVA DAS CONCENTRAÇÕES LETAIS (CL ₅₀ E CL ₉₀) E DO TEMPO LETAL MÉDIO (TL ₅₀) DO EXTRATO MAIS EFICIENTE.....	21
3.6. PARTIÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO DO EXTRATO MAIS EFICIENTE	22
3.7. EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA DO EXTRATO MAIS EFICIENTE.....	23
3.7.1 PRIMEIRA EXTRAÇÃO.....	23
3.7.2. SEGUNDA EXTRAÇÃO.....	23
3.7.3. TERCEIRA EXTRAÇÃO	24
3.8.1 CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA PRESSÃO ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS DE ALTA RESOLUÇÃO (UPLC-MS).....	24
3.8.2 CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS (GC-MS)	25
3.6. ANÁLISE DOS DADOS	26
4. RESULTADOS	29

4.1. TRIAGEM PARA IDENTIFICAÇÃO DOS EXTRATOS VEGETAIS MAIS EFICIENTES	29
4.2. ESTIMATIVA DAS CONCENTRAÇÕES LETAIS (CL_{50} E CL_{90}) E DO TEMPO LETAL MÉDIO (TL_{50}) DO EXTRATO MAIS EFICIENTE	30
4.3. PARTIÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO DO EXTRATO MAIS EFICIENTE.....	33
4.4. EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA DO EXTRATO MAIS EFICIENTE	34
4.4.1. PRIMEIRA EXTRAÇÃO	34
4.4.2. SEGUNDA EXTRAÇÃO	36
4.4.3. TERCEIRA EXTRAÇÃO.....	37
4.5. ANÁLISES QUÍMICAS DAS PARTIÇÕES BIOATIVAS	40
4.5.1. ANÁLISE QUÍMICA DA FRAÇÃO BSHex6-F4 POR UPLC-MS.....	40
4.5.2. ANÁLISES QUÍMICAS DAS FRAÇÕES BSHex1-F3, BSHex1-F4 E BSHex1-F6 POR CG-MS.....	41
5. DISCUSSÃO	43
6. CONCLUSÕES	73
REFERÊNCIAS.....	75
ANEXOS	81

RESUMO

Extratos vegetais de Solanaceae: investigação química e bioatividade sobre *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) em grãos de milho armazenado

A utilização de plantas com ação inseticida tem sido considerada uma alternativa promissora no manejo integrado de pragas, apresentando diversas vantagens em relação aos atuais métodos de controle. Nos últimos anos no Brasil, uma série de estudos tem demonstrado que os produtos derivados de plantas apresentam bioatividade contra insetos. Assim, a identificação e a descrição dos compostos químicos responsáveis por essa bioatividade é fundamental, uma vez que tais compostos podem servir como modelos para a síntese de novos inseticidas sintéticos com estrutura química análoga à dos naturais, principalmente aqueles que apresentem mecanismos de ação diferentes dos produtos já registrados. Portanto, no presente estudo, foi realizada uma triagem com 17 extratos etanólicos provenientes de 9 espécies de Solanaceae para avaliar a bioatividade deles sobre o gorgulho-do-milho, *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae). O extrato etanólico de folhas de *Brugmansia suaveolens* (Willd.) Bercht. & J. Presl foi o melhor entre todos, sendo as concentrações letais necessárias para matar 50 e 90% da população (CL₅₀ e CL₉₀) iguais a 2.231 mg kg⁻¹ e 5.859 mg kg⁻¹, respectivamente, e o tempo letal médio (TL₅₀), usando a CL₉₀, foi 99,78 h. Dessa forma, ele foi selecionado para uma série de fracionamentos químicos biomonitorados com ensaios toxicológicos para identificar compostos bioativos. Algumas das frações químicas obtidas a partir de *B. suaveolens* mataram mais de 50% dos adultos de *S. zeamais*, além de reduzirem a progênie F1 e, conseqüentemente, os danos nos grãos de milho. Essa bioatividade se deve, possivelmente, à presença de ácidos graxos e alcaloides. Por cromatografia líquida de alta pressão acoplada à espectrometria de massas de ultra resolução (UPLC-MS) da fração BSHex6F4, foram identificados compostos pertencentes ao grupo dos alcaloides. Por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) das frações BSHex1-F3, BSHex1-F4 e BSHex1-F6 foram identificados derivados de ácidos graxos. Os resultados adquiridos no presente estudo demonstram o potencial de prospectar compostos inseticidas de espécies da família Solanaceae para proteger grãos de milho armazenado contra os danos causados por *S. zeamais*.

Palavras-chave: Bioprospecção; Gorgulho-do-milho; Cromatografia; Inseticidas botânicos; Metabólitos secundários

ABSTRACT

Plant extract from Solanaceae: chemical investigation and bioactivity on *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) in stored corn

The use of plants with insecticidal action has been considered a promising alternative in the integrated pest management, showing several advantages over current control methods. In recent years in Brasil, a number of studies have shown that plant-derived products have bioactivity against insects. Thus, the identification and description of the chemical compounds responsible for this bioactivity is fundamental, since such compounds can be used as models for development of new synthetic insecticides with chemical structure analogous to the natural ones, mostly those that present different mode of action of those currently registered. Therefore, in the present study, a screening was performed with 17 ethanolic extracts from 9 Solanaceae species to evaluate their bioactivity on the maize weevil *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae) on stored grain corn. The ethanolic extract from the leaves of *Brugmansia suaveolens* (Willd.) Bercht. & J. Presl was the most efficient among all, presenting the lethal concentrations to kill 50 and 90% of the population (LC₅₀ and LC₉₀) equal to 2,231 mg kg⁻¹ and 5,859 mg kg⁻¹, respectively, and the mean lethal time (LT₅₀), using the LC₉₀, of 99.78 h. Therefore, this extract was selected to continue the biomonitoring chemical fractions with toxicological bioassays to identify bioactive compounds. Some of the chemical fractions obtained from *B. suaveolens* extract killed more than 50% of the adults of *S. zeamais*, besides reducing the progeny F₁ and, consequently, the damages in the corn grains. This bioactivity is possibly due to the presence of fatty acids and alkaloids. An ultra performance liquid chromatography coupled to mass spectrometry (UPLC-MS) analysis was performed with the BSHex6-F4 fraction and alkaloids derivatives compounds were identified. A gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS) analysis was performed with the BSHex1-F3, BSHex1-F4 and BSHex1-F6 fractions and fatty acids derivatives were identified. The results obtained in the present study demonstrate the potential to prospect insecticidal compounds of Solanaceae family species to protect corn stored grains against damage caused by *S. zeamais*.

Keywords: Bioprospection; Maize weevil; Chromatography; Botanic insecticides; Secondary metabolites

1. INTRODUÇÃO

Os danos ocasionados por insetos durante a pós-colheita são considerados irrecuperáveis e caracterizam uma restrição da segurança alimentar, especialmente nos países tropicais em desenvolvimento. As infestações, que muitas vezes se iniciam no campo, persistem na fase de armazenamento ocasionando perdas consideráveis no peso e na qualidade dos grãos e sementes (GARCÍA-LARA; BERGVINSON, 2007).

O gorgulho-do-milho, *Sitophilus zeamais* Mots. 1855 (Coleoptera: Curculionidae), é uma praga primária de grãos armazenados de grande importância no mundo. A infestação de cereais (ex. milho, arroz; trigo) por esse inseto ocorre em grãos intactos, no interior dos quais as larvas se alimentam (NUKENINE; TOFEL; ALDER, 2011; LI et al., 2013; WEI et al., 2014). Mundialmente, a principal forma de controle de *S. zeamais* é baseada no emprego de inseticidas sintéticos, muitas vezes realizada de forma indiscriminada, o que tem ocasionado uma série de problemas ambientais e sociais, como: resíduos de defensivos nos grãos acima dos limites aceitáveis, persistência no meio ambiente e toxicidade a mamíferos e insetos não alvo.

A utilização de plantas com ação inseticida tem sido considerada uma alternativa promissora no manejo integrado de pragas, apresentando diversas vantagens em relação aos atuais métodos de controle. Entre tais vantagens destacam-se: rápida degradação, baixa pressão de seleção pelos insetos, além da grande diversidade biológica de compostos químicos de plantas ainda quase inexplorados (ROEL, 2001; SILVA et al., 2007). Nos últimos anos no Brasil, uma série de estudos tem demonstrado que os produtos derivados de plantas apresentam bioatividade contra insetos (ALBUQUERQUE et al., 2013; LIMA et al., 2013; BACCI et al., 2015; CAMPOS et al., 2015), a qual pode ser categorizada como comportamental (repelência, deterrência alimentar e oviposição) ou fisiológica (toxicidade aguda, desenvolvimento irregular, inibição de crescimento) (ISMAN, 2017).

A identificação e descrição dos compostos químicos responsáveis pela bioatividade observada também tem sido relatada pelos autores, uma vez que tais compostos podem servir como modelos para a síntese de novos inseticidas sintéticos com estrutura química análoga à dos naturais, principalmente daqueles que apresentam mecanismos de ação diferentes dos produtos já registrados, os quais são características de suma importância para combater a ampla ocorrência de populações de insetos-praga resistentes aos ingredientes ativos (BOYER, ZHANG, LEMPÉRIÈRE, 2012).

A família Solanaceae agrega espécies de plantas com elevado potencial bioativo contra artrópodes-praga, apresentando, como principais grupos químicos em sua constituição, os terpenos, os fenóis, ácidos graxos, alcaloides e os compostos nitrogenados (CHOWANSKI et al., 2016). Investigações da bioatividade de plantas pertencentes a essa família já foram relatados, comprovando seus efeitos letais (ZAPPATA et al., 2006; TARMADI et al., 2014; MARTINEZ et al., 2015) e subletais (LOVATTO et al., 2010; JEYASANKAR et al., 2012; VENTRELLA et al., 2016) contra diferentes ordens de insetos.

No entanto, após feita uma revisão de literatura, pudemos constatar que não existem relatos até o momento sobre a investigação da bioatividade de espécies da família Solanaceae contra o gorgulho-do-milho *S. zeamais* em grãos de milho armazenado. O que mostra o grande potencial de inovação científica e tecnológica em desenvolver trabalhos que explorem esse tema.

Assim, no presente estudo foi realizada uma série de separações químicas e bioensaios toxicológicos para avaliar a bioatividade de extratos químicos e frações de Solanaceae, dos gêneros *Acistus*, *Brugmansia*, *Lycianthes* e *Solanum*, contra *S. Zeamais* em milho armazenado, e identificar as classes de compostos químicos responsáveis pela bioatividade observada.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1. Aspectos bioecológicos e danos de *Sitophilus zeamais* Mots. 1855 (Coleoptera: Curculionidae)

O gorgulho-do-milho *S. zeamais* é um besouro de coloração castanho-escuro, com quatro manchas avermelhadas nos élitros e pernas com tarsos pentâmeros (ROSSETTO, 1969). Possui tamanho reduzido, com aproximadamente 3 mm de comprimento, e cabeça projetada à frente em forma de rostro (típico da família Curculionidae), sendo nas fêmeas mais longo e afilado do que nos machos (LOECK, 2002). O aparelho bucal é do tipo mastigador, possuindo mandíbulas fortes o suficiente para romperem a dureza dos grãos (SANTOS, 1993; LORINI, 1998; GALLO et al., 2002). As larvas são do tipo curculioniforme, ápodas e de coloração amarelo-clara com a cabeça mais escura. As pupas são brancas e brilhantes, com o rostro e as tecas alares bem visíveis (MOUND, 1989; LORINI, 1998; GALLO et al., 2002).

O ciclo biológico de *S. zeamais* começa quando a fêmea perfura um orifício no grão, geralmente na região do embrião, depositando um ovo e em seguida cobrindo o orifício com uma substância gelatinosa (EVANS, 1981; COTTON; WILBUR, 1982). A fase embrionária dura, em média, 4 dias, a 25°C. As larvas desenvolvem-se dentro do grão, passando por quatro instares larvais e transformando-se em pupa ainda no interior do mesmo (GALLO et al., 2002).

Os adultos apresentam longevidade de aproximadamente 140 dias; número médio de 282,2 ovos por fêmea, com período médio de oviposição de 104,2 dias, e média de 2,7 ovos por dia; período de incubação de 3 a 6 dias e emergência de 48,1 e 51,9% de adultos machos e fêmeas, respectivamente, sendo que 26,9% dos ovos se desenvolvem até a emergência dos adultos (GALLO et al., 2002). O desenvolvimento completo é possível em temperaturas entre 15 e 35°C, e leva 35 dias em condições de 27°C e 70% de umidade relativa (REES, 1996).

Os danos de *S. zeamais* podem ser causados tanto pela forma larval, que se desenvolve no interior do grão, como pelos adultos (SANTOS; FONTES, 1990), tanto no campo como durante o armazenamento, com diminuição do peso dos grãos acima de 15%, resultando em perdas econômicas de até 60% em seis meses (SOUSA; CONTE, 2013).

As larvas se alimentam das partes internas do grão, reduzindo seu peso. A perda de peso, causada pela alimentação do gorgulho, resulta em diminuições severas nos valores nutritivos e econômicos, reduzindo a viabilidade da semente, assim como causando

contaminação por excreções e fragmentos de seu corpo (WEI et al., 2014; SULEIMAN et al., 2015). Por serem capazes de infestar o grão intacto, o gorgulho *S. zeamais* é considerado uma praga primária de grãos (CHU et al., 2012).

2.2. Compostos botânicos no controle de insetos-praga

Ao longo do processo evolutivo, algumas plantas têm desenvolvido diversificados mecanismos de defesa contra a herbivoria, como os compostos químicos oriundos da síntese de metabólitos secundários (DEQUECH et al., 2008). Esses compostos podem consistir em fontes ricas de substâncias inseticidas produzidas em resposta ao ataque de herbívoros e de patógenos (PICHESKY; GERSHENZON, 2002; SIMAS et al., 2004).

A utilização de plantas com ação inseticida tem sido considerada uma alternativa promissora no manejo integrado de pragas, apresentando diversas vantagens em relação aos atuais métodos de controle. Entre tais vantagens destacam-se: rápida degradação, baixa indução de resistência adquirida pelos insetos, além da grande diversidade biológica de compostos químicos de plantas ainda quase inexplorados (ROEL, 2001; SILVA et al., 2007).

As espécies de plantas com atividade inseticida apresentam composição química complexa, tendo compostos terpênicos e seus correspondentes como principais constituintes, os quais exibem alto potencial de toxicidade, resultando em alterações fisiológicas e comportamentais dos insetos (PEREIRA et al., 2008). Esses inseticidas botânicos podem causar efeitos como repelência, inibição da oviposição, deterrência, diminuição da fecundidade e fertilidade dos insetos.

Nos últimos anos no Brasil, uma série de estudos tem demonstrado que os produtos derivados de plantas podem consistir em potenciais inseticidas, representando uma alternativa para novos métodos de controle de pragas (ALBUQUERQUE et al., 2013; LIMA et al., 2013; BACCI et al., 2015; CAMPOS et al., 2015). O uso de compostos químicos de plantas é efetuado, principalmente, por meio de formulações em pó, extratos e óleos (ESTRELA et al., 2006).

Mikenda et al. (2015), ao testarem extratos vegetais oriundos de quatro plantas, *Tithonia diversifolia* (Hemsl.) A. Grey (Asteraceae), *Tephrosia vogelii* Hook.f. (Fabaceae), *Vernonia amygdalina* Delile (Asteraceae) e *Lippia javanica* (Burm.f.) Spreng (Verbanaceae), contra cinco pragas do feijoeiro [(*Aphis fabae* Scopoli (Hemiptera: Aphididae), *Ootheca mutabilis* and Schönherr e *O. bennigseni* Weise (Coleoptera: Chrysomelidae), *Epicauta albobittata* Gestro (Coleoptera: Meloidae) e *E. limbatipennis* Pic (Coleoptera: Meloidae)]

comprovaram maior eficiência desses extratos, tanto no controle, como na redução do custo e efeitos em inimigos naturais, quando comparados ao inseticida sintético piretroide lambda-cialotrina.

2.3. Metabólitos secundários em Solanaceae

Metabólitos secundários são substâncias oriundas do mecanismo de defesa dos seres vivos, e apresentam em sua composição química uma mistura complexa de compostos. Tais compostos podem ser classificados de acordo com sua estrutura, composição e solubilidade em diferentes solventes. Nas plantas, os principais grupos de metabólitos secundários, baseados na estrutura química, são: terpenos, fenóis e compostos nitrogenados (CHOWANSKI et al., 2016).

A produção de metabólitos secundários é comum em todas as espécies de plantas. A família Solanaceae pertence ao táxon de maior importância do reino Plantae, principalmente em termos de produção de alimentos (por exemplo, tomates e batatas) e drogas recreativas (por exemplo, tabaco) (BOULOGNE et al., 2012). Ainda, plantas pertencentes a essa família possuem enorme potencial para o desenvolvimento de novas moléculas químicas para proteção de cultivos agrícolas, e vem sendo cada vez mais estudadas, propiciando a identificação de compostos eficientes no controle de insetos, ácaros e fungos (JERZYKIEWICZ, 2007).

Um dos principais grupos com bioatividade comprovada em Solanaceae é o dos alcaloides, os quais podem causar efeitos estimulantes, tóxicos e letais em animais (HASSINE; MANSOUR; HAMMAMI, 2013; DIAZ, 2015). Lachman et al. (2001) relatam a presença de glicoalcaloides em *Solanum tuberosum* L. como defesa natural contra patógenos e insetos-praga. Outro exemplo clássico é a nicotina, que pode ser encontrada nas espécies *Nicotiana tabacum* L., *Nicotiana glauca* Graham e *Nicotiana rustica* L. Tal substância se liga aos receptores do neurotransmissor acetilcolina no neurônio pós-sináptico promovendo hiperexcitação e descoordenação muscular no inseto (EL-WAKEIL, 2013). Os alcaloides solamargina e solasonina foram identificados por Pinto et al. (2011), em *Solanum asperum* Rich., e apresentam atividade antifúngica.

Além dos alcaloides, os flavonoides, flavonóis e flavonas constituem um dos grupos de substâncias mais frequentes em Solanaceae. Exemplos de flavonoides são a astragalina encontrada em *Solanum crinitum* Lam. e a quercitrina encontrada em *Solanum melongena* L. Flavonóis como a gossipetina e a herbacetina foram identificados em *Solanum paludosum*

Moric., e flavonas como a apigenina e o crisoeriol podem ser encontrados em *Solanum xanthocarpum* Schrad and Wendl. e *Solanum unguilatum* A. Rich., respectivamente (SILVA et al., 2003). Além disso, Luo et al. (2011) identificaram capsaicinoides e capsinoides em espécies do gênero *Capsicum* (pimentas), as quais apresentam atividade anti-inflamatória, analgésica, antioxidante, além de benefícios gastrointestinais e cardiovasculares, perda de peso e prevenção de câncer.

2.4. Bioatividade de derivados de Solanaceae sobre artrópodes-praga

A síntese de novos defensivos agrícolas, a partir de metabólitos de defesa das plantas, necessita de estudos que viabilizem a utilização de moléculas-modelo advindas de tais compostos. Como exemplo de plantas que possuem moléculas com propriedades bioativas, podem ser citadas espécies pertencentes à família Solanaceae, para as quais já foram comprovados compostos que causam efeitos letais e subletais sobre diferentes ordens de insetos.

O efeito letal do extrato aquoso de *Cestrum parqui* L'Hér. sobre adultos e larvas de *Ceratitis capitata* (Wiedemann) (Diptera: Tephritidae) quando este foi incorporado à dieta artificial foi comprovado por Zappata et al. (2006). Extratos aquosos de *Capsicum annum* L. e de *Nicotina tabacum* L. causaram efeitos letais, após aplicação tópica de 5 µl dos extratos no corpo dos insetos, e efeitos subletais de repelência e redução da alimentação em *Demotissa neivai* (Bondar) (Coleoptera: Chrysomelidae) (Martinez et al., 2015). Ventrella et al. (2016) verificaram que o extrato aquoso de *Solanum tuberosum* L., à concentração de 50 µM, aplicado sobre larvas de *Drosophila melanogaster* (Meigen) (Diptera: Drosophilidae), causou malformações das pupas e consequente redução no número de adultos. Segundo Martinez et al. (2015),

O efeito inseticida da fração hexânica do extrato metanólico de folhas de *Brugmansia candida* Pers. sobre duas espécies de cupins: *Coptotermes gestroi* (Wasmann) (Isoptera: Rhinotermitidae) e *Cryptotermes cynocephalus* (Light) (Isoptera: Kalotermitidae), que nas concentrações de 3% e 4%, respectivamente, provocou a mortalidade total das duas espécies foi observado por Tarmadi et al. (2014). Em condições de campo, o extrato aquoso de folhas de *Solanum fastigiatum* var. *acicularium* Dunal. aplicado a 10%, à base de 20 ml por planta, sobre plântulas de couve (*Brassica oleracea* var. *acephala* L.) reduziu a

população de *Brevicoryne brassicae* (L.) (Hemiptera: Aphididae) em cerca de 45% (LOVATTO et al., 2010).

Estudos realizados com o extrato acetato de etila de sementes de *Solanum pseudocapsum* (L.), aplicado a 5 mg L⁻¹, mostraram atividade fagodeterrente e inseticida sobre lagartas de quarto instar de *Helicoverpa armigera* (Hübner) (Lepidoptera: Noctuidae), *Spodoptera litura* (Fabricius) (Lepidoptera: Noctuidae) (JEYASANKAR et al., 2012). Os extratos aquosos e acetônicos de frutos de diferentes acessos de *Solanum viarum* Dunal. causaram efeitos letais sobre lagartas de quarto instar de *S. litura* quando alimentadas com folhas de mamona tratadas com os extratos na concentração de 1% (RAMESH et al., 2013).

2.5. Bioatividade de derivados de Solanaceae sobre insetos-praga de produtos armazenados

Padín et al. (2013) verificaram redução de 21% na sobrevivência de *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae), 48 h após a aplicação tópica do extrato metanólico de folhas de *Solanum sisymbriifolium* Lam., a 1.000 ppm. Em estudo desenvolvido com a mesma praga, Abbasipour et al. (2011) estimaram a CL₅₀ (3,94 mg L⁻¹) e a CL₉₀ (15,37 mg L⁻¹) do extrato etanólico de *Datura stramonium* L., por contato residual, e também constataram efeito fagodeterrente desse extrato etanólico.

Ao testarem os pós de folhas de *Solanum melongena* L. e de *Capsicum annuum* L., a 5,0 e 10,0%, sobre grãos de feijão-caupi, Freire et al. (2016) observaram ação repelente desses pós sobre *Callosobruchus maculatus* (Fabricius) (Coleoptera: Bruchidae), evidenciando efeito subletal e posterior letalidade de tais tratamentos.

Ali et al. (2012), avaliando o efeito de extrato em acetona de *Datura alba* Nees, à concentração de 2,5%, em contato residual, sobre *Trogoderma granarium* (Everts) (Coleoptera: Dermestidae) e *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae), verificaram redução da sobrevivência em 33,5% e 45%, respectivamente, e diminuição do número de indivíduos tanto na progênie F₁ quanto na F₂. Guimarães et al. (2014) testaram extratos aquosos e etanólicos de frutos, polpas e sementes de pimenta-dedo-de-moça (*Capsicum baccatum* L.), nas concentrações de 2,5 a 20%, sobre *S. zeamais*. Os resultados mais promissores foram obtidos com extratos etanólicos de frutos, os quais nas referidas concentrações causaram mortalidades dos adultos variando de 37,5 a 60,0%. Ainda em relação aos extratos etanólicos, constataram mortalidades de 18,5 a 36,9% com o extrato das polpas e 3,8 a 29,2% com o extrato das sementes. Os extratos aquosos mais promissores

foram obtidos com o uso das sementes (33,8 a 37,8%). Testando do efeito da suspensão aquosa, extrato aquoso e extrato etéreo de raízes, folhas, flores e frutos de *Solanum surratense* na oviposição de *Callosobruchus chinensis* (Linnaeus) (Coleoptera: Chrysomelidae) em diferentes concentrações (1, 2,5, 5 e 10%), Srivastava e Gupta (2007) constataram redução no número de ovos de maneira dose-dependente.

Algumas espécies da família Solanaceae já foram estudadas no nosso grupo de pesquisa, constatando-se a bioatividade de algumas contra insetos-praga como a lagarta do cartucho, *Spodoptera frugiperda* e o caruncho-do-feijão, *Zabrotes subfasciatus*. Assim, nesse estudo, objetivamos estudar a bioatividade de espécies da família Solanaceae contra o gorgulho-do-milho *S. zeamais* e investigar quimicamente as frações mais bioativas através de métodos cromatográficos.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Criação de *Sitophilus zeamais* Mots. 1855 (Coleoptera: Curculionidae)

A criação de *S. zeamais* foi previamente estabelecida a partir de uma população mantida no Laboratório de Irradiação de Alimentos e Radioentomologia do Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP), em Piracicaba/SP. A confirmação da espécie foi feita pelo professor Dr. Roberto Antonio Zucchi, do Departamento de Entomologia e Acarologia da ESALQ/USP, por meio do estudo da genitália de espécimes adultos.

Os insetos utilizados nos bioensaios foram criados em sala climatizada à temperatura de $25\pm 2^{\circ}\text{C}$, umidade relativa de $60\pm 10\%$, fotofase de 14 h e luminosidade média de 200 lux, em frascos de vidro com capacidade para três litros, com a boca vedada com tecido fino (*voile*). Grãos de trigo foram utilizados como substrato para a criação de *S. zeamais*, os quais foram armazenados previamente a -10°C em um freezer, visando eliminar eventuais insetos contaminantes (SILVA-AGUAYO et al., 2004).

3.2. Extratos vegetais das espécies de Solanaceae

As espécies de solanáceas testadas no presente estudo encontram-se descritas na Tabela 1 e foram depositadas no herbário do departamento de Biologia da Esalq-USP. A escolha dessas espécies se fez pela proximidade de coleta e disponibilidade de material vegetal fresco. Os extratos vegetais utilizados nos bioensaios já se encontravam devidamente armazenados a -10°C em freezer, no laboratório de Resistência de Plantas a Insetos e Plantas Inseticidas do Departamento de Entomologia e Acarologia da Esalq/USP.

3.3. Bioensaios

Todos os bioensaios foram conduzidos em sala climatizada à temperatura de $25\pm 2^{\circ}\text{C}$, umidade relativa de $60\pm 10\%$, fotofase de 14 h e luminosidade média de 200 lux. Como substrato para realização dos testes, foram utilizados grãos de milho inteiros, previamente selecionados manualmente, do híbrido AG 1051 (dentado amarelo, semiduro), adquirido no comércio local. Para realização dos ensaios toxicológicos foram utilizadas placas de Petri (6

cm de diâmetro e 2 cm de altura) contendo amostras de 10 g de milho, as quais foram tratadas, separadamente, com os extratos vegetais ou partições químicas.

Para aplicação dos tratamentos (extratos e partições químicas) nos grãos foi utilizado um microatomizador acoplado a uma bomba pneumática com ajuste de modo a propiciar uma pressão de pulverização de $0,5 \text{ kgf cm}^{-2}$, por meio de um volume de calda de 30 L t^{-1} (Ribeiro et al., 2014). Após a pulverização, a mistura dos grãos com os extratos foi feita manualmente, em sacos plásticos com capacidade para dois litros, os quais foram agitados por um min.

3.4. Triagem para identificação dos extratos vegetais mais eficientes

Para identificação dos extratos etanólicos com maior bioatividade sobre *S. zeamais*, foram realizados bioensaios para verificar os efeitos letais e subletais dos mesmos. Com base em tais resultados foi selecionado o extrato mais eficiente, o qual foi particionado com o intuito de detectar, por meio de biomonitoramento, as classes químicas presentes nas partições bioativas.

3.4.1. Avaliação da atividade inseticida

Para realização deste bioensaio as amostras de 10 g de milho (unidade amostral) foram tratadas, separadamente, com os extratos vegetais (tratamentos) aplicados na amostra de milho na concentração de 5.000 mg kg^{-1} , além de dois controles (testemunhas). O controle negativo foi constituído pelo solvente utilizado na ressuspensão dos extratos (acetona:metanol na proporção 2:1) e o controle positivo consistiu do Azamax [azadiractina A/3-tigloilazadiractol (12 g/L) ($1,2\% \text{ m/m}$)]. Após aplicação, cada tratamento permaneceu em estufa com fluxo de ar contínuo para evaporação do solvente. Testes preliminares indicaram que os solventes utilizados na ressuspensão dos extratos não causaram efeitos sobre *S. zeamais*.

Cada unidade experimental foi infestada com 20 adultos, não sexados e com idade entre 10 e 20 dias, utilizando-se 10 repetições por tratamento. A sobrevivência dos adultos foi avaliada ao décimo dia após a infestação. Foi considerado morto o indivíduo cujas extremidades estavam completamente distendidas e sem reação ao contato com um pincel, durante um min de observação.

3.4.2. Avaliação dos efeitos subletais sobre a progênie F₁ e do dano nos grãos

As mesmas unidades amostrais, número e idade dos insetos, número de tratamentos e de repetições do teste anterior (item 3.4.1) foram utilizadas neste bioensaio. Decorridos 10 dias da infestação, os adultos foram retirados e as unidades amostrais mantidas nas condições climáticas mencionadas anteriormente.

Decorridos 60 dias da infestação inicial, o número de adultos emergidos foi contado em cada placa para avaliação da progênie F₁. Nesse momento, também foram estimados os danos ocasionados pela alimentação de *S. zeamais*, verificando-se a percentagem de grãos danificados ou perfurados em cada amostra, por meio da avaliação visual de cada grão. Grãos que apresentassem pelo menos uma perfuração devido a alimentação e/ou oviposição do inseto, eram considerados como grãos com danos.

3.5. Estimativa das concentrações letais (CL₅₀ e CL₉₀) e do tempo letal médio (TL₅₀) do extrato mais eficiente

O extrato vegetal mais eficiente no processo de triagem foi testado para estimar as concentrações necessárias para matar 50 e 90% (CL₅₀ e CL₉₀, respectivamente) da população dos gorgulhos. Para essas estimativas, testes preliminares foram realizados com o referido extrato para verificar as concentrações básicas necessárias para provocar mortalidade de 95% dos adultos e mortalidade semelhante à obtida no controle (acetona:metanol). Com base nesses dados, as concentrações testadas foram estabelecidas por meio da fórmula de Finney (1971):

$$q = \sqrt[n+1]{\frac{a_n}{a_1}}$$

Onde: q= razão de progressão geométrica (p.g.); n= número de concentrações a extrapolar; a_n= limite superior da p.g. (concentração que provoca mortalidade de cerca de 95%, estimada por meio de teste preliminar); a₁= limite inferior da p.g. (concentração que provoca mortalidade semelhante ao controle, estimada por meio de teste preliminar).

Os mesmos procedimentos adotados no item 3.4.1 foram mantidos para este bioensaio, sendo as avaliações de mortalidade realizadas também ao décimo dia.

O TL₅₀ (tempo necessário para matar 50% da população dos gorgulhos) foi estimado com base na CL₉₀ determinada no bioensaio anterior. Os mesmos procedimentos realizados no item 3.4.1 foram adotados para este bioensaio, porém, as avaliações de mortalidade foram realizadas a cada 24 horas por um período de 10 dias.

3.6. Partição líquido-líquido do extrato mais eficiente

O extrato etanólico de folhas de *Brugmansia suaveolens* (Willd.) Bercht. & J. Presl (o mais eficiente com base nos resultados obtidos no item 3.4) foi submetido a duas partições líquido-líquido a fim de separar as partições (fases) com diferentes afinidades químicas (cromatografia de partição), uma com compostos mais polares [metanol:água (1:3, v.v⁻¹)] e outra com compostos menos polares (hexano ou diclorometano). O extrato vegetal foi solubilizado em metanol:água (1:3, v.v⁻¹), sendo adicionados 100 mL dessa proporção para cada grama de extrato etanólico. Para o particionamento líquido-líquido (1), foram adicionados 100 mL de hexano para cada grama de extrato etanólico em triplicata e para o particionamento líquido-líquido (2), foram adicionados 100 mL de diclorometano para cada grama de extrato etanólico em triplicata, resultando quatro frações. A fração hexânica (BSHex), diclorometânica (BSDcm) e as fases hidrometanólica (BSHm1 e BSHm2) foram então concentradas em um evaporador rotativo sob as mesmas condições de temperatura e pressão usadas para produzir os extratos vegetais. A avaliação do rendimento de cada partição foi realizada levando-se em conta a massa de seu extrato bruto.

Posteriormente, as frações BSHex (80% rendimento), BSHm1 (14%), BSDcm (82%) e BSHm2 (17%) de folhas de *B. suaveolens* foram submetidas a bioensaios para avaliação dos efeitos letais e subletais em adultos de *S. zeamais*. Para tanto, amostras de milho (10 g) foram tratadas e para cada fase foi adotado o mesmo procedimento experimental descrito no item 3.3. As concentrações utilizadas foram baseadas nas CL₅₀, correspondendo, portanto, a 2.231 mg kg⁻¹ para as frações e 354 mg kg⁻¹ para o Azamax®.

3.7. Extração em fase sólida do extrato mais eficiente

3.7.1 Primeira extração

A fração hexânica, obtida através da partição líquido-líquido, de folhas de *B. suaveolens* foi reparticionada utilizando cromatografia em coluna com cartucho de sílica Sep-Pak Silica Classic Cartridge (Strata-Phenomenex, 10 g). Uma massa de 1 g da fração hexânica foi solubilizada em hexano e inserida no cartucho de sílica, sendo aplicado um set de combinações de solventes orgânicos com polaridade crescente para a separação dos compostos bioativos. Assim, foram aplicados, sucessivamente, 100 mL de cada uma das seguintes combinações de solventes: 9Dcm:1Hex (9 diclorometano: 1 hexano) - BSHex1 (36% de rendimento); 100% Dcm - BSHex2 (5%); 9Dcm:1AcEt (9 diclorometano: 1 acetato de etila) - BSHex3 (15%); 1Dcm:1AcEt - BSHex4 (4%); 100%AcEt - BSHex5 (2%); 1AcEt:1Met (1 acetato de etila: 1 metanol) - BSHex6 (19%); e 1Met:1Acet (1 metanol: 1 acetona) - BSHex7 (1%), produzindo 7 frações. As concentrações utilizadas foram as mesmas descritas no item 3.6.

3.7.2. Segunda extração

As frações BSHex1(1g) e BSHex6 (1g) foram submetidas a outra separação com cartucho de sílica Sep-Pak Silica Classic Cartridge (Strata-Phenomenex, 10 g). Nessas separações também foi utilizado um set de combinações de solventes orgânicos. Para a fração BSHex1, 1g de massa foi solubilizada em diclorometano e inserida no cartucho de sílica, sendo aplicadas, sucessivamente, 100 mL de cada uma das seguintes combinações de solventes: 100% hexano - BSHex1-F1 (47,4% de rendimento); 9Hex:1Dcm - BSHex1-F2 (13,4%); 8Hex:2Dcm - BSHex1-F3 (5,6%); 7Hex:3Dcm - BSHex1-F4 (3,6%); 6Hex:4Dcm - BSHex1-F5 (2,0%); 5Hex:5Dcm - BSHex1-F6 (0,8%); 4Hex:6Dcm - BSHex1-F7 (0,8%); 3Hex:7Dcm - BSHex1-F8 (0,3%); 2Hex:8Dcm - BSHex1-F9 (0,8%); 1Hex:9Dcm - BSHex1-F10 (0,8%); 100% Dcm - BSHex1-F11 (1,0%); e 100% metanol - BSHex1-F12 (8,8%). As 12 frações foram submetidas à cromatografia em camada delgada e reagrupadas por similaridade química em seis frações.

Já para a fração BSHex6, 1 g de massa foi solubilizada em acetato de etila e inserida no cartucho de sílica, sendo aplicados, sucessivamente, 100 mL de cada uma das seguintes combinações de solventes: 100% AcEt - BSHex6-F1 (21,85% de rendimento); 9AcEt:1Met -

BSHex6-F2 (38,5%); 8AcEt:2Met - BSHex6-F3 (23,3%); 7AcEt:3Met - BSHex6-F4 (5,2%); 6HAcEt:4Met - BSHex6-F5 (3,7%); 5AcEt:5Met - BSHex6-F6 (2,2%); 4AcEt:6Met - BSHex6-F7 (1,9%); e 3AcEt:7Met - BSHex6-F8 (2,2%). As 8 frações foram submetidas à cromatografia em camada delgada e reagrupadas por similaridade química em quatro frações. As concentrações utilizadas foram correspondentes a 1/2 das CL₅₀, ou seja, 1.125 mg kg⁻¹ para as frações e 177 mg kg⁻¹ para o Azamax®.

3.7.3. Terceira extração

A fração BSHex6-F4 foi reparticionada utilizando um cartucho de sílica Sep-Pak C18 (Strata-Phenomenex, 1 g). Nessas separações foi utilizado um gradiente de eluição polar. Para isso, 0,1 g de massa foi solubilizada em água Milli-Q e inserida no cartucho de sílica C18, sendo aplicados, sucessivamente, 50 mL de cada um dos seguintes solventes: água Milli-Q - BSHex6-F4A (53,3% rendimento); ácido nítrico BSHex6-F4B (10,0%); e 50 mL de metanol - BSHex6-F4C (23,3%). As concentrações utilizadas foram correspondentes a 1/4 das CL₅₀, ou seja, 660 mg kg⁻¹ para as frações e 89 mg kg⁻¹ para o Azamax®.

3.8. Análises químicas das partições bioativas

3.8.1 Cromatografia líquida de alta pressão acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (UPLC-MS)

As análises para determinação das massas moleculares dos compostos presentes nas frações BSHex6-F1, BSHex6-F2, BSHex6-F3 e BSHex6-F4, foram realizadas no Laboratório de Química Orgânica de Sistemas Biológicos, no Instituto de Química de São Carlos (IQSC/USP), em colaboração com o professor Dr. Roberto Gomes de Souza Berlinck.

As amostras foram eluídas em acetonitrila (LC-MS), na concentração de 1 mg mL⁻¹, sendo injetados 10 µL da amostra. O espectrômetro de massas utilizado foi o Xevo G2-XS QToF Quadrupolo Tempo-de-voo (Waters), operando em modo *electrospray* positivo com faixa de detecção entre 100 e 1500 Da e energia de ionização 1,2 Kv. Os valores de *m/z* foram gravados no modo centroide. A aquisição dos dados foi realizada utilizando o programa MassLynx.

A fase estacionária utilizada foi uma coluna Acquity UPLC BEH C₁₈ (1,7 µm, 2,1 x 100 mm) e a fase móvel foi em gradiente de (A) água ultrapura (acrescida 0,1% de ácido

fórmico) em (B) acetonitrila (acrescida 0,1% de ácido fórmico), iniciando a corrida em 90A:10B (durante seis minutos), 50A:50B (por três minutos), 2A:98B (um minuto), totalizando dez minutos de análise. A vazão foi de 0,5 mL min⁻¹ e a temperatura de 4°C.

O padrão de fragmentação dos compostos foi comparado com dados existentes no banco de dados do *Dictionary of Natural Products*, *PubChem* e *MetFrag*, resultando em um escore comparativo (0,0 - 1,0; onde 0,0 corresponde à não combinação entre os fragmentos, e 1,0 equivale a 100% de probabilidade de combinações entre os fragmentos) entre os padrões de fragmentação dos compostos presentes no banco de dados e do composto presente na fração bioativa, sendo então selecionado aquele que apresentou o maior escore e, consequentemente, a maior probabilidade de igualdade entre os compostos.

3.8.2 Cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS)

As análises das frações BSHex1-F1, BSHex1-F2, BSHex1-F3, BSHex1-F4, BSHex1-F5 e BSHex1-F6 foram realizadas no Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto (FFCLRP/USP), em colaboração com o professor Dr. Eduardo José Crevelin.

Foi utilizado um sistema Shimadzu QP2010Plus (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão), equipado com injetor automático AOC-20i e fonte de ionização de elétrons (EI-EM) operando a 70 eV. A separação cromatográfica foi realizada em coluna capilar Rtx5-MS (Restek) de sílica fundida (30 m x 0,25 mm d. i. x 0,25 µm de filme), composta de 5% de difenilsiloxano e 95% de dimetilpolisiloxano. Foi utilizado o hélio (99,999% de pureza) como gás de arraste, a um fluxo constante de 1,03 mL min⁻¹. A temperatura do injetor e da fonte de íons foi de 250°C. As amostras foram preparadas em acetato de etila grau espectroscópico (marca J.T. Baker) a uma concentração final de 1,0 mg mL⁻¹, e o volume de injeção de amostra foi de 1,0 µL. A temperatura do forno foi programada de 60°C a 300°C a uma velocidade de 10°C min⁻¹. Os espectros de massas foram registrados com intervalo de varredura de 0,5 s na faixa de massas de 40 a 700 Da. As estruturas químicas foram comparadas com as existentes nas bibliotecas espectrais Wiley 7, NIST 08 e FFNSC 1,2 do sistema de dados do CG-EM, bem como os seus padrões de fragmentação.

3.6. Análise dos dados

Modelos lineares generalizados (NELDER; WEDDERBUM, 1972) foram utilizados para a análise das variáveis biológicas de *S. zeamais* expostos aos extratos brutos e partições de Solanaceae. A verificação da qualidade do ajuste foi feita por meio do gráfico meio-normal de probabilidades com envelope de simulação (DEMÉTRIO; HINDE, 1997; HINDE; DEMÉTRIO, 1998). Havendo diferenças significativas entre os tratamentos, múltiplas comparações (teste de Tukey, $p < 0,05$) foram realizadas por meio da função `glht` do pacote `multcomp` com ajuste dos valores de p .

Análises multivariadas foram realizadas para verificar o agrupamento dos extratos brutos de Solanaceae a partir das variáveis analisadas no ensaio de triagem, utilizando-se, para isso, a distância euclidiana média e o método UPGMA (*Unweighted Pair-group Method with Arithmetic Mean*). Todas essas análises foram realizadas utilizando-se o software estatístico “R”, versão 2.15.1 (R DEVELOPMENT CORE TEAM, 2013). Por sua vez, para estimativa das concentrações letais (CL_{50} e CL_{90}) foi utilizado um modelo binomial com função de ligação complemento log-log (modelo de gompit), utilizando-se o *Probit Procedure* do software SAS versão 9.2 (SAS INSTITUTE, 2011).

Tabela 1. Estruturas vegetais de espécies de Solanaceae utilizadas no estudo com *Sitophilus zeamais*.

Espécie vegetal	Local de coleta	Data da coleta	Número de Voucher
<i>Acnistus arborescens</i> (L.) Schltdl (folhas e ramos)	Campus CENA/USP, Piracicaba/SP (22°42'30.2"S 47°38'38.2"W)	16/11/15	D. S. Gissi 46
<i>Brugmansia suaveolens</i> Willd.) Bercht. & J. Presl (folhas e flores)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP (22°42'27.4"S 47°37'46.0"W)	31/10/15	G. L. P. Gonçalves 01
<i>Lycianthes asarifolia</i> (Kunth & Bouché) Bitter (folhas e ramos)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP (22°42'54.4"S 47°37'50.5"W)	16/11/15	D. S. Gissi 47
<i>Solanum americanum</i> Mill. (folhas e ramos)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP (22°42'27.4"S 47°37'46.0"W)	16/11/15	A. F. Lima 04
<i>Solanum cernuum</i> Vell. (folhas)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP SP (22°42'28.9"S 47°37'50.4"W)	17/11/15	D. S. Gissi 38
<i>Solanum scuticum</i> M. Nee. (folhas, ramos e frutos)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP (22°41'59.5"S 47°37'59.8"W)	05/01/16	D. S. Gissi 270
<i>Solanum seaforthianum</i> Andrews (folhas e ramos)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP 22°42'36.1"S 47°37'58.5"W	16/11/15	F. Rocha 01
<i>Solanum lycocarpum</i> A.S.-Hil (folhas)	Sítio Retiro, Lavras, MG (21°12'08.3"S 45°09'52.2"W)	31/12/15	A. F. Lima 02
<i>Solanum viarum</i> Dunal. (folhas e ramos)	Campus ESALQ/USP, Piracicaba/SP (22°42'28.9"S 47°37'48.9"W)	16/11/15	D. S. Gissi 37

4. RESULTADOS

4.1. Triagem para identificação dos extratos vegetais mais eficientes

Diversos extratos etanólicos promoveram efeitos sobre o gorgulho-do-milho *Sitophilus zeamais* Mots. como demonstrado pelas análises de GLM com distribuição quasi-binomial seguidas de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$ (Tabela 2).

Com relação à mortalidade, o tratamento mais eficiente foi o extrato de folhas de *Brugmansia suaveolens* que causou mortalidade de 94,5% dos adultos, sendo o único tratamento tão eficiente quanto o controle positivo (Azamax®) (99,0%). Os demais tratamentos que promoveram mortalidade maior que a registrada no controle negativo (acetona:metanol; 2:1) (9,0%) foram *Solanum viarum* (folhas) (66,0%), *Brugmansia suaveolens* (flores) (65,5%), *Lysianthes asarifolia* (folhas) (65%), *Solanum americanum* (folhas) (57,0%), *Solanum seaphortianum* (frutos) (53,5%), *Solanum viarum* (ramos) (46,5%), *Lysianthes asarifolia* (ramos) (40,0%), *Acnistus arborescens* (folhas) (39,0%), *Solanum scuticum* (ramos) (36,5%), *Solanum scuticum* (frutos) (35,5%), *Solanum americanum* (ramos) (32,0%), *Solanum seaphortianum* (folhas) (29,0%), *Solanum cernuum* (folhas) (25,0%) e *Solanum lycocarpum* (folhas) (24,5%). Dessa forma, os únicos tratamentos que não afetaram significativamente a sobrevivência do gorgulho foram o extrato de folhas de *Solanum scuticum* (22,5%) e o extrato de ramos de *Acnistus arborescens* (16,0%).

No que se refere à média de insetos emergidos na progênie F₁, todos os extratos testados propiciaram emergência menor que aquela registrada no controle negativo (44,9 adultos emergidos/placa), com destaque novamente para o extrato de folhas de *Brugmansia suaveolens*, com apenas 2,0 insetos emergidos, seguindo-se os extratos de *Solanum scuticum* (frutos) (16,2), *Solanum viarum* (folhas) (16,8), *Acnistus arborescens* (folhas) (17,1), *Acnistus arborescens* (ramos) (18,0), *Brugmansia suaveolens* (flores) (18,9), *Lysianthes asarifolia* (folhas) (19,1), *Lysianthes asarifolia* (ramos) (20,1) e *Solanum scuticum* (folhas) (22,2), todos com menos de 50% do número de adultos de *S. zeamais* emergidos no referido controle. Registre-se que não houve emergência de insetos no controle positivo.

Finalmente, também no que se refere à porcentagem de grãos danificados, os 17 extratos avaliados causaram redução no dano em comparação ao controle negativo, tratamento em que 93,9% dos grãos estavam danificados pelo gorgulho. Novamente, o extrato mais eficiente foi o de folhas de *Brugmansia suaveolens* com 3,1%. Com efeito menos pronunciado (menos de 40% dos grãos danificados) destacaram-se *Brugmansia suaveolens*

(flores) (33,1%), *Lysianthes asarifolia* (ramos) (34,2%), *Acnistus arborescens* (ramos) (35,4%) e *Lysianthes asarifolia* (folhas) (38,0%). Como consequência da não emergência de insetos no controle positivo, também não houve grãos danificados no referido tratamento.

Dessa forma, considerando-se os resultados dos três parâmetros avaliados no processo de triagem, o extrato etanólico de folhas de *Brugmansia suaveolens* foi o mais eficiente entre os 17 extratos testados, sendo, por isso, selecionado para a série de partições químicas biomonitoradas usando *S. zeamais* como modelo biológico.

4.2. Estimativa das concentrações letais (CL₅₀ e CL₉₀) e do tempo letal médio (TL₅₀) do extrato mais eficiente

As concentrações do extrato etanólico de folhas de *B. suaveolens* necessárias para causar 50 e 90% de mortalidade (CL₅₀ e CL₉₀) da população de *S. zeamais*, por meio de contato residual, foram, respectivamente, 2.231 e 5.859 mg kg⁻¹, enquanto para o controle positivo (Azamax®) os referidos valores atingiram 354 e 1.119 mg kg⁻¹, respectivamente) (Tabela 3).

Já no que se refere ao tempo necessário para causar 50% de mortalidade (TL₅₀) da população de *S. zeamais*, após aplicação das CL₉₀ do extrato etanólico de folhas de *B. suaveolens* e do Azamax®, os valores foram 99,78 e 72,48 h, respectivamente (Tabela 4). Com base nos dados de CL foram determinadas as concentrações necessárias para biomonitorar os ensaios com os subsequentes particionamentos.

Tabela 2. Efeitos letais e subletais (média $\pm$ EP) dos extratos etanólicos de Solanaceae e Azamax® (testados a 5.000 mg kg⁻¹) sobre *Sitophilus zeamais* via contato residual. Temp.: 25 $\pm$ 2°C; U.R.: 60 $\pm$ 10%; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Espécie	Mortalidade (%) ¹	Progênie F ₁ ²	Grãos danificados (%) ¹
<i>Brugmansia suaveolens</i> (folhas)	94,5 $\pm$ 1,34 h	2,0 $\pm$ 0,36 a	3,1 $\pm$ 0,46 a
<i>Solanum viarum</i> (folhas)	66,0 $\pm$ 4,0 g	16,8 $\pm$ 1,96 bc	48,1 $\pm$ 4,42 ef
<i>Brugmansia suaveolens</i> (flores)	65,5 $\pm$ 4,55 g	18,9 $\pm$ 1,42 bd	33,1 $\pm$ 2,98 b
<i>Lysianthes asarifolia</i> (folhas)	65,0 $\pm$ 6,28 g	19,1 $\pm$ 1,35 bd	38,0 $\pm$ 3,85 bde
<i>Solanum americanum</i> (folhas)	57,0 $\pm$ 5,6 fg	22,5 $\pm$ 0,82 de	44,8 $\pm$ 2,93 dfg
<i>Solanum seaphortianum</i> (frutos)	53,5 $\pm$ 7,9 ef	23,2 $\pm$ 0,89 e	43,8 $\pm$ 2,00 cdfg
<i>Solanum viarum</i> (ramos)	46,5 $\pm$ 4,95 def	23,3 $\pm$ 0,89 e	51,6 $\pm$ 3,46 fg
<i>Lycianthes asarifolia</i> (ramos)	40,0 $\pm$ 5,61 cdef	20,1 $\pm$ 1,18 cde	34,2 $\pm$ 2,34 bc
<i>Acnistus arborescens</i> (folhas)	39,0 $\pm$ 6,16 cdef	17,1 $\pm$ 0,9 bc	42,9 $\pm$ 2,09 bef
<i>Solanum scuticum</i> (ramos)	36,5 $\pm$ 5,05 cd	23,2 $\pm$ 0,80 e	47,4 $\pm$ 2,39 eg
<i>Solanum scuticum</i> (frutos)	35,5 $\pm$ 7,11 cd	16,2 $\pm$ 0,55 b	45,0 $\pm$ 3,91 dfg
<i>Solanum americanum</i> (ramos)	32,0 $\pm$ 4,41 bcd	33,4 $\pm$ 1,07 fg	50,8 $\pm$ 2,96 fg
<i>Solanum seaphortianum</i> (folhas)	29,0 $\pm$ 3,01 bc	35,4 $\pm$ 0,97 g	69,3 $\pm$ 2,38 i
<i>Solanum cernuum</i> (folhas)	25,0 $\pm$ 5,21 bc	31,6 $\pm$ 1,15 fg	62,1 $\pm$ 2,32 hi
<i>Solanum lycocarpum</i> (folhas)	24,5 $\pm$ 4,45 bc	30,3 $\pm$ 1,13 f	65,3 $\pm$ 2,95 i
<i>Solanum scuticum</i> (folhas)	22,5 $\pm$ 5,61 ab	22,2 $\pm$ 1,13 de	54,7 $\pm$ 4,16 gh
<i>Acnistus arborescens</i> (ramos)	16,0 $\pm$ 2,09 ab	18,0 $\pm$ 0,6 bd	35,4 $\pm$ 2,80 bd

Controle negativo (acet.:met.) (2:1)	9,0±1,27 a	44,9±2,11 h	93,9±0,76 j
Controle positivo (Azamax®)	99,0±0,71 h	0*	0,7±0,31 a
F	13,653	33,399	31,347
Valor de <i>p</i>	<0,0001	<0,0001	<0,0001

¹Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-binomial seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$);

²Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-Poisson seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$);

* Não incluído na análise (variância nula).

Tabela 3. Estimativa da CL_{50} e CL_{90} (em $mg\ kg^{-1}$ *) do extrato etanólico de folhas de *Brugmansia suaveolens* e Azamax® (controle positivo) sobre adultos de *Sitophilus zeamais* após 10 dias de exposição em grãos de milho tratados. Temp.: $25\pm 2^{\circ}C$; U.R.: $60\pm 10\%$; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Tratamento	n ¹	Inclinação $\pm$ EP ² (valor de p)	CL ₅₀ (IC) ³	LC ₉₀ (IC) ³	X ² (4)	GL ⁵	h ⁶
<i>B. suaveolens</i> (folhas)	1.320	$3,06\pm 0,13$ ($p>0,001$)	2.231 (2.088-2.380)	5.859 (5.354-6.460)	6,77	7	0,97
Azamax®	1.040	$2,57\pm 0,13$ ($p>0,001$)	354 (317-392)	1.119 (1.008-1.258)	3,15	5	0,63

¹ n: número de insetos testados; ² EP: erro padrão; ³ IC: intervalo de confiança a 95%; ⁴ χ^2 : valor do qui-quadrado calculado; ⁵ GL: graus de liberdade; ⁶ h: fator de heterogeneidade; * Aplicação usando volume de 30 L t⁻¹.

Tabela 4. Estimativa do TL₅₀ (em horas) do extrato etanólico de folhas de *Brugmansia suaveolens* (testado a 5.859 $mg\ kg^{-1}$) e do Azamax® (controle positivo) (testado a 1.119 $mg\ kg^{-1}$) sobre adultos de *Sitophilus zeamais* após 10 dias de exposição em grãos de milho tratados. Temp.: $25\pm 2^{\circ}C$; U.R.: $60\pm 10\%$; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Tratamento	n ¹	Inclinação $\pm$ EP ² (valor de p)	TL ₅₀ (IC) ³	X ² (4)	GL ⁵	h ⁶
<i>B. suaveolens</i> (folhas)	2.780	$4,23\pm 0,15$ ($p>0,001$)	99,78 (96,42-103,12)	5,96	7	0,85
Azamax®	2.760	$2,79\pm 0,11$ ($p>0,001$)	72,48 (68,52-76,34)	5,14	8	0,64

¹ n: número de insetos testados; ² EP: erro padrão; ³ IC: intervalo de confiança a 95%; ⁴ χ^2 : valor do qui-quadrado calculado; ⁵ GL: graus de liberdade; ⁶ h: fator de heterogeneidade; * Aplicação usando volume de 30 L t⁻¹.

4.3. Partição líquido-líquido do extrato mais eficiente

Nos primeiros fracionamentos químicos, duas partições líquido-líquido, dividiram o extrato etanólico de *B. suaveolens* em quatro frações, uma em hexano (BSHex), uma em hidrometanol (75% água + 25% metanol) remanescente 1 (BSHm1), uma em diclorometano (BSDcm) e uma em hidrometanol (75% água + 25% metanol) remanescente 2 (BSHm2). As quatro frações afetaram o gorgulho-do-milho *S. zeamais*, reduzindo a sobrevivência e o número de adultos emergidos (progênie F₁) e, conseqüentemente, a porcentagem de grãos

danificados, em comparação com o controle negativo (acetona: metanol; 2:1) (Tabela 5). A maior eficiência foi registrada com o uso da fração BSHex que promoveu mortalidade de 74,0% dos adultos, superando inclusive o controle positivo (Azamax®), que provocou 62,6% de mortalidade. A seguir, destacaram-se os extratos em diclorometano (BSDcm) (43,5%), em hidrometanol remanescente 2 (BSHm2) (41,5%) e em hidrometanol remanescente 1 (BSHm1) (24,0%), os quais, embora tenham sido menos eficientes que o controle positivo Azamax®, superaram o valor obtido no controle negativo (13,0%) (Tabela 5).

Como consequência da maior mortalidade dos adultos na fração BSHex, foi também nessa fração que ocorreu o menor número de adultos emergidos (progênie F₁) (8,8 insetos/placa), valor igual ao registrado com o uso do Azamax® e inferior ao verificado no controle negativo (36,3 insetos/placa). Nas outras três frações os valores de emergência de adultos variaram entre 17,9 e 25,6 insetos/placa, sendo superiores ao constatado no tratamento com Azamax®, mas inferiores ao registrado no controle negativo. No que se refere aos danos nos grãos, mais uma vez, a maior eficiência foi verificada na fração BSHex, na qual 29,8% dos grãos se apresentaram danificados, valor inferior a todos os demais tratamentos, incluindo o Azamax® (39,4%). Nas outras três frações, os valores variaram entre 50,7 e 61,0% de grãos danificados, os quais superaram o percentual observado no controle positivo, mas foram menores que os registrados no controle negativo (79,8%) (Tabela 5).

Os resultados referentes aos três parâmetros evidenciam que, embora menos eficientes que a fração em hexano, as outras três frações (BSDcm, BSHm1 e BSHm2) também afetaram negativamente a sobrevivência e o desenvolvimento do gorgulho-do-milho, reduzindo, conseqüentemente, os danos nos grãos de milho (Tabela 5).

4.4. Extração em fase sólida do extrato mais eficiente

4.4.1. Primeira extração

Com a utilização de cromatografia em coluna, a fração BSHex (a mais eficiente obtida por meio da partição líquido-líquido) foi separada em sete frações (BSHex1, BSHex2, BSHex3, BSHex4, BSHex5, BSHex6 e BSHex7). Quando testadas a 2.233 mg kg⁻¹, as frações BSHex1 e BSHex6 provocaram as maiores mortalidades dos adultos (55,0% e 39,5%, respectivamente), não diferindo do valor constatado com o uso do controle positivo Azamax® (59,0%), mas superando as demais frações nas quais os valores (variáveis entre 28,0 e 17,5%)

diferiram do resultado registrado no controle negativo (12,0%), com exceção apenas da fração BSHex7 (Tabela 6).

Em relação à progênie F_1 , nenhuma das frações testadas (BSHex1 a BSHex7) foi tão eficiente quanto o controle Azamax®, onde emergiram apenas 2,3 insetos/placa, embora em todas elas a emergência de adultos tenha sido inferior ao controle negativo (26,3 insetos/placa). Na comparação entre as sete frações testadas nesta etapa, a maior redução ocorreu nas frações BSHex5 (4,2 indivíduos emergidos) e BSHex6 (4,6), diferindo das demais frações onde os valores variaram de 6,6 a 9,8 insetos/placa (Tabela 6).

Já no que se refere aos danos nos grãos, o menor valor foi constatado na fração BSHex6 (15,0% dos grãos danificados), o qual não diferiu do percentual encontrado com o uso do Azamax® (14,4%), mas foi inferior em relação aos valores registrados nas outras seis frações (variação entre 20,8 e 36,5%), os quais, por sua vez, foram inferiores ao valor registrado no controle negativo (62,8%) (Tabela 6).

Levando em conta os resultados obtidos para os três parâmetros estudados, as frações BSHex1 e BSHex6 foram consideradas as mais eficientes e, então, selecionadas para a etapa seguinte de particionamento (segunda e terceira extrações).

Tabela 5. Efeitos letais e subletais (média $\pm$ EP) provocados pelas frações em hexano e diclorometano de folhas de *Brugmansia suaveolens* (testadas a 2.231 mg kg⁻¹) e pelo Azamax® (testado a 354 mg kg⁻¹) sobre *Sitophilus zeamais* via contato residual. Temp.: 25 $\pm$ 2°C; U.R.: 60 $\pm$ 10%; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Fração	Mortalidade (%) ¹	Progênie F_1 ² (insetos/placa)	Grãos danificados (%) ¹
BSHex	74,0 $\pm$ 4,24 e	8,8 $\pm$ 2,02 a	29,8 $\pm$ 5,22 a
BSDcm	43,5 $\pm$ 3,72 c	17,9 $\pm$ 1,54 b	56,5 $\pm$ 3,97 cd
BSHm2	41,5 $\pm$ 5,40 c	18,4 $\pm$ 1,91 b	50,7 $\pm$ 3,75 c
BSHm1	24,0 $\pm$ 3,64 b	25,6 $\pm$ 3,12 c	61,0 $\pm$ 5,44 d
Controle negativo (acet.:met., 2:1)	13,0 $\pm$ 2,19 a	36,3 $\pm$ 2,45 d	79,8 $\pm$ 4,08 e
Controle positivo (Azamax®)	62,6 $\pm$ 1,47 d	8,8 $\pm$ 0,42 a	39,4 $\pm$ 4,46 b
F	9,955	10,677	5,353
Valor de p	<0,0001	<0,0001	0,0005

¹Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos GLM com distribuição quasi-binomial seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$;

²Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-Poisson seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$).

Tabela 6. Efeitos letais e subletais (média $\pm$ EP) provocados pelas frações em hexano (BSHex1 a BSHex7) de folhas de *Brugmansia suaveolens* (testadas a 2.231 mg kg⁻¹) e pelo Azamax® (testado a 354 mg kg⁻¹) sobre *Sitophilus zeamais* via contato residual. Temp.: 25 $\pm$ 2°C; U.R.: 60 $\pm$ 10%; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Fração	Mortalidade (%) ¹	Progênie F ₁ ² (insetos/placa)	Grãos danificados (%) ¹
BSHex1	55,0 $\pm$ 3,91c	6,6 $\pm$ 0,35 c	20,8 $\pm$ 1,99 b
BSHex6	39,5 $\pm$ 7,86 c	4,6 $\pm$ 0,57 b	15,0 $\pm$ 1,74 a
BSHex5	28,0 $\pm$ 4,92 b	4,2 $\pm$ 0,53 b	26,5 $\pm$ 1,06 bc
BSHex2	26,5 $\pm$ 3,98 b	9,4 $\pm$ 0,68 de	30,2 $\pm$ 1,69 cd
BSHex3	26,5 $\pm$ 3,80 b	9,2 $\pm$ 0,36 de	36,5 $\pm$ 1,23 d
BSHex4	26,5 $\pm$ 4,15 b	8,1 $\pm$ 0,47 d	24,1 $\pm$ 1,65 b
BSHex7	17,5 $\pm$ 2,85 ab	9,8 $\pm$ 0,58 e	32,7 $\pm$ 1,37 cd
Controle negativo (acet.:met., 2:1)	12,0 $\pm$ 2,05 a	26,3 $\pm$ 0,78 f	62,8 $\pm$ 1,71 e
Controle positivo (Azamax®)	59,0 $\pm$ 4,79 c	2,3 $\pm$ 0,28 a	14,4 $\pm$ 1,45 a
F	7,757	44,550	15,618
Valor de p	<0,0001	<0,0001	<0,0001

¹Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-binomial seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$);

²Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-Poisson seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$).

4.4.2. Segunda extração

A fração BSHex1 foi particionada em doze frações e reagrupadas, após cromatografia em camada delgada, em seis frações (BSHex1-F1, BSHex1-F3, BSHex1-F4, BSHex1-F5, BSHex1-F6) utilizando um cartucho de sílica com solventes orgânicos de diferentes polaridades, e foram aplicadas a 1.125 mg kg⁻¹. Todas as frações derivadas da fração BSHex1 foram eficientes já que todas elas propiciaram maior mortalidade dos adultos (36,7 a 76,0%), menor número de insetos emergidos (progênie F₁) (0,8 a 5,0 insetos/placa) e menor dano (6,3 a 19,7% de grãos danificados) em comparação ao controle negativo (14,0%; 24,3 insetos/placa e 40,7%, respectivamente). Na comparação entre as frações em relação à mortalidade, as mais eficientes foram BSHex1-F4 (76,0%), BSHex1-F3 (71,5%), BSHex1-F6 (71,0%) que superaram as frações BSHex1-F1 (57,2%) e BSHex1-F5 (57,0%). Essas cinco frações, por outro lado, superaram não só o valor observado na fração BSHex1-F2 (36,7%), mas também o controle positivo Azamax® (33,0%) (Tabela 7).

Em relação à emergência da progênie F_1 , a fração mais eficiente foi BSHex1-F3 (0,8 insetos/placa), superando tanto as demais frações (valores variando de 1,7 a 5 insetos/placa), bem como o Azamax® (2,3). Ressalte-se que mesmo as duas frações menos eficientes, com cerca de 5 insetos/placa, diferiram do controle negativo (24,3) (Tabela 7).

Finalmente, no que se refere aos danos causados nos grãos, as frações mais eficientes foram BSHex1-F3 (6,3% de grãos danificados) e BSHex1-F5 (8,0%) que diferiram de todas as demais (com exceção de BSHex1-F4 com 8,4%), nas quais os valores variaram entre 12,4 e 19,7%, bem como do Azamax® (14,4%). Em todos os tratamentos, os danos foram menores em comparação ao controle negativo (40,7%) (Tabela 7).

No geral, as frações mais promissoras foram aquelas com polaridade intermediária (BSHex1-F3 e BSHex1-F4) e a fração mais polar (BSHex1-F6), as quais promoveram mortalidade em torno de 70% dos adultos de *S. zeamais* (Tabela 7).

Entre as subfrações provenientes da fração BSHex6 (BSHex6-F1, BSHex6-F2, BSHex6-F3 e BSHex6-F4), aplicadas a 1.125 mg kg^{-1} , a fração BSHex6-F4 foi a mais bioativa, promovendo mortalidade de 80,6% dos adultos de *S. zeamais*, a qual foi cerca de 4 a 6 vezes maior do que as causadas pelas outras três frações (13,5 a 21,5%), além de diferir também da mortalidade causada pelo uso do Azamax® (33,0%). Todos os tratamentos, com exceção da fração BSHex6-F1, resultaram em mortalidade maior que a constatada no controle negativo (14,0%). Também para a emergência da progênie F_1 e para os danos nos grãos os melhores resultados foram obtidos com a fração BSHex6-F4, os quais diferiram dos obtidos em todos os demais tratamentos. No caso da progênie F_1 , o número de insetos emergidos por placa foi de apenas 0,4 em comparação aos valores variáveis entre 7,1 e 12,7 nas outras três frações e de 2,3 no Azamax®, sendo que todos os tratamentos superaram o controle negativo (24,3). Já em relação aos danos causados nos grãos, as diferenças foram ainda mais expressivas, registrando-se 1,9% dos grãos danificados na fração BSHex6-F4, contra 26,7 a 40,7% nas outras três frações e 14,4% no Azamax®. Em todos os tratamentos (com exceção da fração BSHex6-F1) foram registrados danos menores que no controle negativo onde 40,7% dos grãos estavam danificados (Tabela 8).

4.4.3. Terceira extração

Considerando a maior eficiência da fração BSHex6-F4, esta foi então submetida a outra partição sólido-líquido, obtendo-se as frações BSHex6-F4A, BSHex6-F4B e BSHex6-F4C, aplicadas a 660 mg kg^{-1} . No caso desse particionamento, no entanto, os efeitos das

frações obtidas foram bem menos intensos, mas ainda assim foi possível constatar que a mortalidade (único parâmetro avaliado) nas frações BSHex6-F4B e BSHex6-F4A (13,5 e 10,0%, respectivamente), ainda que menos eficientes que o Azamax® (21,0%), diferiram do controle negativo (4,0%) (Tabela 9).

Apesar de os valores de mortalidade registrados nas frações BSHex6-F4B e BSHex6-F4A terem diferido do controle negativo, eles podem ser considerados baixos se comparados com o valor constatado na fração BSHex6-F4 (80,6%), de onde eles foram obtidos por partição. Além da menor concentração utilizada nesta etapa (660 contra 1.125 mg kg⁻¹ utilizada na etapa anterior), essa menor eficiência também pode ser causada pelo efeito sinérgico ocorrido no bioensaio em que as três frações estavam agrupadas. A ocorrência de sinergismo entre compostos secundários de origem vegetal tem sido bastante citada na literatura (GIUSTOLIN; VENDRAMIM, 1996; CASANOVA; COSTA, 2016).

Tabela 7. Efeitos letais e subletais (média $\pm$ EP) provocados pelas frações em hexano (BSHex1-F1 a BSHex-F6) de folhas de *Brugmansia suaveolens* (testadas a 1.125 mg kg⁻¹) e pelo Azamax® (testado a 177 mg kg⁻¹) sobre *Sitophilus zeamais* via contato residual. Temp.: 25 $\pm$ 2°C; U.R.: 60 $\pm$ 10%; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Fração	Mortalidade (%)	Progênie F ₁ ⁽²⁾ (insetos/placa)	Grãos danificados (%) ¹
BSHex1-F4	76,0 $\pm$ 4,07 d	1,7 $\pm$ 0,35 b	8,4 $\pm$ 1,34 ab
BSHex1-F3	71,5 $\pm$ 3,76 d	0,8 $\pm$ 0,27 a	6,3 $\pm$ 1,84 a
BSHex1-F6	71,0 $\pm$ 4,07 d	2,4 $\pm$ 0,62 b	12,4 $\pm$ 2,22 bc
BSHex1-F1	57,2 $\pm$ 2,80 c	4,8 $\pm$ 0,65 c	19,7 $\pm$ 1,98 e
BSHex1-F5	57,0 $\pm$ 2,59 c	1,8 $\pm$ 0,56 b	8,0 $\pm$ 1,94 a
BSHex1-F2	36,7 $\pm$ 3,12 b	5,0 $\pm$ 0,71 c	16,3 $\pm$ 1,59 de
Controle negativo (acet.:met., 2:1)	14,0 $\pm$ 1,17 a	24,3 $\pm$ 1,17 d	40,7 $\pm$ 1,69 f
Controle positivo (Azamax®)	33,0 $\pm$ 2,18 b	2,3 $\pm$ 0,27 b	14,4 $\pm$ 1,45 cd
F	20,293	38,383	12,945
Valor de <i>p</i>	<0,0001	<0,0001	<0,0001

¹Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-binomial seguida de Tukey's *post hoc* test, *p* < 0,05);

²Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-Poisson seguida de Tukey's *post hoc* test, *p* < 0,05).

Tabela 8. Efeitos letais e subletais (média $\pm$ EP) provocados pelas frações em hexano (BSHex6-F1 a BSHex6-F4) de folhas de *Brugmansia suaveolens* (testadas a 1.125 mg kg⁻¹) e pelo Azamax® (testado a 177 mg kg⁻¹) sobre *Sitophilus zeamais* via contato residual. Temp.: 25 $\pm$ 2°C; U.R.: 60 $\pm$ 10%; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Fração	Mortalidade (%) ¹	Progênie F ₁ ⁽²⁾ (insetos/placa)	Grãos danificados (%) ¹
BSHex6-F4	80,6 $\pm$ 4,27 d	0,4 $\pm$ 0,21 a	1,9 $\pm$ 0,82 a
BSHex6-F2	21,5 $\pm$ 2,63 b	8,0 $\pm$ 1,29 c	26,7 $\pm$ 2,79 c
BSHex6-F3	19,0 $\pm$ 3,41 b	7,1 $\pm$ 0,59 c	28,1 $\pm$ 3,65 c
BSHex6-F1	13,5 $\pm$ 2,23 a	12,7 $\pm$ 0,92 d	40,7 $\pm$ 2,21 d
Controle negativo (acet.:met., 2:1)	14,0 $\pm$ 2,16 a	24,3 $\pm$ 1,17 e	40,7 $\pm$ 1,69 d
Controle positivo (Azamax®)	33,0 $\pm$ 2,18 c	2,3 $\pm$ 0,27 b	14,4 $\pm$ 1,45 b
F	25,073	31,837	23,214
Valor de p	<0,0001	<0,0001	<0,0001

¹Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-binomial seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$);

²Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-Poisson seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$).

Tabela 9. Efeitos letais e subletais (média $\pm$ EP) provocados pelas frações em hexano (BSHex6-F4A, BSHex6-F4B, BSHex6-F4C) de folhas de *Brugmansia suaveolens* (testadas a 660 mg kg⁻¹) e pelo Azamax® (testado a 89 mg kg⁻¹) sobre *Sitophilus zeamais* via contato residual. Temp.: 25 $\pm$ 2°C; U.R.: 60 $\pm$ 10%; fotofase: 14 h; luminosidade média: 200 lux.

Fração	Mortalidade (%) ¹
BSHex6-F4B	13,5 $\pm$ 2,30 b
BSHex6-F4C	10,0 $\pm$ 2,29 b
BSHex6-F4A	6,0 $\pm$ 1,88 a
Controle negativo (acet.:met., 2:1)	4,0 $\pm$ 1,47 a
Controle positivo (Azamax®)	21,0 $\pm$ 3,60 c
F	25,073
valor de p	<0,0001

¹Médias seguidas por letras diferentes dentro da coluna indicam diferenças significativas entre tratamentos (GLM com distribuição quasi-binomial seguida de Tukey's *post hoc* test, $p < 0,05$);

4.5. Análises químicas das partições bioativas

4.5.1. Análise química da fração BSHex6-F4 por UPLC-MS

Na análise cromatográfica produzida por cromatografia líquida de alta pressão acoplada à espectrometria de massas de ultra resolução (UPLC-MS), foram observados seis picos principais, os quais não estavam presentes nos cromatogramas das frações não ativas (BSHex6-F1, BSHex6-F2 e BSHex6-F3). Na comparação do padrão de fragmentação dos compostos com os dados existentes no banco de dados do *Dictionary of Natural Products*, *PubChem* e *MetFrag*, constatou-se que o padrão de de todos os compostos foi similar ao dos ácidos graxos. No entanto, nenhum composto derivado da fração BSHex6-F4 foi identificado. A seguir (Tabela 10) são descritos exemplos de compostos químicos com padrão de fragmentação similar aos compostos presentes na fração BSHex6-F4, suas massas moleculares (MM) (g/mol) e os respectivos tempos de retenção (TR) (min).

Tabela 10. Nome, tempo de retenção (TR) e massa molecular (MM) dos compostos presentes na fração BSHex6-F4.

Composto	TR (min)	MM (g/mol)	Nome
Composto 1	7,27	443,23	{[(3S)-3-[4-etil-5-(3-piridilmetilsulfanil)-1,2,4-triazol-3-il]-1-piperidil]-(4-metoxiciclohexil)metanona]}
Composto 2	7,93	518,32	{2-amino-8-[4-[6-(dimetilamino)-2-oxo-hexil]fenil]-N-(3-hidroxipropil)-N-propil-3H-1-benzazepina-4-carboxamida}
Composto 3	8,24	255,24	Não identificado
Composto 4	8,64	496,35	{-[4-[2,4-bis(1,1-dimetilpropil)fenoxe]butil]-3-(4-butilfenil)tiourea}
Composto 5	9,37	524,38	{[(2R)-2,3-bis(4-aminobutanoiloxe)propil] (9Z,12Z)-octadeca-9,12-dienoato}
Composto 6	9,57	662,44	{[[2-[[[(1S,2S)-1-(ciclohexilmetil)-5-(etilcarbamoilamino)-2-hidroxi-pentil]amino]-1-(1H-imidazol-5-ilmetil)-2-oxo-etil]-hexanoil-amino] 4-aminopiperidina-1-carboxilato}

4.5.2. Análises químicas das frações BSHex1-F3, BSHex1-F4 e BSHex1-F6 por CG-MS

Nas análises cromatográficas produzidas por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-MS) das frações bioativas BSHex1-F3, BSHex1-F4 e BSHex1-F6 foram selecionados picos semelhantes entre as mesmas, e foram excluídos os picos semelhantes entre as frações bioativas e as que não apresentaram bioatividade (BSHex1-F1, BSHex1-F2 e BSHex1-F3 (Anexo 1)), os quais poderiam ser referentes aos compostos responsáveis pela bioatividade delas. Assim, foram identificados diferentes compostos presentes nas frações bioativas, os quais estão sendo apresentados com os seus respectivos valores de massa molecular (MM) (g/mol) e tempo de retenção (TR) (min). Foi observado que os padrões de fragmentação dos compostos são similares ao grupo dos alcaloides; no entanto, nenhum dos compostos foi precisamente idêntico aos presentes no banco de dados. A seguir são descritos exemplos de compostos químicos com padrão de fragmentação similar aos compostos presentes na fração BSHex1-F3, BSHex1-F4 e BSHex-F6.

Tabela 11. Nome, tempo de retenção (TR) e massa molecular (MM) dos compostos presentes na fração BSHex1-F3 e BSHex1-F6.

Composto		TR (min)	MM (g/mol)	Nome
BSHex1-F3	Composto 1	37,75	296,00	3,7,11,15-tetrametil-2-hexadecano
BSHex1-F6	Composto 1	25,73	222,00	farnesol
BSHex1-F6	Composto 2	26,01	180,00	2(4H)-benzofuranona, 5,6,7,7a-tetrahidro-4,4,7a-trimetil-, (R)
BSHex1-F6	Composto 3	34,13	426,00	[(6E,10E,14E,18E)-2,6,10,15,19,23-hexame]
BSHex1-F6	Composto 4	35,65	290,00	geranilgeraniol
BSHex1-F6	Composto 5	37,34	294,00	ácido linoleico, metil éster
BSHex1-F6	Composto 6	37,69	296,00	[(2E)-3,7,11,15-tetrametil-2-hexadecen-1-ol]
BSHex1-F6	Composto 7	41,85	324,00	5-metil-5-(4,8,12-trimetiltridecil)dihidro-2(3H)-furanona
BSHex1-F6	Composto 8	43,17	266,00	ácido hexadecadienóico, metil éster (CAS) metil hexadecadienoato
BSHex1-F6	Composto 9	48,74	454,00	ácido hexanedióico, bis[2-(2-butoxi) etil] éster

Tabela 11. Nome, tempo de retenção (TR) e massa molecular (MM) dos compostos presentes na fração BSHex1-F4.

	Composto	TR (min)	MM (g/mol)	Nome
BSHex1-F4	Composto 1	6,08	98,00	4-metil-3,4-dihidro-2H-piran
BSHex1-F4	Composto 2	6,31	98,00	2,5-dimetil-2,5-dihidrofurano
BSHex1-F4	Composto 3	7,60	96,00	2-metil-2-ciclopenteno-1-ona
BSHex1-F4	Composto 4	9,52	96,00	3-metil-2-ciclopenteno-1-ona
BSHex1-F4	Composto 5	41,88	324,00	[metil-5(4,8,12-trimetildecil)dihidro-2(3H)-furanona]
BSHex1-F4	Composto 6	49,27	520,00	ácido pirrolidinebutanóico, 2-[(1,1-dimetiletoxi)carbonil]-alfa-nitro-2,6-bis(1.1-dimetiletil)-4-metoxifenil
BSHex1-F4	Composto 7	49,57	402,00	(2H-1-benzopirano-6-ol,3,4-dihidro-2,8-dimetil-2-(4,8,12-trimetiltridecil)-[2R [2R*(4R*,8R*)]])
BSHex1-F4	Composto 8	53,21	236,00	boraciclo [3.3.1] nonano, 9 (2,2-dimetil-3-pentil)

5. DISCUSSÃO

No presente estudo, dos 17 extratos etanólicos provenientes de 9 espécies de Solanaceae avaliados em relação à bioatividade sobre o gorgulho *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae), 15 deles (cerca de 90%) reduziram a sobrevivência dos adultos que mantiveram contato com o inseto durante 10 dias. Já no que se refere à progênie F₁, todos os extratos reduziram o número de adultos emergidos, de tal modo que o efeito na sobrevivência e no desenvolvimento da geração F₁ resultasse na redução dos danos nos grãos de milho em todos os tratamentos (Tabela 2). O extrato etanólico de folhas de *Brugmanisa suaveolens* se mostrou promissor como protetor de grãos de milho armazenado contra o ataque de *S. zeamais*, causando mortalidade de 94% dos adultos dos insetos testados, reduzindo, assim, a emergência da progênie F₁ e os danos nos grãos. Não se pode afirmar se a causa da inibição da emergência da progênie F₁ se dá pela rápida mortalidade causada pelos extratos (TL₅₀= 4,16 dias), se os ovos eram inférteis, ou se houve ação sobre os ovos, fazendo com que as larvas não eclodissem. No entanto, esses resultados são altamente promissores como produto protetor de grãos, uma vez que o objetivo principal do controle de *S. zeamais* em armazéns é evitar os danos nos grãos e a perda de massa dos mesmos devido ao desenvolvimento e alimentação da larva dentro deles. Isso demonstra que espécies de Solanaceae podem ser uma rica fonte de compostos inseticidas para o controle dessa praga. A bioatividade de extratos vegetais contra insetos pertencentes à família Curculionidae já tinham sido relatados por diversos autores.

Assim, Guimarães et al. (2014) testaram extratos aquosos e etanólicos de frutos, polpas e sementes de pimenta-dedo-de-moça (*Capsicum baccatum* L.) sobre *S. zeamais*. Os resultados mais promissores foram obtidos com extratos etanólicos de frutos, que em concentrações de 2,5 a 20%, provocaram mortalidades variando de 37,5 a 60,0%, enquanto os extratos etanólicos, das polpas e das sementes causaram mortalidade de 18,5 a 36,9% e 3,8 a 29,2%, respectivamente. Com o emprego do extrato aquoso, os melhores resultados foram obtidos com o emprego das sementes, onde a mortalidade variou entre 25,9 e 37,8%.

Ribeiro et al. (2014), avaliando extratos hexânicos e diclorometânicos de sementes de *Annona montana* (Annonaceae) sobre *S. zeamais* obtiveram CL₅₀= 534,75 e 424,67 mg Kg⁻¹ respectivamente e TL₅₀ = 6,10 e 5,03 dias respectivamente. Com o uso de extrato hexânico de folhas dessa planta, os valores foram: CL₅₀= 837,70 mg kg⁻¹ e TL₅₀= 4,90 dias). Tal bioatividade é devida, provavelmente, à presença de dois grupos químicos principais: alcaloides e acetogeninas.

No presente trabalho, os resultados obtidos com o extrato etanólico de folhas de *B. suaveolens* testados contra *S. zeamais* foram $CL_{50} = 5.859 \text{ mg km}^{-1}$ e $TL_{50} = 4,16$ dias, estando essa bioatividade associada à presença de ácidos graxos e alcaloides. Alcaloides e acetogeninas agem no sistema nervoso dos insetos, provocando hiperexcitação ou paralisia e, consequentemente, a morte dos insetos. Já os ácidos graxos podem agir de forma diferente, causando efeitos subletais como fagodeterrência, repelência e disfunção hormonal. A azadiractina, ingrediente ativo do Azamax® possui modo de ação similar, provocando efeitos letais e subletais como fagodeterrência e inibição de crescimento. A principal forma de controle de *S. zeamais* em armazéns ainda consiste na aplicação de inseticidas organossintéticos. Existem, atualmente, dez produtos comerciais indicados para o controle desses insetos, que possuem, como ingredientes ativos, o fosfeto de magnésio e fosfeto de alumínio (percursores de fosfina), que age nas vias respiratórias dos insetos e é extremamente tóxico ao homem; pirimifós-metílico e fenitrotriona, (organofosforados), que são inibidores da acetilcolinesterase; e deltametrina e bifentrina (piretroides), que agem nos canais de sódio (AGROFIT, 2018). No entanto, já foi relatada a resistência de populações de *S. zeamais* a inseticidas pertencentes à classe dos piretroides (GUEDES et al., 2009).

Assim, faz-se necessária a pesquisa e o desenvolvimento de novas moléculas inseticidas, para substituição ou uso em conjunto com produtos já existentes. Algumas substâncias produzidas naturalmente pelas plantas (por exemplo fenóis, terpenos, alcaloides e polifenóis) podem ser isoladas utilizando diversos métodos de extração, como a simples maceração de estruturas vegetais, e usadas como forma de controle aplicado de insetos, recebendo o nome de inseticidas botânicos (REGNAULT-ROGER et al., 2012; ISMAN; GRIENEISEN 2014; PAVELA, 2015).

As análises em cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de Massas (CG-MS) e cromatografia líquida de alta pressão acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (UPLC-MS) das frações bioativas do extrato etanólico de folhas de *B. suaveolens* mostraram a presença de compostos pertencentes aos grupos dos ácidos graxos e alcaloides. A composição química das folhas de *B. suaveolens* apresenta um arranjo característico de alcaloides tropânicos, sendo descritos diversos tipos de flavanoides, flavonas e glicosídeos, destacando-se, no entanto, os alcaloides que apresentam maior bioatividade.

Vários autores têm descrito a presença de alcaloides em espécies da família Solanaceae e seu efeito contra insetos herbívoros (ALVES; SARTORATTO; TRIGO, 2007). A hiosciamina, a escopolamina e outros ésteres da tropina constituem um grupo distinto de metabólitos secundários das Solanaceae (GRIFFIN; LIN, 2000), sendo a escopolamina o

principal alcaloide encontrado em *B. suaveolens* (FREITAS et al., 1996). Alves, Sartoratto e Trigo (2007) relataram a diferença de concentração do alcaloide escopolamina em folhas de *B. suaveolens* em diferentes estágios da planta, e seu potencial bioativo contra *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith). De modo geral, a população tende a aceitar os inseticidas botânicos com maior facilidade pelo fato de os considerarem produtos naturais e acreditarem que esses produtos sejam menos tóxicos que os inseticidas sintéticos já comercializados. Essa suposição pode ser verdadeira para muitos casos e circunstâncias; entretanto, misturas químicas complexas de plantas podem apresentar toxinas perigosas devendo-se levar em consideração que a toxicidade desses produtos depende da concentração aplicada, do modo de aplicação, do organismo alvo e do ingrediente ativo. Um bom exemplo disso é a escopolamina e a atropina, que podem intoxicar os seres humanos promovendo perda de coordenação corporal, paralisia muscular, alucinações e desconforto respiratório (SMITH et al., 1991).

O efeito inseticida de ácidos graxos já foi descrito em muitos insetos. Rani e Rajasekharreddy (2010), ao investigarem o efeito do composto 2n-octilciclopropano-1-enil)-ácido octanóico, pertencente ao grupo dos ácidos graxos, isolado de sementes de *Sterculia foetida* (L.) sobre três diferentes pragas de produtos armazenados, *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae), *Callosobruchus chinensis* (L.) (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchidae) e *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae), através de contato residual, constatou mortalidade de 100% dos insetos após dois dias de tratamento. Månsson et al. (2006) observaram a atividade fagoinibitória de diferentes ácidos alcanóicos sobre o besouro *Hylobius abeis* (L.) (Coleoptera: Curculionidae), em testes em campo e em laboratório.

Entre os compostos identificados na fração BSHex1-6, o ácido linoleico e o farnesol já possuem atividade inseticida comprovada na literatura para alguns insetos. Melo et al. (2018) mostraram que, após aplicação do ácido linoleico em larvas de *Culex quinquefasciatus* Say (Diptera: Culicidae), a atividade da acetilcolinesterase aumentou significativamente, levando o inseto à morte por hiperexcitação, sendo possível constatar a alteração morfológica do intestino médio. O ácido linoleico foi identificado como um dos compostos majoritários do extrato da pimenta-preta *Piper nigrum* (L.) por Khani et al. (2011), ao testarem e comprovarem seu efeito letal sobre *S. oryzae*. O composto farnesol, testado a $0,06 \times 10^4$ ppm provocou fagodeterrência em larvas de quinto instar de *Locusta migratoria* L. (Orthoptera: Acrididae) e inibiu a emergência dos adultos, sugerindo que o farnesol agiu também como inibidor de crescimento (AWAD; GHAZAWY, 2016).

Os resultados obtidos na presente pesquisa sugerem a inibição de danos nos grãos, o que evidencia que não houve alimentação do inseto durante o período de avaliação. Essa inibição pode estar relacionada à fagodeterrência provocada pela presença do composto farnesol; no entanto, testes com o composto isolado devem ser feitos para comprovar tal hipótese.

As frações bioativas de folhas de *B. suaveolens* causaram significativa redução da sobrevivência de adultos de *S. zeamais*, inibindo, conseqüentemente, a emergência da progênie F₁ e reduzindo os danos nos grãos de milho. O principal dano causado por *S. zeamais* é a perfuração do grão para alimentação e posterior deposição do ovo. No entanto, não se pode afirmar a causa da mortalidade, se esta ocorreu devido à inibição alimentar provocada pela repelência ao grão tratado ou mesmo à deterrência alimentar por meio do contato direto com as frações bioativas no grão tratado. Sabe-se que os alcaloides presentes em espécies da família Solanaceae apresentam efeitos neurológicos (PAVELA, 2016), como inibidores da acetilcolinesterase (AChE) (MCGEHEE et al. 2000; NIÑO et al., 2006), análogos à acetilcolina (DAYAN, CANTRELL; DUKE, 2009), bloqueadores de canais de sódio (REGNAULT-ROGER, 2012), via octopaminérgicas e do GABA (KOSTYUKOVSKY et al., 2002; ISMAN, 2007). Estudos que possam isolar e testar a interação química dos alcaloides presentes nas frações ativas e o sistema nervoso dos gorgulhos devem ser feitos a fim de identificar o processo fisiológico responsável pela bioatividade desses.

Ainda, deve-se levar em consideração a ocorrência de sinergismo entre os compostos, aumentando, ou não, a bioatividade das frações. É possível que haja sinergismo entre os compostos na fração BSHex6-F4, uma vez que, após particionada em três outras frações (BSHex6-F4A, BSHex6-F4B e BSHex6-F4C), nenhuma delas apresentou mortalidade dos adultos igual ou superior àquela observada pela fração BSHex6-F4. Testes com misturas binárias podem ser desenvolvidos a fim de determinar quais compostos estão interagindo entre si, bem como suas respectivas concentrações.

Pode-se mencionar que os resultados obtidos com extratos etanólicos da maioria das solanáceas estudadas, com maior destaque para o extrato das folhas de *B. suaveolens*, podem se constituir em eficientes protetores de grãos de milho armazenado contra o ataque do gorgulho *S. zeamais*. Ressalte-se, ainda, que este é o primeiro trabalho que reporta a bioatividade dessa planta à referida praga, onde foram observados efeitos letais e subletais como a inibição da eclosão das larvas e, conseqüentemente, da progênie F₁. A bioatividade observada foi atribuída a compostos pertencentes ao grupo dos ácidos graxos e alcaloides, os quais podem agir no tanto no sistema nervoso, ou como fagodeterrentes, repelentes e

reguladores de crescimento, o que demonstra a importância do desenvolvimento de estudos de bioprospecção de novas moléculas inseticidas baseadas em subprodutos derivados de plantas.

Figura 1. Cromatograma das frações BSHex6-F1, BSHex6-F2, BSHex6-F3 e BSHex6-F4 oriundas de extratos de folhas de *Brugmansia suaveolens*.

Figura 2. Resultado da cromatografia gasosa da fração BSHex1-F3 de extratos de folhas de *Brugmansia suaveolens*.

<< Target >>

Line#:2 R.Time:37.750(Scan#:4111) MassPeaks:118

RawMode:Averaged 37.742-37.758(4110-4112) BasePeak:71.05(382473)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:24171 Library:NIST08s.LIB

SI:95 Formula:C20H40O CAS:150-86-7 MolWeight:296 RetIndex:2045

CompName:Phytol \$\$ 2-Hexadecen-1-ol, 3,7,11,15-tetramethyl-, [R-[R*,R*-(E)]]- \$\$ trans-Phytol \$\$ 3,7,11,15-Tetramethyl-2-hexadec

Hit#:2 Entry:1115 Library:FFNSC 1.2.lib

SI:89 Formula:C22H42O2 CAS:10236-16-5 MolWeight:338 RetIndex:2212

CompName:Phytol acetate; Hexadec-2-en-1-ol <3,7,11,15-tetramethyl-, (2E,7R,11R)-> acetate

Hit#:3 Entry:18088 Library:NIST08s.LIB

SI:89 Formula:C14H28O CAS:3234-28-4 MolWeight:212 RetIndex:1503

CompName:Oxirane, dodecyl- \$\$ 1,2-Epoxytetradecane \$\$ 2-Dodecyloxirane # \$\$

Hit#:4 Entry:189040 Library:WILEY7.LIB

SI:89 Formula:C20H38 CAS:0-00-0 MolWeight:278 RetIndex:0

CompName:NEOPHYTADIENE \$\$ 2,6,10-TRIMETHYL-,14-ETHYLENE-14-PENTADECENE \$\$

Hit#:5 Entry:33493 Library:NIST08.LIB

SI:88 Formula:C12H24O CAS:2855-19-8 MolWeight:184 RetIndex:1304

CompName:Oxirane, decyl- \$\$ Dodecane, 1,2-epoxy- \$\$ Nedox 1200 \$\$ 1-Dodecene oxide \$\$ 1,2-Dodecene oxide \$\$ 1,2-Dodecene oxi

Figura 3. Espectrograma de massas do composto 2 (Line#2) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F3 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 1 (tempo de retenção = 37,75 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Figura 4. Cromatograma da fração BSHex1-F4 de extratos de folhas de *Brugmansia suaveolens*.

Library

<< Target >>

Line#:1 R.Time:6.075(Scan#:310) MassPeaks:38

RawMode:Averaged 6.067-6.083(309-311) BasePeak:83.05(36035)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:1694 Library:NIST08.LIB

SI:87 Formula:C6H10O CAS:2270-61-3 MolWeight:98 RetIndex:752

CompName:2H-Pyran, 3,4-dihydro-4-methyl- \$\$ 4-Methyl-2,3-dihydropyran # \$\$

Hit#:2 Entry:1696 Library:NIST08.LIB

SI:86 Formula:C6H10O CAS:59242-27-2 MolWeight:98 RetIndex:693

CompName:Furan, 2,5-dihydro-2,5-dimethyl- \$\$ 2,5-Dimethyl-2,5-dihydrofuran # \$\$

Hit#:3 Entry:1621 Library:NIST08s.LIB

SI:86 Formula:C7H14 CAS:10574-37-5 MolWeight:98 RetIndex:679

CompName:2-Pentene, 2,3-dimethyl- \$\$ Ethyltrimethylethylene \$\$ 2,3-Dimethyl-2-pentene \$\$ C2H5C(CH3)=C(CH3)2 \$\$

Hit#:4 Entry:1688 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C6H10O CAS:822-67-3 MolWeight:98 RetIndex:890

CompName:2-Cyclohexen-1-ol \$\$ Cyclohexen-3-ol \$\$ 1-Cyclohexen-3-ol \$\$ 2-Cyclohexenol \$\$ 3-Hydroxycyclohexene \$\$ 2-Cyclohex

Hit#:5 Entry:1557 Library:NIST08s.LIB

SI:85 Formula:C6H10O CAS:286-20-4 MolWeight:98 RetIndex:731

CompName:7-Oxabicyclo[4.1.0]heptane \$\$ Cyclohexane, 1,2-epoxy- \$\$ Cyclohexene epoxide \$\$ Cyclohexene oxide \$\$ Cyclohexene 1-

Figura 5. Espectrograma de massas do composto 1 (Line#1) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 1 (tempo de retenção 6,07 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#2 R.Time:6.308(Scan#:338) MassPeaks:47

RawMode:Averaged 6.300-6.317(337-339) BasePeak:83.05(81745)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:1696 Library:NIST08.LIB

SI:83 Formula:C6H10O CAS:59242-27-2 MolWeight:98 RetIndex:693

CompName:Furan, 2,5-dihydro-2,5-dimethyl- \$\$ 2,5-Dimethyl-2,5-dihydrofuran # \$\$

Hit#2 Entry:1557 Library:NIST08s.LIB

SI:82 Formula:C6H10O CAS:286-20-4 MolWeight:98 RetIndex:731

CompName:7-Oxabicyclo[4.1.0]heptane \$\$ Cyclohexane, 1,2-epoxy- \$\$ Cyclohexene epoxide \$\$ Cyclohexene oxide \$\$ Cyclohexene 1-

Hit#3 Entry:5655 Library:WILEY7.LIB

SI:81 Formula:C6 H10 O CAS:3280-51-1 MolWeight:98 RetIndex:0

CompName:3,5-Hexadien-2-ol (CAS)

Hit#4 Entry:11097 Library:NIST08.LIB

SI:81 Formula:C8H12O2 CAS:51552-26-2 MolWeight:140 RetIndex:959

CompName:3-Methyl-2-butenic acid, allyl ester \$\$ Allyl 3-methyl-2-butenate # \$\$

Hit#5 Entry:11268 Library:NIST08.LIB

SI:80 Formula:C9H16O CAS:60657-70-7 MolWeight:140 RetIndex:1031

CompName:2-Methyl-5-octyn-4-ol

Figura 6. Espectrograma de massas do composto 2 (Line#2) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 1 (tempo de retenção = 6,31 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#3 R.Time:7.600(Scan#:493) MassPeaks:32

RawMode:Averaged 7.592-7.608(492-494) BasePeak:67.05(44065)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:1397 Library:NIST08.LIB

SI:98 Formula:C6H8O CAS:1120-73-6 MolWeight:96 RetIndex:843

CompName:2-Cyclopenten-1-one, 2-methyl- \$\$ 2-Methyl-2-cyclopentenone \$\$ 2-Methyl-2-cyclopenten-1-one \$\$

Hit#2 Entry:5350 Library:WILEY7.LIB

SI:90 Formula:C6H8O CAS:2758-18-1 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2-Cyclopenten-1-one, 3-methyl- (CAS) 3-Methyl-2-cyclopentenone \$\$ 3-Methyl-2-cyclopenten-1-one \$\$ 1-Methyl-1-cyclo

Hit#3 Entry:5329 Library:WILEY7.LIB

SI:88 Formula:C6H8O CAS:3710-43-8 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2,4-Dimethylfuran \$\$ Furan, 2,4-dimethyl- \$\$

Hit#4 Entry:5318 Library:WILEY7.LIB

SI:88 Formula:C6H8O CAS:20521-42-0 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2-Butenal, 2-ethenyl- (CAS) Crotonaldehyde, 2-vinyl- \$\$ Vinylcrotonaldehyde \$\$

Hit#5 Entry:1370 Library:NIST08.LIB

SI:86 Formula:C5H8N2 CAS:63438-33-5 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:4-Vinyl-4,5-dihydro-3H-pyrazole

Figura 7. Espectrograma de massas do composto 3 (Line#3) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 1 (tempo de retenção = 7,60 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#4 R.Time:9.517(Scan#:723) MassPeaks:31

RawMode:Averaged 9.508-9.525(722-724) BasePeak:96.10(81407)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:5350 Library:WILEY7.LIB

SI:98 Formula:C6 H8 O CAS:2758-18-1 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2-Cyclopenten-1-one, 3-methyl- (CAS) 3-Methyl-2-cyclopentenone \$\$ 3-Methyl-2-cyclopenten-1-one \$\$ 1-Methyl-1-cyclo

Hit#2 Entry:5346 Library:WILEY7.LIB

SI:91 Formula:C6 H8 O CAS:1120-73-6 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2-Cyclopenten-1-one, 2-methyl- (CAS) 2-Methyl-2-cyclopentenone \$\$ 2-Methyl-2-cyclopenten-1-one \$\$

Hit#3 Entry:5328 Library:WILEY7.LIB

SI:91 Formula:C6 H8 O CAS:3710-43-8 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2,4-Dimethylfuran \$\$ Furan, 2,4-dimethyl- \$\$

Hit#4 Entry:5383 Library:WILEY7.LIB

SI:88 Formula:C7 H12 CAS:2586-89-2 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:3-Heptyne (CAS) 1-Ethyl-2-propylacetylene \$\$ n-C3H7C\$.CC2H5 \$\$

Hit#5 Entry:5312 Library:WILEY7.LIB

SI:87 Formula:C6 H8 O CAS:142-83-6 MolWeight:96 RetIndex:0

CompName:2,4-Hexadienal (CAS) Sorbaldehyde \$\$ Hexa-2,4-dienal \$\$ Sorbic aldehyde \$\$ n-Hex-2,4-dienal \$\$ 2,4-Hexadien-1-al \$\$ 1

Figura 8. Espectrograma de massas do composto 4 (Line#4) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 1 (tempo de retenção = 9,52 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#:9 R.Time:41.875(Scan#:4606) MassPeaks:116
 RawMode:Averaged 41.867-41.883(4605-4607) BasePeak:99.10(88374)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:128772 Library:NIST08.LIB

SI:93 Formula:C21H40O2 CAS:96168-15-9 MolWeight:324 RetIndex:2258

CompName:4,8,12,16-Tetramethylheptadecan-4-olide \$\$ 5-Methyl-5-(4,8,12-trimethyltridecyl)dihydro-2(3H)-furanone # \$\$

Hit#2 Entry:187248 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C32H67O4P CAS:2197-63-9 MolWeight:546 RetIndex:0

CompName:Di-hexadecyl phosphate \$\$ Di-hexadecyl hydrogen phosphate \$\$ Di-cetyl phosphate \$\$ 1-Hexadecanol, hydrogen phosphate \$

Hit#3 Entry:60205 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C14H26O2 CAS:2721-22-4 MolWeight:226 RetIndex:1801

CompName:2H-Pyran-2-one, tetrahydro-6-nonyl- \$\$.delta.-Nonyl-.delta.-valeralactone \$\$ 6-Nonyltetrahydro-2H-pyran-2-one # \$\$

Hit#4 Entry:50791 Library:NIST08.LIB

SI:83 Formula:C13H24O2 CAS:7370-92-5 MolWeight:212 RetIndex:1702

CompName:2H-Pyran-2-one, tetrahydro-6-octyl- \$\$ 6-Octyltetrahydro-2H-pyran-2-one # \$\$

Hit#5 Entry:79209 Library:NIST08.LIB

SI:82 Formula:C16H30O2 CAS:220904-24-5 MolWeight:254 RetIndex:1825

CompName:4,8,12-Trimethyltridecan-4-olide \$\$ 5-(4,8-Dimethylnonyl)-5-methyldihydro-2(3H)-furanone # \$\$

Figura 9. Espectrograma de massas do composto 9 (Line#9) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 9 (tempo de retenção = 41,88 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#:10 R.Time:42.500(Scan#:4681) MassPeaks:106

RawMode:Averaged 42.492-42.508(4680-4682) BasePeak:129.10(19505)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:268043 Library:WILEY7.LIB

SI:78 Formula:C22 H42 O4 CAS:103-23-1 MolWeight:370 RetIndex:0

CompName:Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester (CAS) Bis(2-ethylhexyl) adipate \$\$ Sicol 250 \$\$ Adipol 2EH \$\$ Flexol A 26 \$\$ \

Hit#:2 Entry:21969 Library:NIST08s.LIB

SI:77 Formula:C14H26O4 CAS:4337-65-9 MolWeight:258 RetIndex:1872

CompName:Hexanedioic acid, mono(2-ethylhexyl)ester \$\$ Mono-2-ethylhexyl adipate \$\$ 6-[(2-Ethylhexyl)oxy]-6-oxohexanoic acid # \$

Hit#:3 Entry:268036 Library:WILEY7.LIB

SI:76 Formula:C22 H42 O4 CAS:123-79-5 MolWeight:370 RetIndex:0

CompName:Hexanedioic acid, dioctyl ester (CAS) Dioctyl adipate \$\$ DOA \$\$ Adiimoll DO \$\$ Di-n-octyl adipate \$\$ Octyl adipate \$\$ /

Hit#:4 Entry:155683 Library:NIST08.LIB

SI:76 Formula:C22H42O4 CAS:1330-86-5 MolWeight:370 RetIndex:2414

CompName:Diisooctyl adipate \$\$ Hexanedioic acid, diisooctyl ester \$\$ Monoplex DIOA \$\$ Plasthall DIOA \$\$ Bis(6-methylheptyl) hex

Hit#:5 Entry:181473 Library:NIST08.LIB

SI:72 Formula:C29H56O4 CAS:0-00-0 MolWeight:468 RetIndex:3174

CompName:Adipic acid, 2-ethylhexyl pentadecyl ester

Figura 10. Espectrograma de massas do composto 10 (Line#10) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 10 (tempo de retenção = 42,50 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#:14 R.Time:49.267(Scan#:5493) MassPeaks:113

RawMode:Averaged 49.258-49.275(5492-5494) BasePeak:419.20(9662)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:185991 Library:NIST08.LIB

SI:54 Formula:C28H44N2O7 CAS:124201-86-1 MolWeight:520 RetIndex:3553

CompName:1-Pyrrolidinebutanoic acid, 2-[(1,1-dimethylethoxy)carbonyl]-.alpha.-nitro-, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methoxyphenyl ester

Hit#:2 Entry:168683 Library:NIST08.LIB

SI:54 Formula:C27H46O2 CAS:119-13-1 MolWeight:402 RetIndex:2923

CompName:2H-1-Benzopyran-6-ol, 3,4-dihydro-2,8-dimethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)-, [2R-[2R*(4R*,8R*)]]- .delta.-Tocopherol

Hit#:3 Entry:293870 Library:WILEY7.LIB

SI:51 Formula:C30H60 CAS:0-00-0 MolWeight:420 RetIndex:0

CompName:8-HEXADECEN, 8,9-DIHEPTYL- \$\$

Hit#:4 Entry:173321 Library:NIST08.LIB

SI:51 Formula:C30H60 CAS:167320-34-5 MolWeight:420 RetIndex:2965

CompName:8-Hexadecene, 8,9-diheptyl- \$\$ 8,9-Diheptyl-8-hexadecene # \$\$

Hit#:5 Entry:77890 Library:NIST08.LIB

SI:51 Formula:C18H36 CAS:1795-14-8 MolWeight:252 RetIndex:1682

CompName:Cyclohexane, 1,2,3,4,5,6-hexaethyl- \$\$ 1,2,3,4,5,6-Hexaethylcyclohexane # \$\$

Figura 11. Espectrograma de massas do composto 14 (Line#14) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 14 (tempo de retenção = 49,27 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#:15 R.Time:49.567(Scan#:5529) MassPeaks:130
 RawMode:Averaged 49.558-49.575(5528-5530) BasePeak:419.15(9501)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:168683 Library:NIST08.LIB

SI:55 Formula:C₂₇H₄₆O₂ CAS:119-13-1 MolWeight:402 RetIndex:2923CompName:2H-1-Benzopyran-6-ol, 3,4-dihydro-2,8-dimethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)-, [2R-[2R*(4R*,8R*)]]- δ -Tocopherol

Hit#2 Entry:185991 Library:NIST08.LIB

SI:54 Formula:C₂₈H₄₄N₂O₇ CAS:124201-86-1 MolWeight:520 RetIndex:3553

CompName:1-Pyrrolidinebutanoic acid, 2-[(1,1-dimethylethoxy)carbonyl]-.alpha.-nitro-, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methoxyphenyl ester

Hit#3 Entry:42152 Library:WILEY7.LIB

SI:51 Formula:C₇H₆O₄ CAS:32180-43-1 MolWeight:154 RetIndex:0CompName:7-Oxabicyclo[4.1.0]hept-3-ene-2,5-dione, 3-(hydroxymethyl)-, (+)- (CAS) Phyllostin δ Phyllostine δ dl-Phyllostine δ

Hit#4 Entry:42791 Library:WILEY7.LIB

SI:50 Formula:C₁₀H₁₈O CAS:54244-89-2 MolWeight:154 RetIndex:0CompName:Furan, 4,5-diethyl-2,3-dihydro-2,3-dimethyl- (CAS) 2,3-DIMETHYL-4,5-DIETHYL-2,3-DIHYDROFURAN δ

Hit#5 Entry:157687 Library:NIST08.LIB

SI:50 Formula:C₂₂H₄₃ClO₂ CAS:0-00-0 MolWeight:374 RetIndex:2601

CompName:5-Chlorovaleric acid, heptadecyl ester

Figura 12. Espectrograma de massas do composto 15 (Line#15) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 15 (tempo de retenção = 49,57 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

<< Target >>

Line#:16 R.Time:53.208(Scan#:5966) MassPeaks:113

RawMode:Averaged 53.200-53.217(5965-5967) BasePeak:138.05(7704)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:140651 Library:WILEY7.LIB

SI:57 Formula:C15H29BO CAS:0-00-0 MolWeight:236 RetIndex:0

CompName:9-BORABICYCLO[3.3.1]NONAN, 9-(2,2-DIMETHYL-3-PENTYL)- \$\$

Hit#:2 Entry:66752 Library:NIST08.LIB

SI:57 Formula:C15H29BO CAS:0-00-0 MolWeight:236 RetIndex:0

CompName:9-Borabicyclo[3.3.1]nonane, 9-(2,2-dimethyl-3-pentyl)- (???)

Hit#:3 Entry:115525 Library:NIST08.LIB

SI:56 Formula:C17H23NO4 CAS:0-00-0 MolWeight:305 RetIndex:2273

CompName:3-p-Menthyl o-nitrobenzoate

Hit#:4 Entry:13735 Library:NIST08s.LIB

SI:56 Formula:C10H16N2O CAS:80808-86-2 MolWeight:180 RetIndex:1303

CompName:1,3-Diazadamantan-6-one, 5,7-dimethyl- \$ 5,7-Dimethyl-1,3-diazaadamantan-6-one \$

Hit#:5 Entry:105683 Library:NIST08.LIB

SI:55 Formula:C18H29NO2 CAS:117968-66-8 MolWeight:291 RetIndex:2284

CompName:Indoxazen-4-one, 4,5,6,7-tetrahydro-3-undecyl- \$ 3-Undecyl-6,7-dihydro-1,2-benzisoxazol-4(5H)-one # \$

Figura 13. Espectrograma de massas do composto 16 (Line#16) do cromatograma da cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F4 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 16 (tempo de retenção = 53,21 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Figura 14. Cromatograma da fração BSHex1-F6 de extratos de folhas de *Brugmansia suaveolens*.

<< Target >>

Line#1 R.Time:25.733(Scan#:2669) MassPeaks:52
 RawMode:Averaged 25.725-25.742(2668-2670) BasePeak:69.10(15819)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:57420 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C15H26O CAS:3790-71-4 MolWeight:222 RetIndex:1710

CompName:2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl-, (Z,E)- \$\$ (Z,E)-Farnesol \$\$ (2Z,6E)-Farnesol \$\$ cis-Farnesol \$\$ cis,trans-Farne

Hit#2 Entry:57456 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C15H26O CAS:4602-84-0 MolWeight:222 RetIndex:1710

CompName:2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl- \$\$ Farnesol \$\$ Farnesyl alcohol \$\$ 3,7,11-Trimethyl-2,6,10-dodecatrien-1-ol \$\$

Hit#3 Entry:57419 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C15H26O CAS:106-28-5 MolWeight:222 RetIndex:1710

CompName:2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl-, (E,E)- \$\$ (E,E)-Farnesol \$\$ (2E,6E)-Farnesol \$\$ All-trans-Farnesol \$\$ trans-Fa

Hit#4 Entry:105153 Library:NIST08.LIB

SI:85 Formula:C20H34O CAS:24034-73-9 MolWeight:290 RetIndex:2192

CompName:Geranylgeraniol

Hit#5 Entry:123369 Library:WILEY7.LIB

SI:84 Formula:C15 H26 O CAS:0-00-0 MolWeight:222 RetIndex:0

CompName:FARNESOL 3 \$\$

Figura 15. Espectrograma de massas do composto 1 (Line#1) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 1 (Tempo de retenção 25,73 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#2 R.Time:26.092(Scan#:2712) MassPeaks:42
 RawMode:Averaged 26.083-26.100(2711-2713) BasePeak:111.15(11201)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:13754 Library:NIST08s.LIB
 SI:90 Formula:C11H16O2 CAS:17092-92-1 MolWeight:180 RetIndex:1426
 CompName:2(4H)-Benzofuranone, 5,6,7,7a-tetrahydro-4,4,7a-trimethyl-, (R)- \$2(4H)-Benzofuranone, 5,6,7,7a-tetrahydro-4,4,7a-trimethyl-

Hit#2 Entry:71916 Library:WILEY7.LIB
 SI:89 Formula:C11H16O2 CAS:15356-74-8 MolWeight:180 RetIndex:0
 CompName:2(4H)-Benzofuranone, 5,6,7,7a-tetrahydro-4,4,7a-trimethyl- (CAS) DIHYDROACTINIDIOLIDE \$2,2,6-TRIMETHYL-7

Hit#3 Entry:70937 Library:WILEY7.LIB
 SI:83 Formula:C11H16O2 CAS:0-00-0 MolWeight:180 RetIndex:0
 CompName:2,6,6-trimethyl-2-hydroxycyclohexylidene acetolactone \$2,6,6-trimethyl-2-hydroxycyclohexylidene acetolactone \$

Hit#4 Entry:31191 Library:NIST08.LIB
 SI:78 Formula:C12H20O CAS:43125-87-7 MolWeight:180 RetIndex:1304
 CompName:6,6-Dimethyl-10-methylene-1-oxa-spiro[4.5]decane

Hit#5 Entry:40505 Library:WILEY7.LIB
 SI:77 Formula:C10H16O CAS:5293-90-3 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:1-VINYL-2,6,6-TRIMETHYLCYCLOHEX-1-ENE \$1-VINYL-2,6,6-TRIMETHYLCYCLOHEX-1-ENE \$Cyclohexene, 1,3,3-trimethyl-

Figura 16. Espectrograma de massas do composto 2 (Line#2) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 2 (Tempo de retenção 26,09 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#9 R.Time:34.125(Scan#:3676) MassPeaks:43
 RawMode:Averaged 34.117-34.133(3675-3677) BasePeak:69.10(5929)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:174627 Library:NIST08.LIB
 SI:82 Formula:C30H50O CAS:54159-46-5 MolWeight:426 RetIndex:3058
 CompName:1,6,10,14,18,22-Tetracosahexaen-3-ol, 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-, (all-E)- (6E,10E,14E,18E)-2,6,10,15,19,23-Hexame

Hit#2 Entry:25690 Library:NIST08s.LIB
 SI:81 Formula:C22H36O2 CAS:61691-98-3 MolWeight:332 RetIndex:2316
 CompName:2,6,10,14-Hexadecatetraen-1-ol, 3,7,11,15-tetramethyl-, acetate, (E,E,E)- (2E,6E,10E)-3,7,11,15-Tetramethyl-2,6,10,14-I

Hit#3 Entry:105153 Library:NIST08.LIB
 SI:81 Formula:C20H34O CAS:24034-73-9 MolWeight:290 RetIndex:2192
 CompName:Geranylgeraniol

Hit#4 Entry:22256 Library:NIST08s.LIB
 SI:80 Formula:C18H30O CAS:1117-52-8 MolWeight:262 RetIndex:1902
 CompName:5,9,13-Pentadecatrien-2-one, 6,10,14-trimethyl-, (E,E)- (5E,9E)-6,10,14-Trimethyl-5,9,13-pentadeca

Hit#5 Entry:123938 Library:WILEY7.LIB
 SI:80 Formula:C15 H26 O CAS:4602-84-0 MolWeight:222 RetIndex:0
 CompName:Farnesol (CAS) 2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl- (CAS) Farnesyl alcohol (CAS) 3,7,11-trimethyl-2,6,10-dodecatrien-1-ol

Figura 17. Espectrograma de massas do composto 3 (Line#9) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 3 (Tempo de retenção 34,13 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#:10 R.Time:35.658(Scan#:3860) MassPeaks:49
RawMode:Averaged 35.650-35.667(3859-3861) BasePeak:69.10(11447)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:105153 Library:NIST08.LIB
SI:88 Formula:C20H34O CAS:24034-73-9 MolWeight:290 RetIndex:2192
CompName:Geranylgeraniol

Hit#2 Entry:23916 Library:NIST08s.LIB
 SI:86 Formula:C20H34O CAS:7614-21-3 MolWeight:290 RetIndex:2192
 CompName:Hexadeca-2,6,10,14-tetraen-1-ol, 3,7,11,16-tetramethyl-, (E,E,E)- \$\$(2Z,6E,10E)-3,7,11,15-Tetramethyl-2,6,10,14-hexadec

Hit#:3 Entry:66818 Library:NIST08.LIB
SI:86 Formula:C16H28O CAS:0-00-0 MolWeight:236 RetIndex:1643
CompName:Farnesol (E), methyl ether

Hit#4 Entry:19106 Library:NIST08s.LIB
 SI:86 Formula:C15H26O CAS:4602-84-0 MolWeight:222 RetIndex:1710
 CompName:2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl- \$\$ Farnesol \$\$ Farnesyl alcohol \$\$ 3,7,11-Trimethyl-2,6,10-dodecatrien-1-ol \$\$

Hit#:5 Entry:123367 Library:WILEY7.LIB
SI:85 Formula:C15 H26 O CAS:0-00-0 MolWeight:222 RetIndex:0
CompName:FARNESOL 1 \$\$

Figura 18. Espectrograma de massas do composto 4 (Line#10) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 4 (Tempo de retenção 35,66 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#:11 R.Time:37.358(Scan#:4064) MassPeaks:66
 RawMode:Averaged 37.350-37.367(4063-4065) BasePeak:67.10(8299)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#1 Entry:107904 Library:NIST08.LIB

SI:93 Formula:C19H34O2 CAS:112-63-0 MolWeight:294 RetIndex:2093

CompName:9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester \$\$ Linoleic acid, methyl ester \$\$ Methyl cis,cis-9,12-octadecadienoate \$\$ M

Hit#2 Entry:107890 Library:NIST08.LIB

SI:92 Formula:C19H34O2 CAS:56599-58-7 MolWeight:294 RetIndex:2093

CompName:8,11-Octadecadienoic acid, methyl ester \$\$ Methyl (8E,11E)-8,11-octadecadienoate # \$\$

Hit#3 Entry:127501 Library:NIST08.LIB

SI:91 Formula:C21H38O2 CAS:56599-56-5 MolWeight:322 RetIndex:2292

CompName:8,11-Eicosadienoic acid, methyl ester \$\$ Methyl (8E,11E)-8,11-icosadienoate # \$\$

Hit#4 Entry:107898 Library:NIST08.LIB

SI:91 Formula:C19H34O2 CAS:2462-85-3 MolWeight:294 RetIndex:2093

CompName:9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester \$\$ Methyl (9E,12E)-9,12-octadecadienoate # \$\$

Hit#5 Entry:219477 Library:WILEY7.LIB

SI:91 Formula:C20H36O2 CAS:544-35-4 MolWeight:308 RetIndex:0

CompName:Ethyl linoleate \$\$ LINOLEIC ACID, ETHYL ESTER \$\$ ETHYL 9,12-OCTADECADIENOATE \$\$ Linoleic acid ethyl es

Figura 19. Espectrograma de massas do composto 5 (Line#11) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 5 (Tempo de retenção 37,36 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#:12 R.Time:37.692(Scan#:4104) MassPeaks:60
 RawMode:Averaged 37.683-37.700(4103-4105) BasePeak:71.10(11764)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:109355 Library:NIST08.LIB
 SI:92 Formula:C20H40O CAS:102608-53-7 MolWeight:296 RetIndex:2045
 CompName:3,7,11,15-Tetramethyl-2-hexadecen-1-ol (2E)-3,7,11,15-Tetramethyl-2-hexadecen-1-ol # \$\$

Hit#:2 Entry:207900 Library:WILEY7.LIB
 SI:91 Formula:C20H40O CAS:150-86-7 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:2-Hexadecen-1-ol, 3,7,11,15-tetramethyl-, [R-[R*,R*-(E)]]- (CAS) Phytol (E)-(7R,11R)-3,7,11,15-tetra-

Hit#:3 Entry:189040 Library:WILEY7.LIB
 SI:89 Formula:C20H38 CAS:0-00-0 MolWeight:278 RetIndex:0
 CompName:NEOPHYTADIENE 2,6,10-TRIMETHYL-,14-ETHYLENE-14-PENTADECNE

Hit#:4 Entry:89240 Library:NIST08.LIB
 SI:89 Formula:C18H36O CAS:7390-81-0 MolWeight:268 RetIndex:1901
 CompName:Oxirane, hexadecyl- 1,2-Epoxyoctadecane 2-Hexadecyloxirane #

Hit#:5 Entry:1115 Library:FFNSC 1.2.lib
 SI:89 Formula:C22H42O2 CAS:10236-16-5 MolWeight:338 RetIndex:2212
 CompName:Phytol acetate; Hexadec-2-en-1-ol <3,7,11,15-tetramethyl-, (2E,7R,11R)-> acetate

Figura 20. Espectrograma de massas do composto 6 (Line#12) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 6 (Tempo de retenção 37,69 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#:14 R.Time:41.850(Scan#:4603) MassPeaks:95
 RawMode:Averaged 41.842-41.858(4602-4604) BasePeak:99.15(54573)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:128772 Library:NIST08.LIB

SI:92 Formula:C₂₁H₄₀O₂ CAS:96168-15-9 MolWeight:324 RetIndex:2258

CompName:4,8,12,16-Tetramethylheptadecan-4-olide \$\$ 5-Methyl-5-(4,8,12-trimethyltridecyl)dihydro-2(3H)-furanone # \$\$

Hit#:2 Entry:60205 Library:NIST08.LIB

SI:84 Formula:C₁₄H₂₆O₂ CAS:2721-22-4 MolWeight:226 RetIndex:1801

CompName:2H-Pyran-2-one, tetrahydro-6-nonyl- \$\$.delta.-Nonyl-.delta.-valeralactone \$\$ 6-Nonyltetrahydro-2H-pyran-2-one # \$\$

Hit#:3 Entry:187248 Library:NIST08.LIB

SI:84 Formula:C₃₂H₆₇O₄P CAS:2197-63-9 MolWeight:546 RetIndex:0

CompName:Dihexadecyl phosphate \$\$ Dihexadecyl hydrogen phosphate \$\$ Dicetyl phosphate \$\$ 1-Hexadecanol, hydrogen phosphate \$

Hit#:4 Entry:50791 Library:NIST08.LIB

SI:83 Formula:C₁₃H₂₄O₂ CAS:7370-92-5 MolWeight:212 RetIndex:1702

CompName:2H-Pyran-2-one, tetrahydro-6-octyl- \$\$ 6-Octyltetrahydro-2H-pyran-2-one # \$\$

Hit#:5 Entry:67644 Library:NIST08.LIB

SI:81 Formula:C₁₁H₂₄FO₂P CAS:345260-82-4 MolWeight:238 RetIndex:0

CompName:3,7-Dimethyl-1-octyl methylphosphonofluoridate \$\$ Methylphosphonic acid, fluoroanhydride, 3,7-dimethyloctyl ester \$\$ 3,

Figura 21. Espectrograma de massas do composto 7 (Line#14) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 7 (Tempo de retenção 41,85 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#:15 R.Time:43.175(Scan#:4762) MassPeaks:84
 RawMode:Averaged 43.167-43.183(4761-4763) BasePeak:55.10(6554)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:175885 Library:WILEY7.LIB
 SI:85 Formula:C17 H30 O2 CAS:29961-54-4 MolWeight:266 RetIndex:0
 CompName:Hexadecadienoic acid, methyl ester (CAS) Methyl hexadecadienoate \$\$

Hit#:2 Entry:107879 Library:NIST08.LIB
 SI:83 Formula:C19H34O2 CAS:0-00-0 MolWeight:294 RetIndex:2241
 CompName:E,E,Z-1,3,12-Nonadecatriene-5,14-diol

Hit#:3 Entry:223340 Library:WILEY7.LIB
 SI:83 Formula:C19 H36 O3 CAS:6084-76-0 MolWeight:312 RetIndex:0
 CompName:Oxiraneoctanoic acid, 3-octyl-, methyl ester, trans- (CAS) Methyl trans-9,10-epoxystearate \$\$ Methyl trans-9,10-epoxyocta

Hit#:4 Entry:145170 Library:NIST08.LIB
 SI:82 Formula:C23H42O2 CAS:0-00-0 MolWeight:350 RetIndex:2491
 CompName:Methyl 5,13-docosadienoate

Hit#:5 Entry:144170 Library:NIST08.LIB
 SI:82 Formula:C23H40O2 CAS:56847-02-0 MolWeight:348 RetIndex:2499
 CompName:8,11,14-Docosatrienoic acid, methyl ester \$\$ Methyl (8E,11E,14E)-8,11,14-docosatrienoate # \$\$

Figura 22. Espectrograma de massas do composto 8 (Line#15) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 8 (Tempo de retenção 43,17 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

Line#:19 R.Time:48.742(Scan#:5430) MassPeaks:110
 RawMode:Averaged 48.733-48.750(5429-5431) BasePeak:57.10(11969)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

Hit#:1 Entry:176148 Library:NIST08.LIB
 SI:85 Formula:C22H42O8 CAS:141-17-3 MolWeight:434 RetIndex:2846
 CompName:Hexanedioic acid, bis[2-(2-butoxyethoxy)ethyl] ester \$\$ Dibutoxyethoxyethyl adipate \$\$ Adipic acid, bis(2-(2-butoxyethoxy)ethyl) ester

Hit#:2 Entry:142619 Library:NIST08.LIB
 SI:72 Formula:C18H34O6 CAS:141-18-4 MolWeight:346 RetIndex:2297
 CompName:di(Butoxyethyl)adipate \$\$ Hexanedioic acid, bis(2-butoxyethyl) ester \$ Adipic acid, bis(ethylene glycol monobutyl ether) ester

Hit#:3 Entry:18659 Library:NIST08s.LIB
 SI:66 Formula:C12H26O3 CAS:112-73-2 MolWeight:218 RetIndex:1442
 CompName:Butane, 1,1'-[oxybis(2,1-ethanediylloxy)]bis- \$\$ Ether, bis(2-butoxyethyl) \$ Bis(2-butoxyethyl) ether \$ Dibutyl carbitol \$

Hit#:4 Entry:18217 Library:NIST08.LIB
 SI:66 Formula:C9H16O2 CAS:83631-16-7 MolWeight:156 RetIndex:1060
 CompName:3,6-Dimethyl-2,4-heptadione \$\$ 3,6-Dimethyl-2,4-heptanedione # \$\$

Hit#:5 Entry:112210 Library:NIST08.LIB
 SI:65 Formula:C18H36O3 CAS:109-37-5 MolWeight:300 RetIndex:2054
 CompName:Dodecanoic acid, 2-butoxyethyl ester \$ Ethylene glycol monobutyl ether laurate \$ Lauric acid, 2-butoxyethyl ester \$ 2-B

Figura 23. Espectrograma de massas do composto 9 (Line#19) do cromatograma da Cromatografia gasosa da fração ativa BSHex1-F6 de folhas de *Brugmansia suaveolens*. O padrão de fragmentação do composto 9 (Tempo de retenção 48,74 min) foi comparado com dados (Hit#1, Hit#2 and Hit#3) dos bancos de dados do NIST (National Institute of Standards Technology) and WILEY.

6. CONCLUSÕES

- Extratos etanólicos de Solanaceae afetam a biologia do gorgulho-do-milho, *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae), reduzindo a sobrevivência de adultos, a progênie F₁ e, conseqüentemente, os danos causados nos grãos.

- Entre os 17 extratos etanólicos provenientes de 9 espécies de Solanaceae avaliados em relação à bioatividade sobre *S. zeamais* Mots., o extrato de folhas de *Brugmansia suaveolens* destaca-se como o mais eficiente, causando mortalidade de adultos semelhante provocado pelo Azamax® (controle positivo).

Os extratos etanólicos de flores de *Brugmansia suaveolens*, de folhas de *Solanum viarum*, de *Lysianthes asarifolia* e de *Solanum americanum* e de frutos de *Solanum seaphortianum* também são promissores para uso no controle do gorgulho-do-milho.

- Frações obtidas por meio do particionamento do extrato de folhas de *B. suaveolens* provocam efeitos negativos sobre *S. zeamais*, afetando principalmente a sobrevivência dos adultos.

- Análises químicas das frações bioativas mostram que a bioatividade observada se deve à presença de ácidos graxos e alcaloides.

REFERÊNCIAS

- ABBASIPOUR, H.; ABBASIPOUR, H.; MAHMOUDVAND, M.; RASTEGAR, F.; HOSSEINPOUR, M.H. Bioactivities of jimsonweed extract, *Datura stramonium* L. (Solanaceae), against *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). **Turkish Journal of Agriculture and Forestry**. v. 35, p. 623-629, 2011.
- AGROFIT, Sistema de Agrotóxicos Fitossanitários. via web http://agrofit.agricultura.gov.br/agrofit_cons/principal_agrofit_cons. Acessado em: 15/11/2018.
- ALBUQUERQUE, E.L.D.; LIMA, J.K.A.; SOUZA, F.H.O.; SILVA, I.M.A.; SANTOS, A.A.; ARAUJO, A.P.A.; BLANK, A.F.; LIMA, R.N.; ALVES, P.B.; BACCI, L. Insecticidal and repellence activity of the essential oil of *Pogostemon cablin* against urban ants species. **Acta Tropica**. v. 127, n. 3, p. 181-186, set. 2013.
- ALI, A.; AHMAD, F.; BIONDI, A.; WANG, Y.; DESNEUX, N. Potential for using *Datura alba* leaf extracts against two major stored grain pests, the khapra beetle *Trogoderma granarium* and the rice weevil *Sitophilus oryzae*. **Journal of Pest Science**. v. 85, p. 359-366, 2012.
- ALVES, M.N. & SARTORATTO A. & TRIGO, J.R. Scopolamine in *Brugmansia suaveolens* (Solanaceae): Defense, Allocation, Costs, and Induced Response. **Journal of Chemical Ecology**. v. 33, p. 297-309, 2007.
- AWAD, H.H. & GHAZAWY, N.A. Effects of Farnesol on the Ultrastructure of Brain and Corpora Allata, Sex Hormones and on some Oxidative Stress Parameters in *Locusta migratoria* (Orthoptera: Acridiidae). **Entomological Society of Southern Africa**. v. 24, p. 502-512, 2016.
- BACCI, L.; LIMA, J.K.; ARAUJO, A.P.A.; BLANK, A.F.; SILVA, I.M.A.; SANTOS, A.A.; SANTOS, A.C.C.; ALVES, P.B.; PICANCO, M.C. Toxicity, behavior impairment, and repellence of essential oils from pepper-rosmarin and patchouli to termites. **Entomologia Experimentalis et Applicata**. v. 156, p. 66-76, 2015.
- BOULOGNE, I.; PETIT, F.; OZIER-LAFONTAINE, H.; DESFONTAINES, L.; LORANGER-MERCIRIS, G. Insecticidal and antifungal chemicals produced by plants: A review. **Environmental Chemistry Letters**. v. 10, p. 325-347, 2012.
- BOYER, S.; ZHANG, H.; LEMPÉRIÈRE, G. A review of control methods and resistance mechanisms in stored-product insects. **Bulletin of Entomological Research**. v. 102, p. 213-229, 2012.
- CAMPOS, R.N.; LIMA, C.B.N.; OLIVEIRA, A.P.; ARAUJO, A.P.A.; BLANK, A.F.; ALVEZ, P.B.; LIMA, R.N.; ARAUJO, V.A.; SANTANA, A.L. Acaricidal properties of vetiver essential oil from *Chrysopogon zizanioides* (Poaceae) against the tick species *Amblyomma cajennense* and *Rhipicephalus microplus* (*Boophilus*) *microplus* (Acari: Ixodidae). **Veterinary Parasitology**, v. 212, p. 324-330, 2015.
- CHOWANSKI, S.; ADAMSKI, Z.; MARCINIAK, P.; ROSIŃSKI, G.; BÜYÜKGÜZEL, E.; BÜYÜKGÜZEL, K.; FALABELLA, P.; SCRANO, L.; VENTRELLA, E.; LELARIO, F.; BUFO, S.A. A review of bioinsecticidal activity of Solanaceae alkaloids. **Toxins**, v. 8, p. 1-28, 2016.
- CHU, S.S.; LIU, Z.L.; DU, S.S.; DENG, Z.W. Chemical composition and insecticidal activity against *Sitophilus zeamais* of the essential oils derived from *Artemisia giraldii* and *Artemisia subdigitata*. **Molecules**, v. 17, p. 7255-7265, 2012.
- COTTON, R.T.; WILBUR, D.A. Insects. In: CHRISTENSEN, C.M. (Ed.). **Storage of cereal grains and their products**. 3rd. ed. St. Paul: American Association of Cereal Chemists, p. 281-318, 1982.

- DAYAN, F. E.; CANTRELL, C. L.; DUKE, S. Natural products in crop protection. **Bioorganic and Medicinal Chemistry**. v. 17(12), p. 4022-4034, 2009.
- DE MELO, A. R.; GARCIA, I. J. P.; SERRÃO, J. E. LIMA, S. H.; LIMA, L. A. R. S.; ALVES, S. N. Toxicity of different fatty acids and methyl esters on *Culex quinquefasciatus* larvae. **Ecotoxicology and Environmental Safety**. v. 154, p. 1-5, 2018.
- DEMÉTRIO, C.G.B.; HINDE, J. Half-normal plots and overdispersion. **Glim Newsletter**, v. 27, p. 19-26, 1997.
- DEQUECH, STB, RIBEIRO, LP, SAUSEN, CD, EGEWARTH, R, KRUSE, ND. Fitotoxicidade causada por inseticidas botânicos em feijão-de-vagem (*Phaseolus vulgaris* L.) cultivado em estufa plástica. **Revista da FZVA**, v.15, p. 71-80. 2008.
- DIAZ, G.J. Toxicosis by plant alkaloids in humans and animals in Colombia. **Toxins**. v. 7, p. 5408-5416, 2015
- EL-WAKEIL, N.E. Botanical pesticides and their mode of action. **Gesunde Pflanzen**, v. 65, p. 125-149, 2013.
- ESTRELA, J.L.V.; FAZOLIN, M.; CATANI, V.; ALÉCIO, M.R.; LIMA, M.S. Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 41, p. 217-222, 2006.
- EVANS, D.E. The biology of stored product Coleoptera. In: AUSTRALIAN DEVELOPMENT ASSISTANCE COURSE ON THE PRESERVATION OF STORED CEREALS, 1., 1981, Canberra. **Proceedings**. Canberra: CSIRO. p. 149-185, 198.
- FINNEY, D.J. **Probit analysis**. Cambridge, England: Cambridge University Press. p. 31 1971.
- FREIRE, G.F.; LEITE, D.T.; PEREIRA, R.A.; MELO, B.A.; SILVA, J.F.; MARACAJÁ, P.B. Bioatividade de *Solanum melongena* L. e *Capsicum annum* L. sobre *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae). **Acta Biológica Colombiana**, v. 21, p. 123-130, 2016.
- FREITAS, A. V. L., TRIGO, J. R., BROWN, K. S., WITTE, L., HARTMANN, T., and BARATA, L. E. S. Tropane and pyrrolizidine alkaloids in the ithomiines *Placidula euryanassa* and *Miraleria cymothoe* (Lepidoptera: Nymphalidae). **Chemoecology** v.7, p. 61-67, 1996.
- GALLO, D.; NAKANO, O.; SILVEIRA NETO, S.; BATISTA, G.C.; BERTI FILHO, E.; PARRA, J.R.P.; ALVES, S.B.; ZUCCHI, R.A.; VENDRAMIM, J.D.; MARCHINI, L.C.; LOPES, J.R.S.; OMOTO, C. **Manual de Entomologia Agrícola**. 2 ed. São Paulo: Ed. Agronômica Ceres. p. 649. 2002
- GARCÍA-LARA S. & BERGVINSON D.J. Integral program to reduce postharvest losses in maize. **Agricultura Técnica en México** v. 33, p. 181-189, 2007.
- GIUSTOLIN, T.A. & J.D. VENDRAMIM. Efeito dos aleloquímicos 2-tridecanona e 2-undecanona na biologia de *Tuta absoluta* (Meyrick). **An. Soc. Entomol Brasil**. v: 25, p. 417-422, 1996.
- GRIFFIN, W. J. & LIN, G. D. Chemotaxonomy and geographical distribution of tropane alkaloids. **Phytochemistry**. v. 53, p. 623-637, 2000.
- GUEDES, N.M.P.; GUEDES, R.N.C.; FERREIRA, G.H.; SILVA, L.B. Flight take-off and walking behavior of insecticide - susceptible and - resistant strains of *Sitophilus zeamais* exposed to deltamethrin. **Bulletim of Entomology Research**. v. 99 - 4, p. 393-400. 2009.
- GUIMARÃES, S.S.; POTRICH, M.; SILVA, E.R.L.; WOLF, J.; PEGORINI, C.S.; OLIVEIRA, T.M. Ação repelente, inseticida e fago-inibidora de extratos de pimenta dedo-de-moça sobre o gorgulho do milho. **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 81, p. 322-328, 2014.

- HASSINE, T. & MANSOUR, A. & HAMMAMI, S. Case report of fatal poisoning by *Nicotiana tabacum* in Cattle in Tunisia. **Revue Médecine Vétérinaire**. v. 164, p. 141-144. 2013
- HINDE, J. & DEMÉTRIO, C.G.B. Overdispersion: models and estimation. **Computational Statistics & Data Analysis**, v. 27, p. 151-170, 1998.
- INDHUMATHI, T. & MOHANDASS, S. & SHIBI, A. Acute toxicity study of ethanolic extract of *Solanum incanum* L. fruit. **Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research**., v. 7, p. 98-100, 2014.
- ISMAN, M. B. Bridging the gap: Moving botanical insecticides from the laboratory to the farm. **Industrial Crops and Products**. v. 110, p. 10-14, 2017.
- ISMAN, M. B. & M. L. GRIENEISEN. Botanical insecticide research: many publications, limited useful data. **Trends in Plant Science**. v. 19, p. 140-145, 2014.
- JERZYKIEWICZ, J. Alkaloids of Solanaceae (nightshade plants). **Postepy Biochem**. v.53, p. 280-286, 2007.
- JEYASANKAR, A. & PREMALATHA, S. & ELUMALAI, K. Biological activities of *Solanum pseudocapsicum* (Solanaceae) against cotton bollworm, *Helicoverpa armigera* Hübner and armyworm, *Spodoptera litura* Fabricius (Lepidoptera: Noctuidae). **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**. v. 2, p. 981-986, 2012.
- KHANI, M.; AWANG, R.M.; OMAR, D.; RAHMANI, M.; REZAZADEH, S. Tropical medicinal plant extracts against rice weevil, *Sitophilus oryzae* L. **Journal of Medicinal Plants Research**. v. 5-2, p. 259-265, 2011.
- KOSTYUKOVSKY, M.; RAFAELI, A.; GILEADI, C.; DEMCHENKO, N.; SHAAYA, E. Activation of octopaminergic receptors by essential oil constituents isolated from aromatic plants: Possible mode of action against insect pests. **Pest Management Science**. v. 58, p. 1101-1106, 2002.
- LACHMAN, J.; HAMOUZ, K.; ORSAK, M.; PIVEC, V. Potato glycoalkaloids and their significance in plant protection and human nutrition - Review. **Rostlinná Vyroba**. v. 47, p. 181-191, 2001.
- LI, S.G.; LI, M.Y.; HUANG, Y.Z.; HUA, R.M.; LIN, H.F.; GE, Y.J.; WEI, L.L.; LIU, Z.Q. Fumigant activity of *Illicium verum* fruit extracts and their effects on the acetylcholinesterase and glutathione S -transferase activities in adult *Sitophilus zeamais*. **Journal of Pest Science**. v. 86, p. 677-683, 2013.
- LIMA, J.K.A.; ALBUQUERQUE, E.L.D.; SANTOS, A.C.C.; OLIVEIRA, A.P.; ARAUJO, A.P.A.; BLANK, A.F.; ARRIGONI-BLANK, M.F.; ALVES, P.B.; SANTOS, D.A.; BACCI, L. Biototoxicity of some plant essential oils against the termite *Nasutitermes corniger* (Isoptera: Termitidae). **Industrial Crops and Products**. v. 47, p. 246-251, 2013.
- LOECK, A.E. Pragas de produtos armazenados. Pelotas: **EGUFPEL**, p. 113, 2002.
- LORINI, I. Controle integrado de pragas de grãos armazenados. Passo Fundo: **EMBRAPA/CNPT**. p. 52, 1998.
- LOVATTO, P.P.; VOOS, J.G.; STROHSCHOEN, E.; DALLA COLLETTA, V.; LOBO, E.A. Desempenho de extratos aquosos de *Solanum fastigiatum* var. *acicularium* Dunal. (Solanaceae) no controle de *Brevicoryne brassicae* Linnaeus (Homoptera: Aphididae). **Revista Brasileira de Agroecologia**. v. 5, 2010.
- LUO, X. & PENG, J. & LI, Y. Recent advances in the study on capsaicinoids and capsinoids. **European Journal of Pharmacology**. v. 650, p. 1-7, 2011.
- MÄNSSON, P. E.; SCHLYTER, F.; ERIKSSON, C.; SJÖDIN, K. Nonanoic acid, other alkanolic acids, and related compounds as antifeedants in *Hylobius abietis* pine weevils. **Entomologia Experimentalis et Applicata** v. 121, p. 191–201, 2006.

- MARTINEZ, L.C.; PLATA-RUEDA, A.; ZANUNCIO, J.C.; SERRAO, J.E. Bioactivity of six plant extracts on adults of *Demotispia neivai* (Coleoptera : Chrysomelidae). **Journal of insect science (Online)**. v. 15, 2015
- MCGEHEE, D.S., KRASOWSKI, M.D., FUNG, D.L., WILSON, B., GRONERT, G.A.; MOSS, J. Cholinesterase inhibition by potato glycoalkaloids slows mivacurium metabolism. **Anesthesiolog.** v. 93, p. 510–519, 2000.
- MENDES, S.S., BONFIM, R.R., JESUS, H.C.R., ALVES, P.B., BLANK, A.F., ESTEVAM, C.S., ANTONIOLLI, A.R.; THOMAZI, S.M.. Evaluation of the analgesic and anti-inflammatory effects of the essential oil of *Lippia gracilis* leaves. **Journal of Ethnopharmacol.** v. 129 p. 391-397, 2010.
- MOUND, L. **Common insect pests of stored food products**. 7th ed. London: British Museum Natural History. p. 68 (Economic Series, 15), 1989.
- NELDER, J.A. & WEDDERBURN, R.W.M. Generalized linear models. **Journal of the Royal Statistical Society**, v. 135, p. 370-384, 1972.
- NERIO, L. S. & VERBEL, J. O. & STASHENKO, E. Repellent activity of essential oils: A review. **Bioresource Technology**, v.101, p. 372-378, 2010.
- NIÑO, J.; HERNÁNDEZ, J. A.; CORREA, Y. M.; MOSQUERA, O. M. In vitro inhibition of acetylcholinesterase by crude plant extracts from Colombian flora. **Memorias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 101, p. 783-785. 2006.
- NUKENINE, E. N.; TOFEL, H. K.; ADLER, C. Comparative efficacy of NeemAzal and local botanicals derived from *Azadirachta indica* and *Plectranthus glandulosus* against *Sitophilus zeamais* on maize. **Journal of Pest Science**, v. 84, p. 479-486, 2011.
- PADÍN, S.B.; FUSE, C.; URRUTIA, M.I.; DAL BELLO, G.M. Toxicity and repellency of nine medicinal plants against *Tribolium castaneum* in stored wheat. **Bulletin of Insectology**, v. 66, p. 45-49, 2013.
- PAES, J.L.; FARONI, L.R.D.A.; DHINGRA, O.D.; CECON, P.R.; SILVA, T.A. Insecticidal fumigant action of mustard essential oil against *Sitophilus zeamais* in maize grains. **Crop Protection**, v. 34, p. 56-58, 2012.
- PAVELA R. Acute toxicity and synergistic and antagonistic effects of the aromatic compounds of some essential oils against *Culex quinquefasciatus* Say larvae. **Parasitology Research**, v. 114, p. 3835–3853. 2015.
- PAVELA, R. History, presence and perspective of using plant extracts as commercial botanical insecticides and farm products for protection against insects - a Review. **Plant Protection Science**. v. 52, p. 229-241, 2016.
- PEREIRA, A.C.R.L.; OLIVEIRA, J.V.; GONDIM JUNIOR, M.G.C.; CÂMARA, C.A.G. Atividade inseticida de sobre *Callosobruchus maculatus* (Fabr., 1775) (Coleoptera: Bruchidae) em grãos óleos essenciais e fixos de caupi [*Vigna unguiculata* (L.) Walp.]. **Ciência Agrotécnica**, v.32, p. 717-724, 2008.
- PICHERSKY, E.; GERSHENZON, J. The formation and function of plant volatiles: perfumes for pollinator attraction and defense. **Current Opinion in Plant Biology**, v. 5, p. 237-243, 2002.
- PINTO, F.D.C.L.; UCHOA, D.E.D.A.; SILVEIRA, E.R.; PESSOA, O.D.L.; BRAZ-FILHO, R.; SILVA, F.M.; THEODORO, P.N.E.T. & ESPINDOLA, L.S. Glicoalcaloides antifúngicos, flavonoides e outros constituintes químicos de *Solanum asperum*. **Química Nova**, Vol. 34, 284-288, 2011.
- R CORE TEAM. “R”: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2012.

- RAMESH, V. & ARIVUDAINAMBI, S. & PRABU, P.G. Determination of lethal concentration of tropical soda apple, *Solanum viarum* (Dunal.) against common cutworm, *Spodoptera litura* (Fabricius) (Lepdoptera: Noctuidae). **International Journal of Modern Research and Reviews**, v. 1, p. 44-49, 2013.
- RANI, P. U. Fumigant and contact toxic potential of essential oils from plant extracts against stored product pests. **Journal of Biopesticides**. v. 5, p. 120, 2012.
- RANI, P. U. & P. RAJASEKHARREDDY. Insecticidal activity of (2n-octylcycloprop-1- enyl)-octanoic acid (I) against three Coleopteran stored product insects from *Sterculia foetida* (L.). **Journal of Pest Science** v. 83, p. 273-279, 2010.
- REES, D.P. Coleoptera. In: SUBRAMANYAN, B.; HAGSTRUM, D.W. **Integrated management of insects in stored products**. New York: Marcel Dekker, p. 1-39, 1996.
- REGNAULT-ROGER, C. Botanicals in pest management. In D. P. Abrol & U. Shankar (Eds.), **Integrated pests management: Principles and practice**. Cambridge: CAB International. 2012.
- RIBEIRO, L.P.; VENDRAMIM, J.D.; ANDRADE, M.S.; BICALHO, K.U.; SILVA, M.F.G.F.; VIEIRA, P.C.; FERNANDES, J.B. Tropical Plant Extracts as Sources of Grain-Protectant Compounds Against *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). **Neotropical Entomology**. v.43, p. 470-482, 2014.
- ROEL, AR. Utilização de plantas com propriedades inseticidas: uma contribuição para o Desenvolvimento Rural Sustentável. **Revista Internacional de Desenvolvimento Local**, v. 1, p. 43-50, 2001.
- ROSSETTO, C.J. O complexo de *Sitophilus* spp. no Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v. 28, p. 127-148, 1969.
- SANTOS, J.P. Perdas causadas por insetos em grãos armazenados. In: SIMPÓSIO DE PROTEÇÃO DE GRÃOS ARMAZENADOS, 1., 1993, Passo Fundo. **Anais...** Passo Fundo: Embrapa/CNPT, p. 9-22, 1993.
- SANTOS, J.P. & FONTES, R.A. Armazenamento e controle de insetos no milho estocado na propriedade agrícola. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 14, p. 40-45, 1990.
- SILVA-AGUAYO, G.; GALLO, R.H.; VARGAS, M.T.; RUIZ, F.O.; BUSTOS, P.C.; FIGUEROA, G.B. Evaluación de boldo (*Peumus boldus* Molina) y cal para el control de *Sitophilus zeamais* Motschulsky. **Agrociencia**, v. 40, p. 219-228, 2006.
- SILVA, T. M. S.; CARVALHO, M.G.; BRAZ-FILHO, R.; AGRA, M.F. et al. Ocorrência de flavonas, flavonóis e seus glicosídeos em espécies do gênero *Solanum* (Solanaceae). **Química Nova**, v. 26, p. 517-522, 2003.
- SILVA, W.C.; RIBEIRO, J.D.; SOUZA, H.E.M.; CORRÊA, R.S. Atividade inseticida de *Piper aduncum* L. (Piperaceae) sobre *Aetalion* sp. (Hemiptera: Aetalionidae), praga de importância econômica no Amazonas. **Acta Amazonica**, v. 37, p. 293-298, 2007.
- SIMAS, N.K.; LIMA, E.C.; CONCEIÇÃO, S.R.; KUSTER, R.M.; OLIVEIRA FILHO, A.M. Produtos naturais para o controle da transmissão da dengue - Atividade larvicida de *Myroxylon balsamum* (óleo vermelho) e de terpenóides e fenilpropanóides. **Química Nova**, v. 27, p. 46-49, 2004.
- SOUSA, G. DE; CONTE, H. Midgut morphophysiology in *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855 (Coleoptera: Curculionidae). **Micron**, v. 51, p. 1-8, 2013.
- SULEIMAN, R. et al. Is flint corn naturally resistant to *Sitophilus zeamais* infestation? **Journal of Stored Products Research**, v. 60, p. 19-24, 2015.

- SRIVASTAVA, M. & L. GUPTA. Effect of formulations of *Solanum surratense* (Family: Solanaceae) an Indian desert plant on oviposition by the pulse beetle *Callosobruchus chinensis* Linn. **African Journal of Agricultural Research**. v. 2, p. 552-554, 2007.
- TARMADI, D. & HIMMI, S.K. & YUSUF, S. Termiticidal activity of an extract of *Brugmansia candida* leaves against a subterranean termite *Copotermes gestroi* Wasmann and a drywood termite *Cryptotermes cynocephalus* Light. **Proceedings of the 10th Pacific-Termite Research Group Conference**, 2014.
- TAVEIRA, M.; SOUSA, C.; VALENTÃO, P.; FERRERES, F.; TEIXEIRA, J. P.; ANDRADE, P. B. Neuroprotective effect of steroidal alkaloids on glutamate-induced toxicity by preserving mitochondrial membrane potential and reducing oxidative stress. **Journal of Steroid Biochemistry and Molecular Biology**. v. 140, p. 106-115, 2014.
- VENTRELLA, E.; ADAMSKI, Z.; CHUDZINSKA, E.; MIADOWICZ-KOBIELSKA, M.; BÜYÜKGÜZEL, E.; MARCINIAK, P.; BÜYÜKGÜZEL, K.; ERDEM, M.; FALABELLA, P.; SCRANO, L.; BUFO, S.A. *Solanum tuberosum* and *Lycopersicon esculentum* leaf extracts and single metabolites affect development and reproduction of *Drosophila melanogaster*. **PLoS ONE**, p. 1-16, 2016.
- WEI, L.; HUA, R.; LI, M.; HUANG, Y.; LI, S.; HE, Y.; SHEN, Z. Chemical Composition and biological activity of star anise *Illicium verum* extracts against maize weevil, *Sitophilus zeamais* adults. **Journal of Insect Science**, v. 14, p. 1-13, jun. 2014.
- ZAPPATA, N.; BUDIA, F.; VIÑUELA, E.; MEDINA, P. Insecticidal effects of various concentrations of selected extractions of *Cestrum parqui* on adult and immature *Ceratitis capitata*. **Journal of Economic Entomology**, v. 99, p. 359-365, 2006.

ANEXOS

Figura 1. Cromatograma BSHex1-F1 de extratos de folhas de *B. suaveolens*.

Figura 2. Cromatograma BSHex1-F2 de extratos de folhas de *B. suaveolens*.

Figura 3. Cromatograma BSHex1-F5 de extratos de folhas de *B. suaveolens*.

Figura 4. Esquema de fracionamentos bioguiados químicos do extrato etanólico de *B. suaveolens* usando *S. zeamais* como bioindicador. Em verde: procedimento químico. Em vermelho: bioatividade observada.