Tatiana Marino Ibelli
Engenheira Agrônoma

**Resíduos de bifentrina em grãos de trigo e alguns de seus produtos processados,
toxicidade e sua ação residual sobre *Sitophilus oryzae*
(L., 1763), *Sitophilus zeamais* Motsch., 1855 (Coleoptera: Curculionidae)**

Orientador:

Prof. Dr. GILBERTO CASADEI DE BAPTISTA

.....

**Dissertação apresentada para a obtenção do título
de Mestre em Ciências: Área de concentração:
Entomologia**

Piracicaba

2007

IBELLI, T. M. Resíduos do bifentrina em grãos de trigo e alguns de seus produtos processados, toxicidade e sua ação residual sobre *Sitophilus oryzae* (L., 1763), *Sitophilus zeamais* Motsch., 1855 (Coleoptera: Curculionidae). Piracicaba, 2007. 55p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo.

Página	Tabela	Onde se lê	Leia-se
30	1	Tabela 1 – Porcentagens (%) de recuperação de bifentrina em grãos de trigo e em seus produtos processados (validação do método analítico).	Substitua por tabela abaixo.

Tabela 1 - Porcentagens (%) de recuperação de bifentrina em grãos de trigo e seus produtos processados (validação do método analítico).

Substrato	Nível de fortificação mg.kg-1	Porcentagem de recuperação			Média m ± dp
		Repetições			
		I	II	III	
Grão	0,05	83,0	85,6	87,1	85,2 ± 2,1
	0,5	94,5	93,0	93,4	93,6 ± 0,8
	1,0	103,2	89,2	93,4	95,3 ± 7,2
Farinha	0,05	70,8	72,0	73,9	72,2 ± 1,6
	0,5	96,7	97,7	98,9	97,8 ± 1,1
	1,0	90,4	95,0	95,1	93,5 ± 2,7
Farelo	0,05	86,0	86,2	86,6	86,3 ± 0,3
	0,5	96,7	96,2	98,1	97,0 ± 1,0
	1,0	112,0	113,5	114,5	113,3 ± 1,3

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
DIVISÃO DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO - ESALQ/USP

Ibelli, Tatiana Marino

Resíduos de bifentrina em grãos de trigo e alguns de seus produtos processados, toxicidade e sua ação residual sobre *Sitophilus oryzae* (L., 1763), *Sitophilus zeamais* Motsch., 1855 (Coleoptera: Curculionidae) / Tatiana Marino Ibelli. - - Piracicaba, 2007. 55 p. : il.

Dissertação (Mestrado) - - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, 2007.
Bibliografia.

1. Armazenamento agrícola 2. Controle químico 3. Cromatografia 4. Gorgulhos 5. Grãos
6. Inseticidas piretróides 7. Trigo I. Título

CDD 633.11

“Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte – O autor”

Aos meus amados pais,

Lauriberto Bianco Ibelli e

Sandra Mirian Marino Ibelli,

pelo apoio, incentivo, ensinamentos, dedicação e amor;

Ao meu querido irmão,

Leonardo Marino Ibelli, pelo carinho e amizade;

E a todos os meus familiares e amigos;

OFEREÇO e AGRADEÇO

Ao meu marido, amor,

companheiro e amigo,

Renan Oliveira Teixeira

DEDICO

AGRADECIMENTOS

À Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” pela oportunidade concedida para a realização dos estudos de mestrado.

À Deus, pela vida;

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de estudos.

Ao Dr. Luiz Roberto Pimentel Trevizan, pela ajuda e apoio durante o trabalho.

Ao Prof. Dr. Gilberto Casadei de Baptista, pela orientação e pelo conhecimento transmitido durante todo o transcorrer deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Casimiro Dias Gadanha Junior pelo apoio e incentivo para realização de uma etapa deste trabalho no Laboratório para Avaliação de Sistemas para Aplicação de Produtos Fitossanitários da ESALQ/USP.

Às minhas amigas Kiki e Fer, pela amizade, companheirismo, pelo auxílio constante e conselhos ;

Ao meu amigo e exemplo a ser seguido, Dr. Javier Alberto Vasquez – Castro pelos ensinamentos, amizade, paciência e dedicação;

Ao Departamento de Entomologia, Fitopatologia e Zoologia Agrícola da ESALQ/USP, pela oportunidade de realizar o curso de mestrado;

Aos professores Departamento de Entomologia, Fitopatologia e Zoologia Agrícola da ESALQ/USP, pelos ensinamentos transmitidos;

Aos colegas do Departamento de Entomologia, Fitopatologia e Zoologia Agrícola da ESALQ/USP, pela cooperação;

À Aline Caetano, Fabiana Cerri, Carlos Eduardo Longatti pela amizade e importante ajuda durante o transcorrer do trabalho;

Aos amigos do LARP/USP, pela convivência;

Ao Dr. Arlei Coldebella, pela orientação e apoio nas análises estatísticas.

À Helena Pescarin Chamma do Laboratório de Sementes do Departamento de Produção Vegetal, ESALQ/USP, pela orientação e apoio nas determinações de umidades dos grãos;

À Cargill Agrícola S.A., pela colaboração no processamento do trigo .

Às bibliotecárias, Eliana M. Garcia, Sílvia. M. Zinsly e Kátia M. de A. Ferraz, pelo auxílio na correção das normas para elaboração da presente dissertação.

SUMÁRIO

RESUMO.....	08
ABSTRACT.....	09
LISTA DE FIGURAS.....	10
LISTA DE TABELAS.....	11
1 INTRODUÇÃO.....	12
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1 Controle de pragas em grãos armazenados.....	16
2.2 Resíduos de inseticidas em grãos armazenados e em seus produtos processados.....	18
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	21
3.1 Limites de quantificação, porcentagens de recuperação (validação do método) e descrição do método de análises de resíduos.....	21
3.1.1 Métodos de análises de resíduos de bifentrina em grãos de trigo e em seus produtos processados.....	21
3.2 Processamento dos grãos.....	22
3.3 Experimento de degradação e persistência.....	22
3.3.1 Tratamento dos grãos.....	22
3.4 Atividade residual de bifentrina aos adultos de <i>Sitophilus zeamais</i> e <i>Sitophilus oryzae</i> em trigo armazenado.....	25
3.4.1 Criação de <i>S. zeamais</i> e <i>S. oryzae</i>	25
3.4.2 Tratamento dos grãos.....	26
3.4.3 Bioensaios.....	27
3.5 Análise estatística.....	27
3.5.1 Experimento de degradação e persistência.....	27
3.5.2 Atividade residual de bifentrina aos adultos de <i>Sitophilus zeamais</i> e <i>Sitophilus oryzae</i> em trigo armazenado.....	28
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	29
4.1 Limites de quantificação, porcentagens de recuperação e validação do método.....	29

4.2 Resíduos de bifentrina em grãos de trigo e em alguns de seus produtos processados.....	30
4.3 Efeito residual de bifentrina aos adultos de <i>Sitophilus zeamais</i> e <i>Sitophilus oryzae</i> em trigo armazenado.....	43
5 CONCLUSÕES.....	47
REFERÊNCIAS	48

RESUMO

Resíduos do bifentrina em grãos de trigo e alguns de seus produtos processados, toxicidade e sua ação residual sobre *Sitophilus oryzae* (L., 1763), *Sitophilus zeamais* Motsch., 1855 (Coleoptera: Curculionidae)

Uma grande parte da produção nacional de grãos é perdida anualmente devido ao ataque de pragas, correspondente a milhões de toneladas. No Brasil tem-se utilizado principalmente substâncias químicas para o controle dessas pragas. Em vista disso, este trabalho teve como objetivo estudar alguns aspectos sobre a proteção de grãos armazenados com o uso de inseticidas, entre eles: 1) os resíduos do inseticida bifentrina em grãos de trigo e em alguns de seus produtos processados e 2) a eficácia do inseticida no controle de *Sitophilus oryzae* (L.) e *Sitophilus zeamais* Motsch.. Para o tratamento dos grãos foi utilizado o bico hidráulico de jato duplo, modelo, DG 90015EVS. O sistema de aplicação foi calibrado de modo a se obter tratamento dos grãos na concentração teórica de 0,4 e/ou 0,8 mg.kg⁻¹ de bifentrina, tendo sido aplicado 5 litros de solução por tonelada de grão. No experimento de resíduos, amostras de grãos foram coletadas ao zero, 15, 30, 60, 90, 120 dias após o tratamento e as dos produtos processados foram obtidos nas mesmas datas. O método analítico consta da extração dos resíduos com ciclohexano/acetato de etila (1:1, v/v). A determinação quantitativa foi feita por técnica de cromatografia em fase gasosa, usando um cromatógrafo equipado com detector de captura de elétrons. O estudo de ação residual foi instalado aos 15, 30, 60, 90 e 120 dias após o tratamento dos grãos, ou até que não houvesse mais mortalidade nas parcelas. Os resíduos de bifentrina em grãos de trigo concentraram-se em maior quantidade no farelo e em menores na farinha. A bifentrina foi eficiente no controle de *S. zeamais* tanto na concentração de 0,4 mg.kg⁻¹ como na concentração de 0,8 mg.kg⁻¹, durante todo o período de observação e ineficiente no controle de *S. oryzae* desde 60 dias após o início do experimento até o final do período de observação.

Palavras-chave: Produtos armazenados; Degradação de inseticidas; Cromatografia; Piretróide; Susceptibilidade

ABSTRACT

Bifenthrin residues in wheat grain and in some of their processed products, and its residual action on *Sitophilus oryzae* (L., 1763), *Sitophilus zeamais* Motsch., 1855 (Coleoptera: Curculionidae)

A great part of national production of stored grains is annually lost by the attack of pests, corresponding to millions of tons. In Brazil, chemical substances have mainly been used for pest control. In order to this, this work had as objective to study some aspects of the protection of stored grains with use of insecticides, among which are the following: 1) bifenthrin residues in wheat grains and some of their processed products, and 2) insecticide effectiveness in the control of *Sitophilus oryzae* (L.) and, *Sitophilus zeamais* Motsch.. Grain treatment was accomplished by using a twin jet, model DG 90015EVS hydraulic nozzle. The application system was calibrated to provide grain treatment at theoretical concentrations of 0,4 and/or 0,8 mg kg⁻¹ bifenthrin, which was applied at the dosage of 5 liters of solution/ton of the grain. In the residue experiments, grain samples were collected at zero, 15, 30, 60, 90, 120 days after treatment, and from the processed products were obtained at the same dates. The samples were analyzed for residues of bifenthrin using a residue method based on extraction with ciclohexane/ethyl acetate (1:1, v:v) solution. Residue determination was done by the gas chromatography technique using electron capture detector. The study of residual action was installed at 15, 30, 60, 90 and 120 days after grain treatment, or until mortality ceased in the plots. The bifenthrin residues in wheat grain were concentrated at higher amounts in the bran and at smaller in the flour. The bifenthrin was efficient in the control of *S. zeamais* at both concentrations of 0,4 and 0,8 mg.kg⁻¹, during all the period of observation. The insecticide was inefficient in the *S.oryzae* control since 60 days after the beginning of the experiment until the end of the observation.

Keywords: Stored products; Insecticide degradation; Chromatography; Pyrethroid; Susceptibility

LISTA DE FIGURAS

Figura1 - Imagem do momento da aplicação do inseticida sobre os grãos de trigo.....	25
Figura 2 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de 0,4 mg.kg ⁻¹ em grãos de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.....	32
Figura 3- Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de 0,8 mg.kg ⁻¹ em grãos de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.....	33
Figura 4 – Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de 0,4 mg.kg ⁻¹ em farinha de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.....	34
Figura 5 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de 0,8 mg.kg ⁻¹ em farinha de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.....	35
Figura 6 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de 0,4 mg.kg ⁻¹ em farelo de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.....	36
Figura 7 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de 0,8 mg.kg ⁻¹ em farelo de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.....	37
Figura 8 - Porcentagens de mortalidade médias em função do tempo após o tratamento, da espécie e da concentração da bifentrina.....	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Porcentagens (%) de recuperação de bifentrina em grãos de trigo e seus produtos processados (validação do método analítico).....	29
Tabela 2 - Resíduo inicial de bifentrina para cada substrato, estimativas do parâmetro β da reta de degradação e da meia vida do princípio ativo com base nesse parâmetro.....	31
Tabela 3 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados.....	38
Tabela 4 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados.....	39
Tabela 5 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados agrupados por períodos.....	40
Tabela 6 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados agrupados por períodos.....	41
Tabela 7 - Análise da deviance para o modelo binomial.....	44

1 INTRODUÇÃO

O trigo ocupa o primeiro lugar em volume de produção mundial. No Brasil, a produção anual oscila entre 5 e 6 milhões de toneladas. O consumo anual de cereais no país tem se mantido em torno de 10 milhões de toneladas (EMBRAPA, 2007). A produção de trigo brasileira correspondente à safra de 2006/2007 foi de 2,2 milhões de toneladas (CONAB, 2007). A massa de grãos, quando armazenada, comporta-se como um ecossistema em que a deterioração é o resultado da interação de fatores bióticos e abióticos (POMERANZ, 1992). Entre os fatores bióticos, os insetos das ordens Coleoptera (carunchos) causam os maiores prejuízos econômicos (FARONI; SILVA 2000). Estima-se que 10% da produção nacional de grãos de trigo é perdida anualmente devido ao ataque de pragas, o que corresponde aproximadamente a 7 milhões de toneladas (RIGITANO, 1979). Em vista deste fato, todos os esforços concentrados no aumento da produção de grãos podem não dar resultados, se não houver uma melhoria nas condições de armazenamento e controle das pragas desses produtos (FONTES, ALMEIDA FILHO; ARTHUR, 2003). Sendo assim, faz-se necessária a utilização de um método de controle eficiente para combater os insetos-praga, que acarretam grandes perdas de produção.

O uso de inseticidas para a prevenção e controle de insetos em produtos armazenados é o método mais fácil, rápido e econômico (WHITE; LEESCH, 1996) e, atualmente, é a principal estratégia no campo e nas unidades armazenadoras para o controle e/ou a prevenção de pragas agrícolas (CALDASA; SOUZA, 2000; EVANS, 1985; WHITE; LEESCH, 1996). O Brasil é o quarto maior mercado consumidor de agrotóxicos no mundo e o oitavo em uso por área cultivada. Até dezembro de 1999, 322 ingredientes ativos tiveram seu uso agrícola aprovado no País, com quase 2000 produtos registrados, os quais incluem inseticidas, fungicidas, herbicidas, acaricidas, entre outros (CALDASA; SOUZA, 2000).

No entanto, a degradação dos agrotóxicos começa tão logo eles sejam preparados para sua aplicação; a degradação pode ocorrer devido às interações químicas entre as moléculas do composto e a água (ARTHUR; THRONE; SIMONAITIS, 1992; WINTERSTEEN; FOSTER, 1992; WHITE; LEESCH, 1996). Além desse fator,

geralmente são encontrados depósitos inferiores e grandes variações com relação à dosagem teórica do inseticida (VARDELL et al., 1973; ROWLANDS, 1975; DESMARCHELIER et al., 1987; REDLINGER et al., 1988; WHITE; SINHA, 1990; ACDA et al., 1994).

No armazenamento da produção podem ocorrer perdas físicas e perdas na redução da qualidade do produto. As perdas físicas expressam-se pela redução do peso dos estoques, principalmente em razão do ataque de insetos (IBGE, 2007). As pragas são as maiores causadoras de perdas físicas, além de serem responsáveis pela perda na qualidade dos grãos e dos subprodutos, no momento que são destinados à comercialização e ao consumo. As espécies mais importantes por causarem os maiores danos e justificarem a maior parte do controle preventivo são o besourinho dos cereais (*Rhyzopertha dominica*) que ataca trigo e arroz; os gorgulhos (*Sitophilus oryzae* e *S. zeamais*) que atacam milho, trigo e arroz; e *Cryptolestes ferrugineus* (Coleoptera: Cucujidae), *Oryzaephilus surinamensis* (L.) (Coleoptera: Silvanidae) e *Tribolium castaneum* (HERBST., 1797) (Coleoptera: Tenebrionidae), que atacam todos os tipos de grão (LORINI, 1999). A presença de *Sitophilus zeamais* ocasiona prejuízos pela redução severa de peso, depreciação do valor comercial do produto e redução de seu valor nutricional, atuando como agente disseminador de fungos, favorecendo a deterioração do produto armazenado (POTENZA et al., 2004). Por causarem perdas consideráveis na qualidade e na quantidade de grãos armazenados, alguns inseticidas estão sendo utilizados no controle dessas pragas em escala global e dentre estes, destacam-se: malation, diclorvós, pirimifós metil, clorpirifós metil, fenitrothion, fosfina, bioresmetrina, fenvalarato, deltametrina, bifentrina e dibrometo de etileno (REDDY; GOPALA; SWAMY, 2006)

No Brasil, segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (2007), são usados principalmente fenitrothion, deltametrina, bifentrina, pirimifós metil e fosfina no tratamento de grãos de trigo. A bifentrina tem sido usada em vários países, particularmente em combinação com outros protetores de grãos (CHEN et al., 1999; WILKIN et al., 1999; DAGLISH; WALLBANK; NAYAK, 2003)

No entanto, existem poucos produtos registrados para o controle de insetos-praga de grãos armazenados, pois deles são exigidos uma série de vantagens e padrões de

segurança (WATTERS; WHITE; COTÉ, 1983; LETHBRIDGE, 1989; HAGSTRUM; FLINN, 1996). O uso contínuo de inseticidas pode causar alguns problemas, como a persistência dos mesmos na forma de resíduos tóxicos nos grãos tratados, cujo consumo representa risco potencial à saúde do homem e de animais (RIGITANO, 1979).

Desse modo, é necessário o controle da quantidade de resíduos presentes nos alimentos, e esse controle tem como base o estabelecimento de parâmetros tecnológicos, tais como os limites máximos de resíduos (LMRs) e intervalos de segurança e períodos de carência para os diversos pesticidas nos diferentes substratos (matrizes). Resíduos de inseticidas podem ser encontrados não apenas nos grãos armazenados, mas também em seus produtos processados, podendo ocorrer concentração ou diminuição desses resíduos em relação ao grão inteiro (BARBOSA, 2004). Dessa forma, as mudanças nos níveis de resíduos que ocorrem durante o processamento dos grãos devem ser consideradas para o estabelecimento dos LMRs e períodos de carência para cada substrato (VASQUEZ, 2006). Os critérios para estabelecer os LMRs estão relacionados ao valor da IDA (ingestão diária aceitável), que não pode ser ultrapassado e a aplicação do produto segundo a boa prática agrícola, a qual nunca deve ser negligenciada. Em produtos agrícolas, esses resíduos dependem da deposição inicial do pesticida na cultura bem como da velocidade de desaparecimento do produto e de seus metabólitos desde a sua aplicação até a colheita. A ocorrência de resíduos de inseticidas nos produtos armazenados, após o tratamento para proteção contra o ataque de pragas é devida a vários fatores, dentre os quais destacam-se a inadequada estrutura armazenadora, que em sua maioria é composta por armazéns graneleiros de grande capacidade estática, com sistema deficiente ou inexistente de controle de temperatura, e a ausência quase total do sistema de aeração. Assim, uma vez tratados, os grãos permanecem armazenados até a retirada para consumo, não havendo um efetivo monitoramento da massa de grãos para verificar a temperatura, umidade e presença de insetos, situações que podem acarretar num aumento da quantidade de resíduos presente no grão (SOCIEDADE NACIONAL DE AGRICULTURA, 2006).

Em vista destes problemas, é necessário o desenvolvimento de pesquisas para avaliar os níveis de resíduos presentes nos grãos e em seus produtos processados, associados aos problemas impostos pelas unidades armazenadoras.

Dentre os inseticidas piretróides de uso autorizado para tratamento de grãos armazenados, citam-se a deltametrina, bifentrina e esfenvalerato.

Este trabalho tem como objetivo estudar a degradação e persistência da bifentrina em grãos de trigo, cuja recomendação agronômica é de 16 ml/ton para controle de pragas do armazenamento. Além do grão, também foram avaliados resíduos do inseticida em farinha branca e farelo, além de sua ação tóxica sobre as espécies de carunchos *S. oyzae* e *S. zeamais* em trigo armazenado.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS ARMAZENADOS

No Brasil, em função das condições de armazenamento no meio rural e de condições climáticas favoráveis ao crescimento da população de pragas, as perdas podem atingir até 30% da produção total de grãos (ALMEIDA, 1989). De acordo com um levantamento feito por amostragem, em milho armazenado em espigas, em Minas Gerais (SANTOS, FONTES, FERRARRI, 1983), foi verificado que entre a colheita (maio/junho) e os meses de agosto, novembro e março do ano seguinte, o índice de danos (grãos carunchados) causados pelos insetos ao milho estocado em paiol atingiu 17,3%, 36,4% e 44,5%, respectivamente. A esses índices de carunchamento corresponderam reduções no peso de 3,1%, 10,4% e 14,3%, respectivamente aos meses de agosto, novembro e março.

Em razão dos problemas causados pelos insetos nos armazéns, tem-se usado principalmente substâncias químicas para controlar estas pragas e para preservação das colheitas e produtos armazenados (TREVIZAN, 2000). E em vista disso, a tecnologia utilizada para a preservação dos grãos nos armazéns encontra nas pragas um dos seus principais problemas a serem controlados, para a manutenção da qualidade dos grãos e de seus produtos. Em face disto, inúmeras pesquisas com inseticidas tem sido desenvolvidas mundialmente neste campo (SGARBIERO, 2002).

Diversos organofosforados e piretróides sintéticos sinergizados foram utilizados por Bengston et al. (1983). Os autores obtiveram proteção por nove meses em grãos de trigo contra *Sitophilus oryzae* e *R. dominica*. Os tratamentos usados foram deltametrina + butóxido de piperonila (PBO) (2 + 8 mg.kg⁻¹); fenitrothion + fenvalerato + PBO (12 + 1 + 8 mg.kg⁻¹) e pirimifós-metil + permetrina + PBO (4 + 1 + 8 mg.kg⁻¹).

Duguet e Quan (1990), demonstraram que deltametrina (0,5 mg.kg⁻¹ + 5,0 mg.kg⁻¹ de BPO – butóxido de piperonila) protegeu o arroz contra *Rhyzopertha dominica* (Fabr., 1792), *S. oryzae* e *S. zeamais* durante 120 dias. A mistura de deltametrina com PBO na dosagem de 0,05 mg.kg⁻¹, estudada por Korunic e Hamel-Koren (1985), foi considerada altamente eficiente contra os gorgulhos de *S. oryzae*, *S. granarius* e *R. dominica* por

168 dias. Pirimifós-metil a 4 mg.kg^{-1} protegeu os grãos armazenados no mesmo período contra os gorgulhos. Em relação à *R. dominica*, o inseticida foi eficiente até 28 dias, com decréscimo da eficiência aos 56 dias e inativo aos 84 dias.

LaHue (1975) com a aplicação de pirimifós metil nas dosagens de 5, 10 e 20 mg.kg^{-1} em grãos de trigo e milho, relata que o tratamento controlou totalmente os adultos de *R. dominica* infestados nos grãos 24 horas e um mês após. A proteção dos grãos se estendeu por 3 meses, a despeito do nascimento da geração F1 nos tratamentos de 5 mg.kg^{-1} em milho e 5 e 10 mg.kg^{-1} em trigo.

Santos (2005) observou a grande eficiência da bifenthrina 2,5% CE, em comparação com outros produtos, para o controle de *Sitophilus zeamais*, como a deltametrina, que é um produto já registrado para o controle de pragas de grãos armazenados. O autor concluiu que a bifenthrina 2,5% CE foi eficiente, quando aplicada via líquida, visando à proteção e à preservação das qualidades do milho durante o período de armazenamento de 180 dias. Sua utilização garante o controle adequado da raça de *Sitophilus zeamais* sensível a piretróides por pelo menos até seis meses após o tratamento. Por outro lado, a associação da bifenthrina com o pirimifós metil assegura o combate de raça de *Sitophilus zeamais* eventualmente portadora de fatores genéticos que lhe conferem resistência a piretróides.

O controle de duas importantes pragas do trigo, de *S. oryzae* e *R. dominica*, foi estudada por Campos et al. (1991). Os seguintes tratamentos foram aplicados: deltametrina ($0,35$ e $0,70 \text{ mg.kg}^{-1}$), malation (20 mg.kg^{-1}), pirimifós-metil (4 e 8 mg.kg^{-1}), fenitrotion (5 e 10 mg.kg^{-1}) e as misturas de deltametrina + malation ($0,35$ e 20 mg.kg^{-1}), deltametrina + pirimifós-metil ($0,35$ e 4 mg.kg^{-1}) e deltametrina + fenitrotion ($0,35$ e $5,0 \text{ mg.kg}^{-1}$) e testemunha. Decorridos 180 dias da aplicação, concluíram que os fosforados foram eficientes no controle de *S. oryzae* e o piretróide no de *R. dominica*.

Alleoni e Baptista (2002) estudaram o efeito da deltametrina, malation e pirimifós-metil no controle de *R. dominica* em grãos de milho armazenados durante seis meses. Os autores obtiveram bons resultados com o piretróide deltametrina; já os organofosforados malation e pirimifós-metil foram ineficazes no controle da praga.

Bareth & Gupta (1989), testaram inseticidas no controle de *R. dominica*, concluindo que deltametrina a 2 mg.kg^{-1} mostrou a melhor eficácia contra este inseto, seguido por fenitrothion a 20 mg.kg^{-1} .

Schroter et al (1991) compararam as dosagens de 0,25; 0,50; 0,75 e $1,0 \text{ mg.kg}^{-1}$ de deltametrina com $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ de pirimifós metil, no controle de *R.dominica* em grãos de trigo infestados uma semana antes da aplicação, quando foram retirados os adultos. Deltametrina foi mais eficiente até 390 dias com mortalidades superiores a 96,2%. Pirimifós metil permitiu sobrevivência da progênie da praga com 0,8 a 1,8 inseto por parcela de 40 cm^3 de grãos aos 60 e 90 dias após o tratamento, respectivamente.

Daglish; Eelkema; Harrison (1996) obtiram zero de mortalidade de *S. oryzae* em grãos de arroz tratados com fenitrothion ou deltametrina, mas a mistura de ambos foi eficiente no controle dessa praga, demonstrando assim, efeito sinergista entre ambos inseticidas.

Segundo Bitran et al (1983) e Bitran et al (1984), o fenvalerato foi eficiente no controle de *S. zeamais* quando sinergizado com butóxido de piperonila e a mistura de fenitrothion + fenvalerato + butóxido de piperonila foi eficiente no controle de várias linhagens de *S. oryzae* e *R. dominica* em trigo armazenado.

Rezende et al (1984) trataram 10.000 toneladas de grãos de trigo em armazém da CEAGESP em Palmital/SP, com $0,35 \text{ mg.kg}^{-1}$ de deltametrina e infestaram amostras dos grãos tratados com *Sitophilus* spp., *R. dominica* e *Tribolium* spp., que foram acondicionados em gaiolas. A mortalidade foi avaliada mensalmente até 180 dias após a aplicação, quando obtiveram controle de 80% para *Sitophilus* spp. e 95% de *R.dominica* e *Tribolium* spp.

2.2 Resíduos de inseticidas em grãos armazenados e em seus produtos processados

Para o controle de pragas de grãos armazenados são utilizados inseticidas e em vista disso, deve-se atentar para seu uso inadequado, levando em consideração as normas relacionadas com os resíduos dos mesmos nos grãos. Através dessas normas são estabelecidos os LMRs, que determinam a quantidade máxima de resíduos que

pode estar presente no alimento, bem como os intervalos de segurança variáveis para o consumo, de acordo com o inseticida empregado e o tipo de grão ou produto em questão.

Vasquez (2006) relata que os resíduos de esfenvalerato encontrados nos grãos de milho, bem como nos de trigo, tratados com a dosagem intencional de $0,5 \text{ mg.kg}^{-1}$, mostraram-se, obviamente, bem menores do que o LMR estabelecido pela legislação brasileira, de 1 mg.kg^{-1} , para grãos armazenados. A indicação agrônômica ($0,5 \text{ mg.kg}^{-1}$) comparada ao LMR (1 mg.kg^{-1}), a princípio, permite o consumo dos grãos logo após o tratamento; isto indica que a legislação pertinente necessita ser coerentemente adequada ao uso do inseticida em grãos armazenados. A mesma problemática foi aventada por Trevizan; Baptista (2000) em relação à deltametrina e Sgarbiero (2002) em relação ao pirimifós-metil.

Resíduos de inseticidas podem ser encontrados não apenas nos grãos armazenados, mas também em seus produtos processados, podendo ocorrer concentração ou diminuição desses resíduos em relação ao grão inteiro (BARBOSA, 2004). Trevisan e Baptista (2000) avaliaram a degradação/persistência da deltametrina em grãos de trigo e em seus produtos processados (farelo, farinha branca, farinha integral e pão). Os grãos foram tratados de modo a alcançar a concentração teórica de $0,35 \text{ mg.kg}^{-1}$ do inseticida e as amostras tomadas de zero, 15, 30, 60, e 90 dias após a aplicação. Houve uma tendência de concentração do piretróide no farelo de trigo e um menor acúmulo nas farinhas além de perda do inseticida após o processo de cozimento do pão. Jermannaud e Pochon (1994) relataram sendo 2,6 a 5,3 vezes a concentração de deltametrina no farelo, 0,84 na farinha integral e de $<0,04$ a $0,45$ na farinha branca.

Bengston et al. (1980) determinaram que resíduos de deltametrina, fenvalerato, permetrina e fenotrina são altamente persistentes em trigo armazenado, sendo de 91 semanas a meia-vida de deltametrina em grãos com 10 a 11% de umidade e armazenados à temperatura de 30°C e umidade relativa de 50%. Durante a moagem, os resíduos tendem a se acumular no farelo e muito pouco na farinha branca, não se observando redução dos níveis após a operação de cozimento. Ainda, Bengston et al. (1984), utilizaram deltametrina + PBO (2 e 8 mg.kg^{-1}) e pirimifós-metil + permetrina + PBO (6, 1 e 8 mg.kg^{-1}), respectivamente para o controle de pragas de grãos

armazenados de sorgo. Os resíduos encontrados nos grãos amostrados 0, 17 e 26 semanas após o tratamento foram 1,8; 1,5 e 1,0 mg.kg⁻¹ de deltametrina respectivamente, enquanto que estes apresentaram níveis 6,5; 4,2 e 3,5 mg.kg⁻¹ de pirimifós-metil nos mesmos períodos.

No Brasil, Alleoni (1995) tendo tratado milho com pirimifós metil (6 e 12 mg.kg⁻¹), malation (20 e 40 mg.kg⁻¹) e deltametrina (0,5 e 1,0 mg.kg⁻¹) e analisando resíduos desses inseticidas nos grãos mensalmente, durante 180 dias, relatou meias-vida de resíduos de 93, 109 e 107 dias, respectivamente.

Papadopoulou e Tomazou (1991) aplicaram permetrina (2 e 8 mg.kg⁻¹) e permetrina + PBO (2 + 2 mg.kg⁻¹) em grãos de trigo e suas frações moídas. Após 35 dias de armazenamento, aproximadamente 75 – 80% dos resíduos foram encontrados no farelo; sendo que aos 427 dias após eles não foram encontrados na farinha tratada com 2 mg.kg⁻¹.

Afridi, Parveen e Masud (2001) observaram que, após 13 semanas de armazenamento, o trigo mantido a 25°C e 40°C perderam 31,6% e 59,3% do resíduo inicial do piretróide permetrina, respectivamente, e que após 26 semanas, a perda aumentou para 38,5% e 68%, respectivamente.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Limites de quantificação, porcentagens de recuperação e descrição do método de análises de resíduos

Para os estudos de limites de quantificação e porcentagens de recuperação dos resíduos de inseticidas nos grãos de trigo e alguns derivados, bem como a validação do método analítico, as amostras de grão, farinha e farelo de trigo foram fortificadas com os níveis de: 0,05, 0,5 e 1,0 mg.kg⁻¹, com três repetições para cada nível (nove amostras fortificadas para cada matriz) e as recuperações entre 70 – 120%, foram consideradas aceitáveis.

3.1.1 Métodos de análises de resíduos de bifentrina em grãos de trigo e em seus produtos processados

O método analítico foi adaptado de Vasquez (2006). Para a extração dos resíduos, 10 g da amostra homogeneizada, foi colocada em frascos Schott de 100 ml. Adicionou-se 50 ml de acetato de etila e 10 g de sulfato de sódio, sendo posteriormente, o conjunto agitado em mesa agitadora por 2 horas a 360 ciclos.min⁻¹. Após esta operação, os extratos foram centrifugados por 5 min a 2000 rpm para melhor separação da fase líquida dos materiais em suspensão. Foram transferidas alíquotas de 10 ml do sobrenadante, correspondente a 2 g da amostra original para tubos de ensaio de 12 ml sendo, em seguida, adicionados 50 µl de dodecano. Os extratos foram evaporados em Turbo-Vap LV, em banho-maria a 30°C, com auxílio de ar movente, previamente seco em filtro de sílica-gel dessecante azul.

Após a evaporação, o extrato foi ressuspensionado com 5 ml da mistura ciclohexano/acetato de etila (1:1, v/v), foram filtrados (filtro 0,2 µm), e colocados em *vials* no amostrador do cromatógrafo líquido.

A limpeza dos extratos foi feita através da técnica de cromatografia de permeação em gel (GPC). Posteriormente a limpeza, as alíquotas foram ressuspensionadas com 0,95

ml da mistura ciclohexano/acetato de etila (1:1, v/v) (a fortificação de $1,0 \text{ mg.kg}^{-1}$ foi ressuspensa em 1,95 ml).

Os extratos foram homogeneizados em Vortex e Ultrasom e colocados em *vials* para injeção no sistema cromatográfico.

As amostras foram analisadas por cromatografia em fase gasosa, usando-se cromatógrafo a gás, Thermo Quest, modelo Trace GC, equipado com detector de captura de elétrons (ECD, Ni 63) e coluna cromatográfica capilar Ohio Valley OV – 17 de 30 m de comprimento, diâmetro de 0,25 mm e 0,25 μm de espessura do filme com injeções feitas em modo “splitless with surge”. As condições de operação do cromatógrafo foram: temperatura da coluna = 100°C (partida); depois a 210°C (rampa de $20^{\circ}\text{C.min}^{-1}$), onde permaneceu por período de 4 min depois a 240°C (rampa de $30^{\circ}\text{C.min}^{-1}$), onde permaneceu por período de 5 min, e finalmente a 300°C (rampa de $30^{\circ}\text{C.min}^{-1}$), onde permaneceu por quatro minutos; temperatura do injetor = 230°C ; temperatura do detector = 320°C ; tempo de purga = 1 minuto; fluxo de gases (mL.min^{-1}): H_2 (arraste) = 1,2; N_2 (make up) = 45 e fluxo de purga = 65. Nestas condições, o tempo de retenção foi de 29 min. para bifentrina. Os resíduos foram calculados usando o software marca ChromQuest versão 4.1, a partir da comparação das áreas dos picos cromatográficos das amostras com as áreas dos picos cromatográficos dos padrões analíticos correspondentes.

3.2 Processamento dos grãos

O processamento dos grãos de trigo para a obtenção de farinha branca e farelo foi realizado no Laboratório de Controle de Qualidade da Cargill Alimentos, localizado no município de Tatuí, SP. Às amostras foi adicionada água suficiente para elevar a umidade dos grãos a 15,5%, sendo posteriormente processadas em moinho (marca Chopin, modelo CD 1), o qual forneceu a farinha e o farelo.

3.3 Experimento de degradação e persistência

3.3.1 Tratamento dos grãos

Com o objetivo de determinar a massa de grãos por unidade de superfície, o trigo foi espalhado em fina camada (sem a sobreposição dos grãos) sobre lona plástica branca, esta sobreposta em um tampo de vidro contendo uma luz incidente, totalizando uma área de 1 m². Foram realizadas imagens, as quais foram analisadas através de um sistema de análise de imagens computadorizado, Spring 4.3.2 (INPE, São Paulo, Brasil). Em função das análises, obteve-se um valor de 5 kg.m⁻² de grão de trigo.

Para o tratamento dos grãos foram realizados alguns estudos de tecnologia de aplicação de inseticidas, os quais foram conduzidos no Laboratório para Avaliação de Sistemas para Aplicação de Produtos Fitossanitários, do Departamento de Engenharia Rural da Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” (ESALQ/USP). As determinações dos depósitos do inseticida foram realizadas no Laboratório de Resíduos de Pesticidas e Análises Cromatográficas, do Departamento de Entomologia, Fitopatologia e Zoologia Agrícola da ESALQ/USP, em Piracicaba, SP, Brasil.

Para se determinar as propriedades físicas do líquido (tensão superficial e viscosidade), foi preparada uma calda do produto comercial Prostore[®] CE. A tensão superficial foi determinada pelo método da bureta, de acordo com a norma NBR 13241 para determinação da tensão superficial de agrotóxicos (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT, 1994). A viscosidade foi determinada em viscosímetro marca Brookfield, modelo LVDV – III Ultra à temperatura de 26°C.

Para a determinação da largura de faixa efetiva o bico DG 90015 foi montado em uma barra de pulverização e posicionado perpendicularmente a uma mesa de distribuição volumétrica transversal. O tempo de coleta foi estabelecido até que algumas das provetas alcançassem o volume de 230 ml.

Para a aplicação da calda inseticida foi construído um sistema móvel de aplicação, contendo a ponta de pulverização, manômetro, reservatório de CO₂ e reservatório do líquido aplicado (água ou calda) (VASQUEZ, 2006). A pressão de trabalho foi de 2,5 bar, a altura foi de 0,5 m, a qual foi determinada em função do coeficiente de variação, e a velocidade de deslocamento foi de 1,193 km.h⁻¹ para a concentração de 0,4 mg.kg⁻¹ e de 1,28 km.h⁻¹ para a concentração de 0,8 mg.kg⁻¹ de bifentrina. Os grãos de trigo

utilizados durante o experimento foram da cultivar BRS 208, desenvolvida pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA).

Para a aplicação do inseticida uma lona plástica foi posicionada entre os trilhos e sobre ela os grãos foram espalhados de maneira uniforme. A largura das faixas onde foram espalhados os grãos foram definidas a partir dos estudos de distribuição volumétrica transversal do bico para os líquidos testes previamente realizados. O inseticida foi aplicado de modo a produzir concentração teórica de 0,4 e 0,8 mg.kg⁻¹. O produto comercial utilizado foi o Prostore[®] CE (25g do i.a. bifentrina/litro).

Na aplicação, o sistema móvel foi deslocado sobre o material a ser tratado, sendo as características operacionais da ponta de pulverização as mesmas descritas anteriormente. A velocidade de deslocamento do sistema foi calculado com o objetivo de aplicar um volume de calda equivalente a 5 L.t⁻¹. Foram realizadas três repetições para cada tratamento e três repetições para a testemunha, para o qual foi adotado o mesmo procedimento, mas, sendo, neste caso, pulverizado apenas com água.

Os valores de temperatura e umidade relativa durante a pulverização flutuaram entre 16-18°C e 72-79%, respectivamente. Após a pulverização, os grãos foram acondicionados em sacos plásticos, os quais foram mantidos abertos e armazenados no laboratório sob condições não controladas.

Figura 1 - Imagem do momento da aplicação do inseticida sobre os grãos de trigo

3.4 Atividade residual de bifentrina aos adultos de *Sitophilus zeamais* e *Sitophilus oryzae* em trigo armazenado

3.4.1 Criação de *S. zeamais* e *S. oryzae*

Os adultos de *S. oryzae* e *S. zeamais* foram procedentes dos laboratórios de criação de insetos do Centro de Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo – CENA/USP, Piracicaba, SP e do Centro Nacional de Pesquisa de Milho e Sorgo – CNPMS/EMBRAPA, Sete Lagoas, MG, respectivamente. Essas espécies de insetos são consideradas de linhagens puras, pois foram criadas nesses laboratórios durante muito tempo na ausência de pressão seletiva por inseticidas. Ambas espécies foram trazidas para o setor de Toxicologia de Inseticidas do Departamento de Entomologia,

Fitopatologia e Zoologia Agrícola da Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” Piracicaba, SP e foram mantidos em potes de vidro de 30 cm de altura e 15 cm de diâmetro, contendo grãos de trigo ausentes de inseticida, em condições ambientes, até a instalação dos experimentos.

3.4.2 Tratamento dos grãos

Para o tratamento dos grãos foi utilizado o sistema móvel de aplicação citado anteriormente. Uma lona plástica foi posicionada entre os trilhos do sistema e sobre ela os grãos foram espalhados em fina camada (espessura de um grão). Foi utilizado o bico hidráulico de jato duplo modelo DG 90015 (Spraying Systems Co.). As condições de trabalho do bico foram: 2,5 bar de pressão e 0,5 m de altura. O sistema de aplicação foi calibrado de modo a se obter tratamento dos grãos na concentração teórica de 0,4 e 0,8 mg.kg⁻¹ do bifentrina. O produto comercial utilizado foi o Prostore[®] CE (25g do i.a. bifentrina/litro). O sistema móvel deslocou-se a velocidades de 1,193 km.h⁻¹ para a concentração de 0,4 mg.kg⁻¹ e de 1,28 km.h⁻¹ para a concentração de 0,8 mg.kg⁻¹ do bifentrina sobre os grãos de trigo. Já no tratamento testemunha foi adotado o mesmo procedimento, mas, sendo, neste caso, pulverizado apenas água. Foram realizadas três repetições para cada concentração. Os valores de temperatura e umidade relativa durante a pulverização flutuaram entre 15 e 19,1°C e 63 e 73,2%, respectivamente. Após a pulverização, os grãos foram acondicionados em sacos plásticos mantidos abertos e armazenados no laboratório sob condições não controladas. Durante o período de armazenamento, amostras de grãos foram levadas até o Setor de Sementes do Departamento de produção vegetal da ESALQ/USP para monitorar seu teor de água, mediante o método da estufa a 105 ± 3°C durante 24 horas, de acordo com as Regras para Análise de Sementes – RAS (BRASIL, 1992).

As amostras de grãos tratados com o inseticida nas duas concentrações teóricas de 0,4 e 0,8 mg.kg⁻¹ do bifentrina foram coletadas ao zero, 15, 30, 60, 90 e 120 dias após o tratamento e as amostras dos produtos processados foram obtidas nas mesmas datas. Após a coleta, as amostras foram armazenadas em câmara fria (-20 ± 5°C) até a extração e quantificação dos resíduos.

3.4.3 Bioensaios

Para os testes de eficácia, 40 g de grão foram dispostos em potes plásticos e infestados com 40 insetos adultos não sexados de *S.oryzae* e *S. zeamais*, com idades entre 10 e 20 dias. Após esta operação, os potes plásticos foram fechados com tecido (voil) e elástico e mantidos no laboratório sob condições não controladas. A avaliação da mortalidade foi feita 15 dias após a infestação, sendo considerados mortos os indivíduos imóveis, assim julgados incapazes de se locomoverem, mesmo quando instados por luz elétrica incandescente. Além das amostras de grãos retiradas aos 15 dias após a aplicação do produto, foram também retiradas amostras aos 30 dias após e, a partir desta em intervalos mensais até completar 180 dias, totalizando 7 avaliações, sendo o procedimento idêntico ao anterior, com respeito à infestação e à avaliação da mortalidade.

3.5 Análise estatística

3.5.1 Experimento de degradação e persistência

Para análise dos dados foi realizada análise de regressão linear, seguindo o modelo $y = \alpha + \beta x + e$, para cada inseticida e substrato. Nesse modelo y é o valor observado do resíduo do inseticida transformado em logaritmo natural, α é o logaritmo do valor inicial do inseticida, β é a constante de degradação, x é o tempo após a aplicação do inseticida e e é o erro aleatório, suposto independente e identicamente distribuído.

Em consequência desse modelo, a meia vida de cada inseticida em cada substrato foi estimada como:

$$\text{Meia vida} = -\frac{\text{Ln}(2)}{\hat{\beta}} = -\frac{0,693147}{\hat{\beta}}$$

A análise de regressão linear foi realizada através do procedimento GLM do SAS (1999).

3.5.2 Atividade residual de bifentrina aos adultos de *Sitophilus zeamais* e *Sitophilus oryzae* em trigo armazenado

Devido a resposta variável do experimento (número de insetos mortos em $n = 40$) ter distribuição binomial, os dados foram analisados através da regressão logística (DEMETRIO, 2001), usando-se o procedimento genmod do SAS (1999). A análise dos dados considerou os efeitos de espécie de praga, concentração de bifentrina, tempo após aplicação do inseticida e as interações de segunda ordem desses fatores.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Limites de quantificação, porcentagens de recuperação e descrição do método de análises de resíduos

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados obtidos nos estudos de fortificação de bifentrina em amostras de grãos de trigo e seus respectivos produtos processados.

A validação do método analítico foi satisfatória, pois as porcentagens de recuperação obtidas estão dentro dos níveis aceitáveis (70 – 120%). Na testemunha, não foi recuperado o inseticida, indicando que os substratos não oferecem interferentes que possam dificultar a resolução dos cromatogramas e que estavam livres de contaminação por esta molécula.

Os limites de quantificação para cada substrato podem variar dependendo da quantidade de impurezas, principalmente nos óleos contidos em cada substrato utilizado. Entretanto, no estudo, não houve diferença quanto aos limites de quantificação e recuperação nos diferentes substratos.

Tabela 1 - Porcentagens (%) de recuperação de bifentrina em grãos de trigo e seus produtos processados (validação do método analítico).

Substrato	Nível de fortificação mg.kg-1	Porcentagem de recuperação			Média m ± dp
		Repetições			
		I	II	III	
grão	0,05	83,0	85,6	87,1	87,4 ± 7,2
	0,5	94,5	93,0	93,4	123,2 ± 46,9
	1,0	103,2	89,2	93,4	97,5 ± 7,5
farinha	0,05	70,8	72,0	73,9	79,1 ±13,8
	0,5	96,7	97,7	98,9	125,2 ± 45,4
	1,0	90,4	95,0	95,1	123,7 ± 46,5
farelo	0,05	86,0	86,2	86,6	89,6 ± 6,8
	0,5	96,7	96,2	98,1	124,9 ± 45,7
	1,0	112,0	113,5	114,5	90,0 ± 46,7

4.2 Resíduos de bifentrina em grãos de trigo e em alguns de seus produtos processados

Nas Figuras de 2 a 7 são apresentados os valores observados e as retas ajustadas de cada concentração de bifentrina em cada substrato, enquanto na Tabela 2 são apresentados o valor residual inicial, a estimativa do parâmetro β , o nível descritivo de probabilidade do teste F da análise de regressão e o tempo estimado da meia vida do inseticida. O valor do resíduo inicial foi calculado como sendo o exponencial de $\hat{\alpha}$.

Observa-se, que apenas houve efeito significativo ($p < 0,05$) de regressão linear para a farinha de trigo, em ambas as concentrações de bifentrina. Sendo assim, só para esses dois casos foi possível calcular a meia vida do inseticida, as quais foi de 162 dias para a bifentrina ($0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$) e de 120 dias para a bifentrina ($0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$).

Esses resultados mostram que para os outros substratos não houve redução significativa ($p > 0,05$) do resíduo da bifentrina com passar do tempo, e que novos estudos deveriam ser conduzidos para determinar a meia vida desse inseticida nesses substratos englobando maior tempo de avaliação dos mesmos.

Finalmente, salienta-se que foi realizado teste para detecção de desvio de regressão e não houve efeito significativo ($p > 0,05$) em todas as situações.

Tabela 2 - Resíduo inicial de bifentrina para cada substrato, estimativas do parâmetro β da reta de degradação e da meia vida do princípio ativo com base nesse parâmetro.

Substrato	Resíduo inicial (mg.kg ⁻¹)	$-\hat{\beta} \times 10^3$	Regressão linear (Pr>F)	Meia vida (dias)	Intervalo de confiança (95%) da meia vida
bifentrina (0,4 mg.kg ⁻¹)					
farelo de trigo	0,290	-0,70	0,31520	-	-
farinha de trigo	0,233	4,27	0,00004	162	123 – 236
grão de trigo	0,270	0,31	0,62516	-	-
bifentrina (0,8 mg.kg ⁻¹)					
farelo de trigo	0,623	0,02	0,96926	-	-
farinha de trigo	0,529	5,76	<0,00001	120	92 – 173
grão de trigo	0,576	1,41	0,11537	-	-

Figura 2 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.

Figura 3 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo após a transformação logarítmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.

Figura 4 – Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em farinha de trigo após a transformação logarítmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.

Figura 5 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ em farinha de trigo após a transformação logarítmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.

Figura 6 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em farelo de trigo após a transformação logaritmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.

Figura 7 - Valores médios dos resíduos de bifentrina na concentração de $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ em farelo de trigo após a transformação logarítmica e reta ajustada em função do tempo após o tratamento dos grãos.

Os resíduos encontrados nos grãos de trigo foram bem menores do que a tolerância estabelecida pela legislação brasileira, de $0,6 \text{ mg.kg}^{-1}$, para grãos armazenados desse cereal (ANVISA, 2007). De acordo com os dados obtidos e com a dose utilizada, a priori, o consumo dos grãos poderia ser feito logo após o tratamento dos mesmos. Para os produtos processados não se tem dados quanto aos limites máximos de resíduos necessitando, para este fim, estudos mais profundos.

Os resultados obtidos das análises de grãos de trigo e seus produtos processados tratados com o inseticida bifentrina nas concentrações $0,4$ e $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ são apresentados nas Tabelas 3 a 6.

Tabela 3 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados.

Substrato	DAT	Repetições			Media $m \pm dp$	Índice de degradação
		I	II	III		
grão	0	0,26	0,38	0,31	$0,32 \pm 0,06$	
	15	0,24	0,23	0,23	$0,24 \pm 0,01$	1,33
	30	0,28	0,26	0,26	$0,27 \pm 0,01$	1,18
	60	0,22	0,26	0,25	$0,25 \pm 0,02$	1,28
	90	0,29	0,22	0,53	$0,35 \pm 0,16$	0,91
	120	0,30	0,27	0,56	$0,38 \pm 0,16$	0,84
farinha	0	0,21	0,26	0,25	$0,25 \pm 0,02$	
	15	0,23	0,24	0,30	$0,26 \pm 0,03$	0,96
	30	0,19	0,16	0,20	$0,19 \pm 0,02$	1,31
	60	0,14	0,17	0,19	$0,17 \pm 0,03$	1,47
	90	0,15	0,16	0,15	$0,16 \pm 0,00$	1,56
	120	0,13	0,18	0,13	$0,15 \pm 0,03$	1,66
farelo	0	0,40	0,35	0,26	$0,34 \pm 0,07$	
	15	0,29	0,29	0,26	$0,28 \pm 0,02$	1,21
	30	0,28	0,30	0,26	$0,29 \pm 0,02$	1,17
	60	0,34	0,29	0,29	$0,31 \pm 0,03$	1,09
	90	0,33	0,27	0,25	$0,28 \pm 0,04$	1,21
	120	0,34	0,30	0,41	$0,35 \pm 0,06$	0,97

DAT: Dias após o tratamento

Tabela 4 - Resíduos (mg.kg⁻¹) de bifentrina na concentração 0,8 mg.kg⁻¹ em grãos de trigo e em seus produtos processados.

Substrato	DAT	Repetições			Media m ± dp	Índice de degradação
		I	II	III		
grão	0	0,60	0,57	0,96	0,71 ± 0,21	
	15	0,56	0,56	0,48	0,54 ± 0,04	1,31
	30	0,56	0,46	0,47	0,50 ± 0,06	1,42
	60	0,45	0,50	0,51	0,49 ± 0,03	1,44
	90	0,52	0,4	0,27	0,40 ± 0,13	1,77
	120	0,55	0,25	0,52	0,44 ± 0,17	1,61
farinha	0	0,68	0,59	0,54	0,61 ± 0,07	
	15	0,42	0,41	0,39	0,41 ± 0,02	1,48
	30	0,38	0,34	0,40	0,4 ± 0,01	1,52
	60	0,40	0,39	0,50	0,43 ± 0,05	1,41
	90	0,35	0,34	0,37	0,36 ± 0,02	1,69
	120	0,24	0,21	0,26	0,24 ± 0,02	2,54
farelo	0	0,55	0,60	0,62	0,60 ± 0,04	
	15	0,78	0,64	0,58	0,67 ± 0,11	0,89
	30	0,77	0,54	0,58	0,63 ± 0,12	0,95
	60	0,63	0,55	0,72	0,64 ± 0,08	0,93
	90	0,59	0,50	0,60	0,57 ± 0,05	1,05
	120	0,65	0,63	0,68	0,65 ± 0,03	0,92

DAT: Dias após o tratamento

Tabela 5 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados agrupados por períodos.

Dias apos o tratamento	Substrato	Média mg.kg^{-1}	Índice de concentração
0	grão	0,32	
	farinha	0,25	0,78
	farelo	0,34	1,06
15	grão	0,24	
	farinha	0,26	1,08
	farelo	0,28	1,16
30	grão	0,27	
	farinha	0,19	0,70
	farelo	0,29	1,07
60	grão	0,25	
	farinha	0,17	0,68
	farelo	0,31	1,24
90	grão	0,35	
	farinha	0,16	0,45
	farelo	0,28	0,80
120	grão	0,38	
	farinha	0,15	0,39
	farelo	0,35	0,92

Tabela 6 - Resíduos (mg.kg^{-1}) de bifentrina na concentração $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ em grãos de trigo e em seus produtos processados agrupados por períodos.

Dias apos o tratamento	Substrato	Média mg.kg^{-1}	Índice de concentração
0	grão	0,71	
	farinha	0,61	0,85
	farelo	0,60	0,84
15	grão	0,54	
	farinha	0,41	0,75
	farelo	0,67	1,24
30	grão	0,50	
	farinha	0,40	0,80
	farelo	0,63	1,26
60	grão	0,49	
	farinha	0,43	0,87
	farelo	0,64	1,30
90	grão	0,40	
	farinha	0,36	0,90
	farelo	0,57	1,42
120	grão	0,38	
	farinha	0,24	0,63
	farelo	0,65	1,71

De acordo com os dados obtidos, observa-se que o depósito dos inseticidas foi inferior à dosagem pretendida na aplicação. Verifica-se, ainda, que a recuperação do produto ao zero dia ficou aquém da dosagem pretendida na aplicação, tanto para a concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ como para a concentração de $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ de bifentrina, recuperando-se 75,8% para a concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ e 80% para a concentração de $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$. Bengston et al (1984) obtiveram recuperação de 108% de pirimifosmetil em grãos de trigo, e Mensah, Watters, Websters (1979) alcançaram recuperação de 82% decorridos um mês da aplicação. Tal fato poderia ser explicado em função da

determinação da faixa útil de aplicação do inseticida. Esta foi determinada em uma mesa de distribuição volumétrica sob condição estática e no ensaio a ponta de pulverização trabalhou sob condição dinâmica. Essa diferença no volume de depósito de inseticida pode ter acontecido em função do efeito vórtice causado pelo deslocamento do sistema de aplicação.

Uma outra explicação seria que algumas gotas de inseticida poderiam ter atingido a lona plástica que estava localizada em baixo dos grãos durante a aplicação do inseticida.

A degradação do inseticida apresentada nas Tabelas 3 e 4 mostra valores de redução de seus resíduos de um período ao período subsequente, e com isso, pode-se observar essa em diferentes intervalos de tempo.

Analisando as quantidades do inseticida nos derivados de trigo estudados, pode-se observar que a concentração foi dependente do substrato. Os índices de concentração apresentado nas Tabelas 5 e 6 mostram que houve uma maior concentração farelo. Isso indica que a bifentrina pode concentrar-se nesse substrato especialmente no tratamento $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$, em comparação com o grão, devido ao fato da bifentrina ser altamente apolar e, desse modo, preferir concentrar-se em substratos ricos em óleo, como o farelo. Esse mesmo fato foi observado por Trevizan e Baptista (2000) e Sgarbiero (2001).

Ambos inseticidas mostraram tendência de se concentrar nas partes mais externas e oleosas do grão, pericarpo e gérmen, e em menor escala no endosperma amiláceo. Para a concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ de bifentrina, o índice de concentração no farelo variou entre 0,8 a 1,24 no período de avaliação (Tabela 5). Já para a concentração de $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$ a concentração no farelo variou de 0,84 a 1,71 (Tabela 6). Estes valores demonstram resultados bem próximos e revelam que a concentração do inseticida não afetou significativamente o índice de concentração do mesmo. Bengston et al. (1983) encontraram aumento da concentração de deltametrina da ordem de 4,6 vezes no farelo de trigo e redução de cerca de 4 vezes na farinha de trigo, em relação ao grão; L'Hotellier (1983) cita aumento dos níveis residuais de deltametrina de 4 a 7 vezes para o farelo e redução de 2,7 vezes para a farinha. A quantidade de resíduo variou de acordo com a natureza do substrato, sendo esta a ordem decrescente deles: farelo >

grão > farinha. Resultados similares são encontrados na literatura internacional (KADOUM; LAHUE; ALNAJI, 1978; BENGSTON et al., 1980; VISWESWARAIAH et al., 1983; JOIA; WEBSTER; LOSCHIAVO, 1985; TREVIZAN; BAPTISTA, 2000; SGARBIERO; TREVIZAN; BAPTISTA, 2003).

Na farinha, observa-se diminuição na ocorrência dos resíduos, tanto na concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ e $0,8 \text{ mg.kg}^{-1}$.

Da mesma forma, Papadopoulou-Mourkidou e Tomazou (1991) encontraram maior persistência do piretróide permetrina no farelo em relação ao grão. Bengston et al. (1983) relataram não ter ocorrido perda do piretróide deltametrina após o cozimento da farinha para preparo do pão. Jermannaud e Pochon (1994) relatam sendo 2,6 a 5,3 vezes a concentração de deltametrina no farelo, 0,84 na farinha integral e de $<0,04$ a 0,45 na farinha branca.

Segundo a Anvisa (2007) o LMR e o período de carência para grãos de trigo armazenados tratados com bifentrina para o controle de pragas são $0,6 \text{ mg.kg}^{-1}$ e 30 dias respectivamente, durante o período de estocagem. Como a recomendação de aplicação do inseticida esta exatamente como estabelecido pela legislação, pode-se considerar, a princípio, que os grãos tratados podem ser consumidos a qualquer momento.

Desta forma, vale salientar a necessidade de novos estudos, adequações e uma revisão da legislação por parte das pessoas e órgãos responsáveis.

4.3 Efeito residual de bifentrina aos adultos de *Sitophilus zeamais* e *Sitophilus oryzae* em trigo armazenados

O ajuste do modelo binomial apresentou deviance (102,8) e X^2 (103,1) residuais com valores próximos aos 78 graus de liberdade residuais, indicando que o modelo se ajustou razoavelmente aos dados.

Na Tabela 8 é apresentada a análise da *deviance* para o modelo avaliado. Observa-se que todos os fatores foram significativos, exceto a interação entre espécie de praga e tempo após aplicação do inseticida.

Tabela 7 - Análise da *deviance* para o modelo binomial.

Causa de Variação	Graus de Liberdade	<i>Deviance</i>	$Pr > \chi^2$
Espécie de praga	1	1352,72	<0,0001
Concentração de bifentrina	2	1361,85	<0,0001
Tempo após aplicação	3	147,61	<0,0001
Espécie × Concentração	2	249,05	<0,0001
Espécie × Tempo	3	2,95	0,3997
Concentração × Tempo	6	42,13	<0,0001

A Figura 7 ilustra os resultados encontrados. Verifica-se que a bifentrina causou mortalidade de praticamente 100% dos insetos da espécie *S. zeamais*, sendo que não houve diferença significativa ($p = 0,14$) entre as concentrações de 0,4 e 0,8 mg.kg⁻¹ de bifentrina.

Para o caso da espécie de praga *S. oryzae* as mortalidades foram menores do que o observado para *S. zeamais*, e houve diferenças significativas ($p < 0,05$) entre as concentrações de 0,4 e 0,8 mg.kg⁻¹ de bifentrina, pelo menos até os 60 dias após a aplicação do inseticida. De acordo com Wintersteen e Foster (1992) e Hamacher et al (2002), altas temperaturas do ar, no momento da aplicação, provavelmente volatilizam o veículo do inseticida, causando perda significativa de sua eficácia, pois, quando o veículo evapora, o princípio ativo forma pequenas partículas sólidas que permanecem em suspensão no ar, não atingindo a superfície do grão e conseqüentemente, não controlando o inseto praga.

A testemunha apresentou mortalidades inferiores a dos tratamentos durante todo o experimento, para ambas espécies.

Figura 7 - Porcentagens de mortalidade médias em função do tempo após o tratamento, da espécie e da concentração da bifentrina.

Os resultados obtidos foram conflitantes com as observações de Kamel e Fam (1973), que obtiveram controle de *S. oryzae* durante seis meses, quando os insetos foram submetidos ao tratamento com fenitrothion. Entretanto, Pawar e Yadav (1985) controlaram *S. oryzae* com o inseticida fenitrothion durante 4 meses.

Uma explicação para esses resultados pode estar no fato de *S. zeamais* ter grande capacidade de migração dos armazéns para o campo e vice-versa (GILES; ASHMAN, 1971; CHESNUT, 1972). Esse comportamento causaria grande fluxo gênico entre as populações dessa espécie, favorecendo assim, a diluição da resistência. Por outro lado, *S. oryzae* é uma espécie praticamente restringida ao armazém, onde permanece exposta a constante pressão seletiva por inseticidas (CHAMP; CRIBB, 1965).

Os dados reportados por Daglish, Eelkema e Harrison (1996) mostram que os mesmos obtiveram mortalidade zero de *S. oryzae* em grãos de arroz tratados com fenitrothion ou deltametrina, mas a mistura de ambos foi eficiente no controle dessa praga, demonstrando assim, efeito sinérgico entre ambos inseticidas.

Pragas de grãos armazenados como *S. oryzae*, *S. zeamais* e *T. castaneum* têm apresentado resistência aos piretróides (HEATHER, 1986; COLLINS, 1990; PEREZ-MENDOZA, 1999).

Em outros estudos, *R. dominica* (Laudani & Swank 1954) e *Sitophilus oryzae* (Linnaeus, 1763) (Coleoptera, Curculionidae) (Chadwick 1962) foram repelidos por grãos tratados com piretrina.

Um outro fator que pode estar relacionado a alta sobrevivência de *S.oryzae* em relação ao tratamento com bifentrina é a temperatura e umidade relativa. Como os insetos ficaram armazenados em potes plásticos sem condições controladas, uma variação no clima poderia ter interagido na sobrevivência dos insetos. De acordo com Michael, Cuperus e Phillipis (2000), as populações de insetos podem exibir um fenômeno fisiológico, refletindo um comportamento característico das populações selvagens, de variação da população em função da estação do ano.

O aumento da sobrevivência de *S. oryzae* em altas umidades relativas poderia estar relacionado com a interação da umidade relativa com a temperatura na taxa de crescimento intrínseco e no desenvolvimento da população. Howe (1965) relatou que *S. oryzae* necessita de moderadas temperaturas e alta umidade relativa para seu crescimento ótimo e que o aumento da população decresce consideravelmente como aumento da temperatura e decréscimo da umidade relativa do ar (HARDMAN, 1978; BECKETT et al., 1994). O tempo de desenvolvimento dos estágios de vida do inseto podem aumentar e a sobrevivência do adulto pode diminuir na combinação de alta temperatura e baixa umidade relativa do ar (EVANS, 1982; HAGSTRUMAND; MILLIKEN, 1988).

Devido aos resultados obtidos e a existência de várias hipóteses para explicar o fenômeno, recomenda-se a repetição do bioensaio sob condições controladas de umidade relativa e temperatura.

5 CONCLUSÕES

De acordo com os dados experimentais, pode-se concluir que:

- O método analítico empregado para análise dos resíduos de bifentrina em grãos de trigo e em seu produtos processados mostra-se adequado com limite de quantificação tão baixo como $0,05 \text{ mg.kg}^{-1}$.
- Os resíduos de bifentrina concentram-se preferencialmente no farelo e em menores quantidades na farinha.
- O resíduo de bifentrina para a concentração de $0,4 \text{ mg.kg}^{-1}$ no período de carência de 30 dias é inferior ao Limite Máximo de Resíduo (LMR), permitido pela legislação brasileira.
- O inseticida bifentrina é eficiente no controle de *S. zeamais*.
- *S. zeamais* é mais susceptível a bifentrina do que *S. oryzae*.
- *S. oryzae* é altamente tolerante a bifentrina.

REFERÊNCIAS

ACDA, M.A.; SAYABOC, P.B.; GIBE, A.G.; GRAGASIN, C.B. Trials of grain protectants on stored maize under Philippine conditions. In: INTERNATIONAL WORKING CONFERENCE ON STORED-PRODUCT PROTECTION, 6., 1994, Camberra. **Proceedings ...** Camberra: CAB International, 1994. p. 729-733.

AFRIDI, I.A.K.; PARVEEN, Z.; MASUDS, Z. Stability of organophosphate and pirethroid pesticides on whet in storage. **Journal of Stored Products Research**, Elmsford, v. 37, p. 199-204, 2001.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br/toxicologia/monografias/index.htm>>. Acesso em: 30 mar. 2007.

ALLEONI, B. **Resíduos de deltametrina, maltion e pirimifós metil em grãos de milho e sua ação residual sobre *Rizopertha dominica* (Fabr., 1792) (Coleoptera – Bostrichidae)**, 1995. 80 p. Tese (Doutorado em Entomologia) - Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1995.

ALLEONI, B.; BAPTISTA, G.C. Controle e danos de *Rhizopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae) em grãos de milho armazenado (*Zea mays* L.). **Revista de Agricultura**, Piracicaba, v. 77, n. 1, p. 79 – 88, 2002.

ALMEIDA, A.A. Natureza dos danos causados por insetos em grãos armazenados. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENTOMOLOGIA, 11., 1987, Campinas. **Anais ...** Campinas: Fundação Cargill, 1987. p. 16-32.

ANDERSSON, A.; PALSHEDEN, H. Multi-residue method for the analysis of pesticides in fruit and vegetables using ethyl acetate extraction GPC clean-up and GC determination. In: NATIONAL FOOD ADMINISTRATION. **Pesticides analytical methods in Sweden**. Uppsala, 1998. pt.9, p. 9-41.

ARTHUR, F.H.; THRONE, J.E.; SIMONAITIS, R.A. Degradation and biological efficacy of chlorpyrifos-methyl on wheat stored at five temperatures and three moisture contents. **Journal of Economic Entomology**, Laham, v. 85, p. 1994-2002, 1992.

BARBOSA, L.C.A. **Os pesticidas, o homem e o meio ambiente**. Viçosa: Universidade Federal de Viçosa, 2004. 215 p.

BARETH, S.S.; H.C. GUPTA.. Efficacy of six insecticides for the protection of stored wheat seeds against *Rhyzopertha dominica* (Fab.) **Seed Res.** 1989, 17: 43- 46.

BECKETT, S.J.; LONGSTAFF, B.C.; EVANS, D.E. A comparison of the demography of four major stored grain coleopteran pest species and its implications for pest

management. In: INTERNATIONAL WORKING CONFERENCE ON STORED-PRODUCT PROTECTION, 6., 1994, **Proceedings ...1994.** v. 1, p. 491–497.

BENGSTON, M.; CONNELL, M.; DAVIES, R.A.H.; DESMARCHELIER, J. M.; PHILLIPS, M.P.; SNELSON, J.T.; STICKA, R. Fenitrothion plus (1R) phenothrin and pirimiphos-metil plus carbaryl, as grain protectant combinations for wheat. **Pesticide Science**, London, v. 11, n. 5, p. 471 – 482, 1980.

BENGSTON, M.; DAVIES, R.A.H.; DESMARCHELIER, J. M.; HENNING, R.; MURRAY, W.J.; SIMPSON, B.W.; SNELSON, J.T.; STICKA, R.; WALLBANK, B.E. Organophosphorothioates and synergized synthetic pyrethroids as grain protectants on bulk wheat. **Pesticide Science**, London, v. 14, n. 4, p. 373 – 384, 1983.

BENGSTON, M.; DAVIES, R.A.H.; DESMARCHELIER, J. M.; PHILLIPS, M.P.; SIMPSON, B.W. Organophosphorus and synergized synthetic pyrethroid insecticides as grain protectants for stand sorghum. **Pesticide Science**, London, v. 15, p. 500- 508, 1984.

BITRAN, E.A.; CAMPOS, T.B.; HOJO, H.; CHIBA, S. Observações sobre a eficiência do cyfluthrin e do fenitrothion em ensaio de preservação de milho armazenado. **Biológico** São Paulo, v. 50, p. 263-269, 1984.

BITRAN, E.A.; CAMPOS, T.B.; OLIVEIRA, D.A.; CHIBA, S. Avaliação da ação residual de alguns inseticidas organofosforados e piretróides no controle de infestações de *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855, em milho armazenado. **Biológico**, São Paulo, v. 49, p. 265-273, 1983.

BRASIL. Ministério da Agricultura e Reforma Agrária. **Regras para análise de sementes**. Brasília: SNDA, DNDV, CLAV, 1992. 365 p.

CALDASA, E.D.; SOUZA, L.C.K.R. Avaliação de risco crônico da ingestão de resíduos de pesticidas na dieta brasileira. **Revista de Saúde Pública**, São Paulo, v. 34, p. 529-37, 2002.

CAMPOS, T.B.; BITRAN, E.A.; GEBARA, A.B. Controle de *Sitophilus oryzae* (L. 1765) (Col., Curculionidae) e *Rhizopertha dominica* (Fabr. 1792) (Col., Bostrichidae) em armazém graneleiro. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENTOMOLOGIA, 13., 1991, Recife. **Anais...** Recife: SEB, 1991. p. 459.

CHADWICK, P.R. Studies on the sub-lethal effects of pyrethrins on the grain weevil, *Calandra oryzae* L. **Pyrethrum Post**, Nakuru, v. 6, p. 20– 26, 1962.

CHAMP, B.R.; CRIBB, J.N. Lindane resistance in *Sitophilus oryzae* (L.) and *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera, Curculionidae) in Queensland. **Journal of Stored Products Research**, Elmsford, v. 1, p. 9-24, 1965.

CHEN, B.; SHAAYA, E.; KOSTJUKOVSKY, M. The combined efficacy of malathion and bifenthrin for the control of *Rhizopertha dominica*, *Sitophilus oryzae* and *Tribolium*

castaneum,. In: INTERNATIONAL WORKING CONFERENCE ON STORED-PRODUCT PROTECTION, 7., 1998, Beijing. **Proceedings ...** Beijing: Chengdu Grain Storage Research Institute ,1998. p. 875-879.

CHESNUT, T.L. Flight habits of the maize weevil as related to field infestation of corn. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 65, p. 434-435, 1972.

COLLINS, P.J. New resistance to pyrethroids in *Tribolium castaneum* (Herbst.). **Pesticide Science**, London, v.28, n.1, p.101-115, 1990.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Segundo levantamento de intenção de plantio - Safra 2005/2006**. Disponível em: <<http://www.conab.gov.br>>. Acesso em: 21 fev. 2006.

DAGLISH, G.J.; EELKEMA, M.; HARRISON, L.M. Control of *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) in paddy rice using chlorpyrifos-methyl or fenitrothion in combinations with several other protectants. **Journal of Stored Products Research**, Elmsford, v. 32, p. 247-253, 1996

DAGLISH, G.J.; EELKEMA, M.; HARRISON, L.M. Control of *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) in paddy rice using chlorpyrifos-methyl or fenitrothion in combinations with several other protectants. **Journal of Stored Products Research**, Elmsford, v. 32, p. 247-253, 1996.

DAGLISH, G.J.; WALLBANK, B.E.; NAYAK, M. Bifenthrin plus chlorpyrifos-methyl on sorghum. **Journal of Economic Entomology**, Laham, v. 96, n. 2, p. 525-532, 2003.

DEMÉTRIO, C.G.B. **Modelos lineares generalizados em experimentação agrônômica**. Piracicaba: FEALQ, 2001. 75 p.

DESMARCHELIER, J.; BENGSTON, M.; DAVIES, R.; ELDER, B.; HART, R.; HENNING, R.; MURRAY, W.; RIDLEY, E.; RIPP, E.; SIERAKOWSKI, C.; STICKA, R.; SNELSON, J.; WALLBANK, B.; WILSON, A. Assessment of the grain protectants chlorpyrifos-methyl plus bioresmethrin, fenitrothion plus (1R)-phenothrin, methacrifos and pirimiphos-methyl plus carbaryl under practical conditions in Australia. **Pesticide Science**, London, v. 20, p. 271-288, 1987.

DUGUET, J.; QUAN, L. Evaluation of the effectiveness of deltamethrin spray or dust on rice husks stored products pests on stored rice in Southern of China. **Agronomia Tropical**, Maracay, v. 45, p. 107-113, 1990.

EMBRAPA. **Trigo**. Disponível em: <http://www.cnpt.embrapa.br/culturas/trigo/index.htm>>. Acesso em: 28 mar. 2007

EVANS, N.J. The effectiveness of various insecticides on some resistant beetle pest of stored products from Uganda. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v.21, n.2, p.105-109, 1985.

FARONI, L.R.A.; SILVA, J.S. Manejo de pragas no ecossistema de grãos armazenados. In: SILVA, J.S. (Ed.). **Secagem e armazenagem de produtos agrícolas**. Viçosa: Aprenda Fácil, 2000. p. 345-383.

FONTES, L.S.; ALMEIDA FILHO, A.J.; ARTHUR, V. Danos causados por *Sitophilus oryzae* (Linné, 1763) e *Sitophilus zeamais* (Motschulsky, 1855) (Coleoptera: Curculionidae) em cultivares de arroz (*Oryza sativa* L.). **Arquivos do Instituto Biológico**, São Paulo, v. 70, n. 3, p. 303-307, 2003.

GILES, P.H.; ASHMAN, F. A study of pre-harvest infestation of maize by *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera, Curculionidae) in the Kenya highlands. **Journal of Stored Products Research**, Elmsford, v. 7, p. 69-83, 1971.

HAGSTRUM, D.W.; FLINN, P.W. Integrated pest management. In: SUBRAMANYAM, B.H.; HAGSTRUM, D.W. (Ed.). **Integrated management of insects in stored products**. New York: Marcel Dekker, 1996. p. 399-408.

HAMACHER, L. S.; FARONI, L. R.A.; GUEDES, R.N.C.; QUEIROZ, M. E.L.R. Persistence and activity towards *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) of pirimiphos methyl sprayed at different temperatures on maize. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 38, p. 167-175, 2002.

HARDMAN, J.M. A logistic model simulating environmental changes associated with the growth of populations of rice weevils, *Sitophilus oryzae*, reared in small cells of wheat. **Journal of Applied Ecology**, Oxford, v. 15, p. 65-87, 1978.

HEATHER, N.W. Sex-linked resistance to pyrethroids in *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v.22, n.1, p. 15-20, 1986.

HOWE, R.W. A summary of estimates of optimal and minimal conditions for population increase of some stored product insects. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 1, p. 177-184, 1965.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Índices de perdas do plantio a pré-colheita dos principais grãos cultivados no país 1996-2002** Disponível em: <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/economia/agropecuaria/indicadoresagro_1996_2003/comentarios.pdf>. Acesso em: 28 mar. 2007.

JERMANNAUD, A.; POCHON, J.M. The fate of residues of deltamethrin in treated wheat during its transformation into food products. In: INTERNATIONAL WORKING CONFERENCE ON STORED-PRODUCTS PROTECTION, 6., Canberra, 1994. **Proceedings**. Wallingford: CAB International, 1994. v.2, p.798-803.

JOIA, B.S.; WEBSTER, G.R.B.; LOSCHIAVO, S.R. Cypermethrin and fenvalerate residues in stored wheat and milled fractions. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 33, p. 618-622, 1985.

KADOUM, A.M.; LAHUE, D.N.; ALNAJI, L. Efficacy and fate of pirimiphos-methyl residue applied at two dosage rates to wheat for milling. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 71, p. 50-52, 1978.

KAMEL, A.H.; FAM, E.Z. Evaluation of two organophosphorous compounds against certain insects infesting stored grains. **Plant Protection Research**, Cairo, v. 51, n. 1, p. 21 – 28, 1973.

KORUNIC, Z.; HAMEL-KOREN, D. The effect of deltamethrin and pirimiphos-methyl on pests of stores products. **Zastita Bilja**, Zagreb, v. 36, n.4, p. 417-423, 1985.

LAHUE, D. W. Pirimiphos methyl as a short term protectant of grain against stored products insects. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 68, n. 2, p. 235-236, 1975.

LAUDANI, H.; SWANK, G.R. A laboratory apparatus for determining repellency of pyrethrum when applies to grain. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 47, p. 1105–1107, 1954.

LETHBRIDGE, G. An industrial view of microbial inoculants for crop plants. In: CAMPELL, R.; MACDONALD, R. M. (Ed.). **Microbial inoculation of crop plants**. Oxford: Pergamon Press, 1989. p. 11-28.

L'HOTELLIER, M. Los residuos de deltametrin en los vegetales y otros productos alimenticios. In: RUSSEL UCLAF. **Deltametrin**: monografía. Saint – Pierre: Aubanel, 1983. cap. 8, p. 287 – 324.

LORINI, I. **Pragas**: no armazém, proteja os grãos. Passo Fundo: Embrapa Trigo, 1999. (Embrapa Trigo. Comunicado Técnico Online, 21). Disponível em: <http://www.cnpt.embrapa.br/biblio/p_co21.htm>. Acesso em: 12 ago. 2006.

LORINI, I.; BECKEL, H.S. Mecanismo de resistência das pragas em grãos armazenados. In: LORINI, I.; MILKE, L.H.; SCUSSEL, V.M. (Ed.). **Armazenagem de grãos**. Campinas: Instituto Bio Geneziz, 2002. p. 555-568.

MAPA. **Trigo**. Disponível em: <<http://www.cnpt.embrapa.br/culturas/trigo/index.htm>>. Acesso em: 28 mar. 2007

MENSAH, G. W. K.; WATTERS, F. L. WEBSTERS, G. R.B. Insecticide residues in milled fractions of dry tough wheat with malathion, bromophos, iodofenphos and pirimiphos methyl. **Journal of economic Entomology**, v. 72, p.728 – 731, 1979.

MICHAEL, D.T.; CUPERUS, G.W.; PHILLIPIS, T.W. Susceptibility of eight U. S. wheat cultivars to infestation by *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae).

Enviromental Entomology, Lanham, v. 29, n. 2, p. 250 – 255, 2000.

PAPADOPOULOU, M.; TOMAZOU, T. Persistence and activity of permethrin in stored wheat and its residues in wheat millings fractions. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 27, n.4, p. 249-254, 1991.

PAWAR, C.S.; YADAV, T.D. Residues of baythion and fenitrothion on wheat and green gram. **Journal of Entomology**, New Delhi, v. 47, n. 1, p. 37 – 44, 1985.

PEREZ-MENDOZA, J. Survey of insecticide resistance in Mexican populations of maize weevil, *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 35, n. 1, p. 107-115, 1999.

POMERANZ, Y. Insects: identification, damage and detection. In: SAUER, D.B. (Ed.). **Storage of cereal grains and their products**. St. Paul: American Association of Cereal Chemists, 1992. p. 435-479.

POTENZA, M.R.; SANTOS, J.M.F. dos; SILVA, R.S. da; ALVES, J. N. Avaliação de diferentes pontas de pulverização na eficácia de inseticidas no tratamento de superfícies para o controle de *Blattella germanica* (Dictyoptera:Blattellidae). **Arquivos do Instituto Biológico**, São Paulo, v. 70, n. 3, p. 355-358, 2003.

POTENZA, M.R.; ARTHUR, V.; FELÍCIO, J.D.; ROSSI, M.H.; SAKITA, M.N.; SILVESTRE, D.; GOMES, D.H.P. Efeito de produtos naturais irradiados sobre *Sitophilus zeamais* (Motschulsky, 1855) (Coleoptera:Curculionidae). **Arquivos do Instituto Biológico**, São Paulo, v. 71, n. 4, p. 477-484, 2004.

REDLINGER, L.M.; ZETTLER, L.; DAVIS, R.; SIMONAITIS, R.A. Evaluation of pirimiphosmethyl as a protectant for export grain. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 81, p. 718-721, 1988.

REZENDE, A. C.; ISHIZAKI, T.; NOVAES, D.F.; LAZZARINI, S.; MIKE, H.L. Avaliação prática de K-Obiol no tratamento de grãos armazenados graneleiros. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENTOMOLOGIA, 9 Londrina, 1984. **Resumos**. Londrina:SEB,p.251, 1984.

RIGITANO, R.L. **Resíduos de ethion e fenitrothion em cascas e polpas de laranjas “HamLin” determinados por cromatografia em fase gasosa**. 1979. 64 p. Dissertação (Mestrado em Entomologia) - Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1979.

ROWLANDS, D.G. The metabolism of contact insecticides in stored grains. III. 1970-1974. **Residue Reviews**, New York, v. 38, p. 113-155, 1975.

REDDY, Y.S.S.; GOPALA- SWAMY, S.V.S. Resistant Pest Management Newsletter. Vol. 16, No. 1 (Fall 2006)

SANTOS, J. P.; FONTES, R. A.; CRUZ, I., FERRARI, R. A. R. Avaliação de danos e controle de pragas de grãos armazenados a nível de fazenda no Estado de Minas Gerais, Brasil. In: SEMINÁRIO LATINO DE PERDAS PÓS-COLHEITA DE GRÃOS, 1., 1983. Viçosa, MG. **Anais...** [Viçosa]: CENTREINAR, 1983. p.105-110.

SANTOS, J. P. dos. **Novo produto piretroide para o controle de Sitophilus zeamais em milho armazenado**. Sete Lagoas: Embrapa Trigo 2005. (Embrapa Trigo. Comunicado Técnico Online, 120). Disponível em: <http://www.cnpms.embrapa.br/publicacoes/publica/2006/Comunicados%20tecnicos/Comunicado%20120.pdf>, acesso em 07 de agosto de 2007.

SAS INSTITUTE. **SAS/STAT**: user's guide 8.0. Cary, 1999. 1 CD-ROM.

SCHROTER, R. A.; GONSALVEZ, R.; PEREZ, C. A.; NAKANO, O. Acao curativa do K-Obiol 25 CE sobre *Rhyzopherta dominica* (Fabr., 1992) (Col.–Bostrichidae) em grãos de trigo armazenado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENTOMOLOGIA, 13 Recife, 1991. **Resumos**. Recife: SEB, 1991, p.465.

SGARBIERO, E. **Resíduos de pirimifós-metil em grãos de trigo, milho e milho pipoca, em alguns de seus produtos processados e ação residual desse inseticida sobre Sitophilus spp. (Coleoptera: Curculionidae)**. 2002. 54 p. Dissertação (Mestrado em Entomologia) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2002.

SGARBIERO, E.; TREVIZAN, L.R.P.; BAPTISTA, G.C. Pirimiphos-methyl residues in corn and popcorn grains and some of their processed products and the insecticide action on the control of *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae). **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 32, p. 707-711, 2003.

SOCIEDADE NACIONAL DE AGRICULTURA. **Como manejar as pragas de grãos armazenados**. Disponível em: <<http://biblioteca.sna.agr.br/artigos/artitec-armazenagem.htm>>. Acesso em: 10 fev. 2006.

TREVIZAN, L.R.P.; BAPTISTA, G.C. Resíduos de deltametrina em grãos de trigo e em seus produtos processados, determinados por cromatografia gasosa. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 57, n. 2, p.199-203, 2000.

VARDELL, H.H.; GILLENWATER, H.B.; WHITEN, M.E.; CAGLE, A.; EASON, G.; CAIL, R.S. Dichlorvos degradation on stored wheat and resulting milling fractions. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 66, p. 761-763, 1973.

VASQUEZ-CASTRO, J.A. **Resíduos de fenitroton e esfenvalerato em grãos de milho e trigo, em alguns de seus produtos processados e sua ação residual sobre Sitophilus oryzae (L., 1763), Sitophilus zeamais Motsch., 1855 (Coleoptera:**

Curculionidae) e *Rhyzopertha dominica* (Fabr.,1792) (Coleoptera: Bostrichidae). 2006. 213 p. Tese (Doutorado em Entomologia) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2006.

VISWESWARAIAH, K.; ARCNIEGA, C.G.; RAJU, G.S.; MAJUMDER, S.K. Fate of fenitrothion and methyl parathion residues during the process of wheat to various food products. **Bulletin of Grain Technology**, New Delhi, v. 21, p. 134-140, 1983.

WATTERS, F.L.; WHITE, N.D.G.; COTÉ, D. Effect of temperature on the toxicity and persistence of three pyrethroid insecticides applied to fir plywood for the control of *Tribolium castaneum*. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 76, n.1, p.11-16, 1983.

WHITE, N.D.G.; LEESCH, J.G. Chemical control. In: SUBRAMANYAM, B.; HAGSTRUM, D.W. (Ed.). **Integrated management of insects in stored products**. New York: Marcel Dekker, 1996. p. 287- 330.

WHITE, N.D.G.; SINHA, R.N. Effect of chlorpyrifos-methyl on oat ecosystems in farm granaries. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 83, p. 1128-1134, 1990.

WILKIN, D.R.; FLEURAT-LESSARD, F.; HAUBRUGE, E.; SERRANO, B. Developing a new grain protectant and efficacy testing in Europe. In: INTERNATIONAL WORKING CONFERENCE ON STORED- PRODUCT PROTECTION, 7., 1998, Beijing. **Proceedings ...** Beijing: Chengdu Grain Storage Research Institute ,1998. p. 880-890

WINTERSTEEN, W.K.; FOSTER, D.E. Degradation of malathion as a function of grain drying systems **Journal of Economic Entomology**, Laham, v. 85, p. 1015-1022, 1992.