



SISTEMA DE LIBERAÇÃO DE ÓLEOS DE COPAÍBA E LIMÃO SICILIANO E EFEITO BIOLÓGICO SOBRE *Zabrotes subfasciatus*

Clara A. C. B. Costa¹; Roseane C. P. Trindade²; Lorena M. F. Freitas¹; João G. Costa³; Rosanny C. Silva¹; Alan J. D. Freitas¹; Danielle C. M. N. Silva¹; Johnnatan D. Freitas¹

¹ Instituto Federal de Alagoas - IFAL Campus Maceió, Laboratório de Tecnologias Ambientais.

² Universidade Federal de Alagoas - UFAL, Campus de Engenharias e Ciências Agrárias (CECA).

³ Embrapa Alimentos e Territórios.

E-mail: dra.clarapesquisa@gmail.com

Palavras-Chave: Grãos armazenados, Nanotecnologia, Sustentabilidade.

Introdução

O óleo de copaíba é um material-resina extraído do tronco da árvore da *Copaifera langsdorffii* e de suas sementes. A importância na agricultura reside na sua ação tripla: como inseticida, fungicida e adjuvante natural. Devido à sua natureza resinosa, ele aumenta a aderência de outros defensivos nas folhas, reduzindo as perdas por lavagem decorrentes da chuva (Nogueira *et al.*, 2022).

O óleo de limão siciliano, destaca-se como um dos biopesticidas mais acessíveis economicamente, por constituir um subproduto em larga escala na indústria de sucos. O óleo é extraído da casca, resíduo da cadeia produtiva. A importância estratégica reside no efeito de "choque" e na capacidade de romper as barreiras físicas dos insetos, visto que sua composição química é constituída majoritariamente por monoterpenos, sendo o limoneno o principal constituinte, com teor superior a 70% (Simas *et al.*, 2015; Martins, 2018).

No contexto da proteção de grãos armazenados, o caruncho *Zabrotes subfasciatus* (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) é identificado como uma praga de grande impacto econômico, especialmente para a cultura do feijão-comum, *Phaseolus vulgaris* L. A relevância desse inseto reside no seu ciclo biológico altamente adaptado ao ambiente de estocagem, onde a infestação pode ter início ainda no campo e se intensificar rapidamente nos armazéns (Brito *et al.*, 2015; Mello *et al.*, 2014).

A dificuldade no controle de *Z. subfasciatus* decorre, em grande parte, do hábito endofítico das larvas, que as protege da ação direta de muitos inseticidas de contato durante o desenvolvimento. Além disso, a elevada taxa de reprodução e o ciclo de vida curto permitem que pequenas populações iniciais causem perdas totais em poucos meses de armazenamento, caso não haja intervenção (Brito *et al.*, 2015).

Nesse cenário, o uso de óleos essenciais com propriedades inseticidas, repelentes e inibidoras de oviposição surge como uma estratégia promissora e sustentável, visando interromper o ciclo biológico da praga sem comprometer a integridade do ecossistema e a saúde do consumidor (Mello *et al.*, 2014; Brito *et al.*, 2015). Diante do exposto, o objetivo do

trabalho foi estudar a liberação controlada de sistemas sustentáveis contendo os óleos de copaíba e limão siciliano e realizar o ensaio biológico *in vivo* com o *Z. subfasciatus*.

Material e Métodos

Produção das biomatrizes

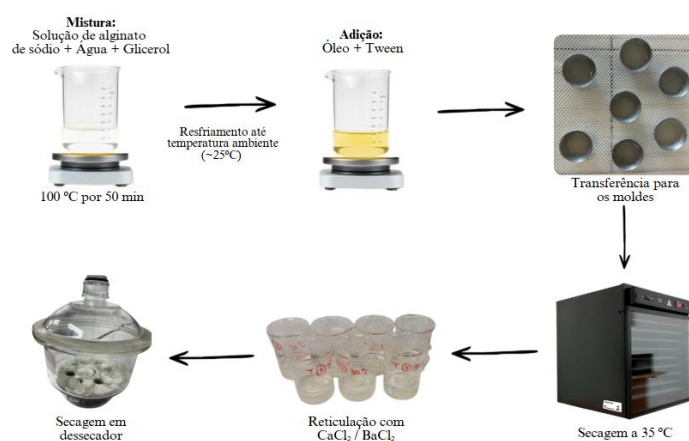
A produção das biomatrizes foi realizada através do método de *casting* (evaporação do solvente) adaptado de Messtermann *et al.* (2018), conforme o diagrama de produção apresentado na (Figura 1).

O experimento instalado seguiu um delineamento inteiramente casualizado (DIC) simples com os fatores óleo de copaíba e óleo de limão siciliano em diferentes níveis de concentração (0, 100, 150 e 250 μL), sob condições controladas de laboratório. O desenho experimental foi composto por 5 tratamentos com 5 repetições, totalizando 25 parcelas experimentais. A composição detalhada de cada tratamento consistiu em:

- **Tratamento 1 (T1):** Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 250 μL de óleo de limão siciliano;
- **Tratamento 2 (T2):** Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 100 μL de óleo de copaíba + 150 μL de óleo de limão siciliano;
- **Tratamento 3 (T3):** Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 150 μL de óleo de copaíba + 100 μL de óleo de limão siciliano;
- **Tratamento 4 (T4):** Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 250 μL de óleo de copaíba;

Tratamento 5 (T5 - Branco): Biomatriz controle de alginato de sódio + Glicerol + Tween (sem adição de óleos).

Figura 1. Diagrama de produção das biomatrizes incorporadas com os óleos de copaíba e limão siciliano.



Fonte: Costa, 2026.

Liberação GCMS-SPME

Para análise de GCMS-SPME foi utilizado um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massas modelo GCMS-QP2010 Ultra da marca *Shimadzu*. Nas seguintes condições: temperatura do injetor = 150°C; no modo *Split* com razão de 1/30; coluna SH-Rxi-5ms (fase estacionária de 5% difenil / 95% dimetilpolisiloxano com comprimento de 30 m, diâmetro interno de 0,25 mm e espessura do filme de 0,25 µm); programação da temperatura da coluna = 40 °C por 5 minutos, seguida de aquecimento até 180 °C com velocidade de 4 °C min⁻¹, em que permaneceu mais 15 min. O tempo total de análise foi de 55 minutos. A vazão do gás Hélio na coluna foi de 3,0 mL min⁻¹ e a temperatura da interface foi de 250 °C. Foram realizados experimentos no modo de varredura total, onde se analisaram todos os íons gerados na amostra (*SCAN*).

Foram conduzidos experimentos por GC/MS-SPME para verificar a cinética de liberação dos óleos a partir da biomatriz. Para isso, as amostras foram acondicionadas em recipientes hermeticamente fechados e submetidas à extração dos voláteis via *headspace* estático, com exposição de uma fibra específica por 15 minutos. Posteriormente, as amostras foram dessorvidas termicamente no injetor do cromatógrafo gasoso acoplado ao espectrômetro de massas (Figura 2).

Figura 2. Exposição da fibra via *headspace* estático em GC/MS.



Fonte: Costa, 2026.

Ensaio biológico *in vivo*

Os ensaios biológicos foram realizados em arenas compostas por dois recipientes plásticos interligados simetricamente a uma caixa central (Figura 3). Cada extremidade recebeu 20 g de feijão, sendo o sistema de liberação dos tratamentos instalado em apenas um dos lados. No compartimento central, foram liberados 10 insetos não sexados por repetição, totalizando 50 espécimes por tratamento em 5 repetições. Após 48 h, contabilizou-se o número de insetos que se deslocaram para o tratamento, para a testemunha (apenas feijão) ou que permaneceram na zona central (classificados como neutros) (Brito *et al.*, 2015).

A determinação do Índice de Repelência (IR) foi realizada de forma individualizada para cada repetição experimental dentro de cada tratamento, aplicando-se a fórmula matemática estabelecida por Brito *et al.* (2015): $IR = 2G / (G + P)$, no qual G = % de insetos nos grãos tratados e P = % de insetos na testemunha. Os valores de IR variam de 0 a 2, indicando: IR = 1, produto neutro; IR > 1, produto atraente e IR < 1, produto repelente.

Figura 3. Arenas confeccionadas com recipientes plásticos.

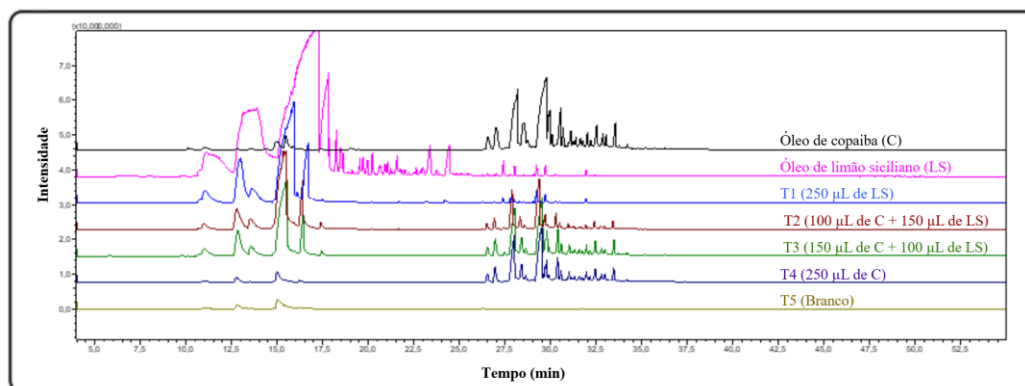


Fonte: Costa, 2026.

Resultados e Discussão

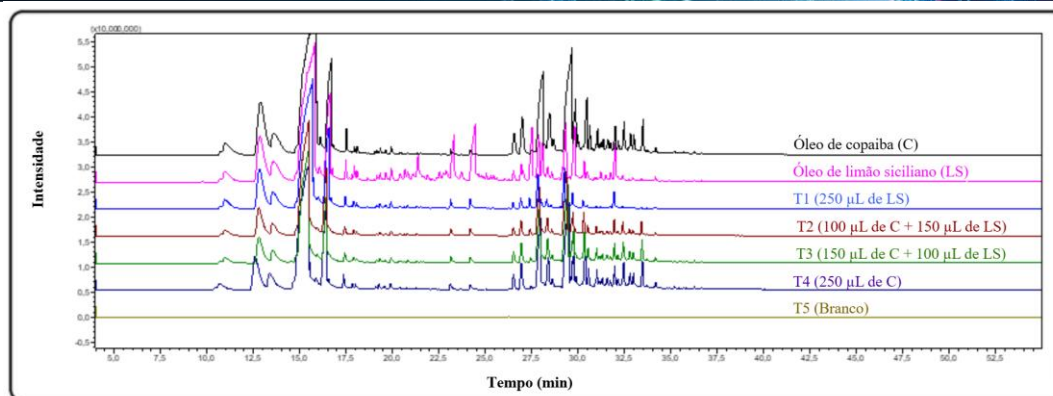
No estágio inicial, representado pelos dados da semana 1 (Figura 4), os sinais apresentam maior abundância relativa para todos os sistemas. Nas semanas 2 a 4, observa-se que a liberação é controlada e sustentada na biomatriz, conforme o perfil dos cromatogramas (Figura 5 a 7).

Figura 4. Análise comparativa dos cromatogramas da liberação para todos os sistemas referentes à semana 1.



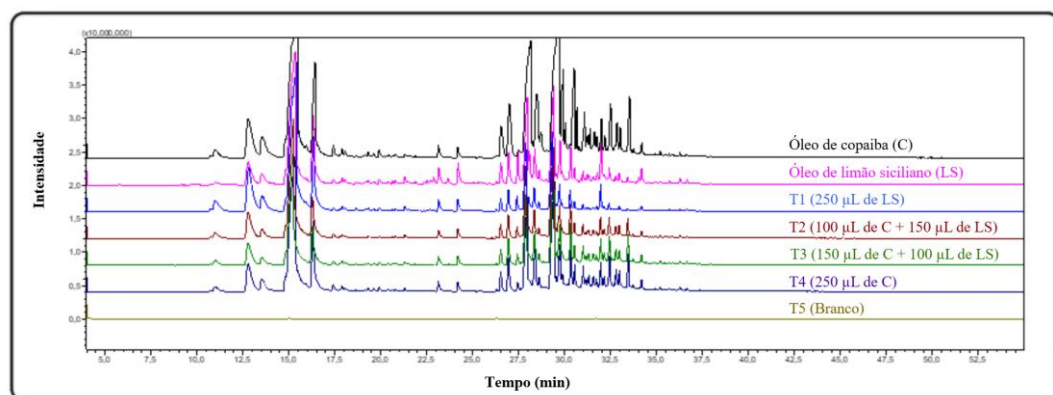
Fonte: Costa, 2026.

Figura 5. Análise comparativa dos cromatogramas da liberação para todos os sistemas referentes à semana 2.



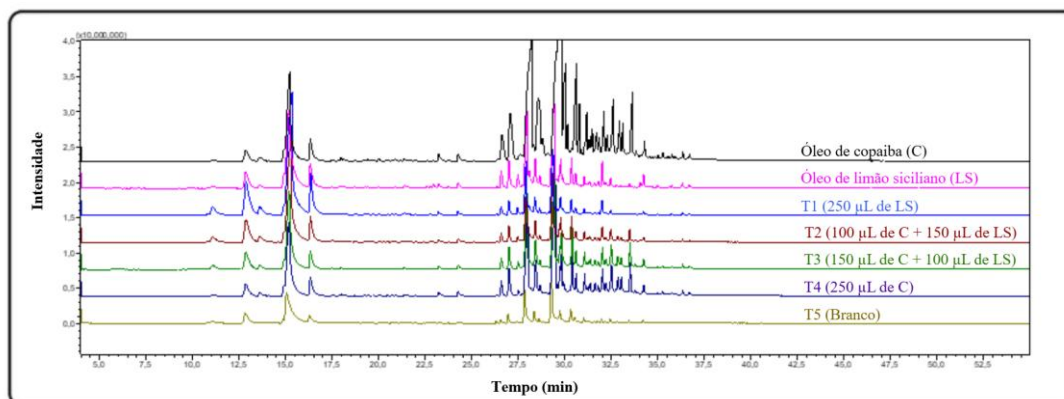
Fonte: Costa, 2026.

Figura 6. Análise comparativa dos cromatogramas da liberação para todos os sistemas referentes à semana 3.



Fonte: Costa, 2026.

Figura 7. Análise comparativa dos cromatogramas da liberação para todos os sistemas referentes à semana 4.



Fonte: Costa, 2026.

De acordo com Costa (2023), foi realizado um estudo semelhante envolvendo o encapsulamento do feromônio rincoforol em microesferas de alginato de sódio. Foi observada a liberação do princípio ativo durante quatro semanas consecutivas, monitorada por meio da



determinação da área do pico cromatográfico do feromônio.

Ensaio biológico *in vivo*

A análise do comportamento dos insetos frente aos diferentes tratamentos, consolidada na (Tabela 1), revelou variações numéricas na percepção química das formulações e na eficácia da barreira sensorial estabelecida. O tratamento 2, destacou-se como apresentando numericamente o menor IR registrado ($0,73 \pm 0,22$)

Tabela 1. Índice de repelência de cada tratamento.

Tratamento	Composição	P	G	Média $\pm$ DP
1	Dose 250 μ L (LS)	26	24	$0,91 \pm 0,27$
2	Dose 100 μ L (C) + 150 μ L (LS)	21	30	$0,73 \pm 0,22$
3	Dose 150 μ L (C) + 100 μ L (LS)	24	26	$0,88 \pm 0,18$
4	Dose 250 μ L (C)	26	24	$0,92 \pm 0,23$
5	Dose 0	22	27	$0,78 \pm 0,23$

Nota: (P) insetos do testemunha; (G) insetos do tratamento.

Fonte: Costa, 2026.

Em contraste, os tratamentos compostos pelos óleos essenciais puros (tratamento 1 e 4), apresentaram os maiores valores de IR do ensaio (0,91 e 0,92, respectivamente). Embora ainda sejam classificados tecnicamente como repelentes por situarem-se abaixo de 1,0, esses índices mostram uma atividade mais próxima da neutralidade. Isso reforça a tese de que a presença dos óleos essenciais é o fator determinante para a alteração do comportamento locomotor. Mas a formulação combinada do tratamento 2 é a que oferece a proteção mais eficaz contra a infestação. O tratamento 5 (branco), com IR de 0,78, não significa que apresenta repelência, mas sim, que o inseto preferiu a arena com o alimento, devido seu estímulo trófico (cheiro do grão), não correspondendo a um efeito repelente da matriz isolada.

A interpretação do IR não deve ser feita de forma isolada através de médias aritméticas simples. O erro padrão da média e os testes de hipóteses de comparações múltiplas (como *Tukey* ou *Dunn*) são fundamentais para separar flutuações experimentais casuais de respostas biológicas reais de repelência ou atração. Recomenda-se que trabalhos futuros reportem sempre os valores de variância associados ao IR e os respectivos níveis de significância estatística, garantindo a reprodutibilidade industrial de novas barreiras repelentes protetoras (Zar, 2010).

Conclusões

Os cromatogramas de GC/MS–SPME comprovaram a liberação prolongada e controlada durante 4 semanas consecutivas.

O ensaio biológico *in vivo* com *Z. subfasciatus* revelou que o tratamento 2 apresentou numericamente maior atividade, exibindo o menor IR do experimento ($0,73 \pm 0,22$). Tal



achado é relevante por sugerir a hipótese de uma possível ação sinérgica entre os óleos essenciais em dosagens controladas, visando otimizar a repelência em comparação ao uso individual de cada componente. Contudo, a confirmação estatística definitiva dessa sinergia ainda precisa ser validada por testes de comparações múltiplas em estudos complementares.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Instituto Federal de Alagoas - IFAL *Campus Maceió* por todo apoio e incentivo a pesquisa e a inovação.

Referências

BRITO, S. S. S. *et al.* Bioatividade de óleos essenciais sobre *Zabrotes subfasciatus* Boh. (Coleoptera: Chrysomelidae) em feijão-comum armazenado. *Agrária - Rev. Bras. Ciênc. Agrár.* **10**(2), 243–248, 2015.

COSTA, C. A. C. B. Desenvolvimento de microesferas do feromônio rincoforol para estudo de liberação controlada. Dissertação (Mestrado em Tecnologias Ambientais) – Instituto Federal de Alagoas, Marechal Deodoro, 2023.

MARTINS, W. S. Óleo *Cymbopogon citratus* (DC) Stapf. microencapsulado: obtenção e caracterização. Dissertação (Mestrado em Sistemas Agroindustriais) – Universidade Federal de Campina Grande, Pombal, 2018.

MELLO, M. B. *et al.* Atividade inseticida do óleo essencial de *Hyptis marruboides* no controle de *Zabrotes subfasciatus* (Coleoptera, Chrysomelidae, Bruchinae). *Rev. Agrogeoambiental* **6**(1), 11–21, 2014.

MESSTERMANN, A.; *et al.* Desenvolvimento e caracterização de membranas poliméricas incorporando óleo de sucupira (*Pterodon emarginatus* Vog.). *Revista Cadernos de Graduação*, 1980–1769, 2018.

NOGUEIRA, D. A. R. *et al.* Liberação lenta do óleo de copaíba adsolubilizado em hidróxidos duplos lamelares: um material promissor para pomadas cutâneas. *Quim. Nova* **45**(8), 921–928, 2022.

SIMAS, D. L. R. *et al.* Caracterização dos óleos essenciais de frutas cítricas. *Citrus Res. Technol.* **36**(1), 25–33, 2015.

ZAR, J. H. *Biostatistical Analysis*. 5th ed. New Jersey: Prentice Hall, 2010.