

MÍRIA GRASIELE CASADO DA SILVA

ESTIMATIVA DOS TEMPOS LETAIS PARA *Sitophilus zeamais* E *Rhyzopertha dominica* SUBMETIDOS A DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE OZÔNIO EM GRÃOS DE MILHO E TRIGO

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientadora: Lêda Rita D'Antonino Faroni

**VIÇOSA - MINAS GERAIS
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

S586e
2021
Silva, Míria Grasielle Casado da, 1995-
Estimativa dos tempos letais para *Sitophilus zeamais* e
Rhyzopertha dominica submetidos a diferentes concentrações de
ozônio em grãos de milho e trigo / Míria Grasielle Casado da
Silva. – Viçosa, MG, 2021.
1 dissertação eletrônica (40 f.): il.

Orientador: Lêda Rita D'Antonino Faroni.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa,
Departamento de Engenharia Agrícola, 2021.

Referências bibliográficas: f. 34-40.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2022.065>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Grãos - Armazenamento - Doenças e danos. 2. Pragas
agrícolas - Controle. 3. Insetos predadores. 4. Grãos -
Resistência a doenças e pragas. I. Faroni, Lêda Rita D'Antonino,
1953-. II. Universidade Federal de Viçosa. Departamento de
Engenharia Agrícola. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Agrícola. III. Título.

CDD 22. ed. 631.568

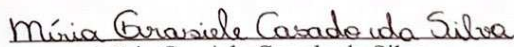
MÍRIA GRASIELE CASADO DA SILVA


ESTIMATIVA DOS TEMPOS LETAIS PARA *Sitophilus zeamais* E *Rhizopertha dominica* SUBMETIDOS A DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE OZÔNIO EM GRÃOS DE MILHO E TRIGO

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 8 de março de 2021.

Assentimento:


Míria Grasielle Casado da Silva
Autora


Lêda Rita D'Antonino Faroni
Orientadora

À minha avó materna, Miriam Casado da Silva (in memoriam) e a minha mãe, minha grande fonte de força e determinação, Deusimar Casado da Silva.
DEDICO.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pela sua infinita bondade, pelo dom da vida, por me capacitar e me dá forças, para concluir essa importante etapa.

À minha querida mãe, Deusimar Casado da Silva, a quem dedico este trabalho, por me amar incondicionalmente, pelas orações, por acreditar em mim e me inspirar todos os dias em lutar pelos meus sonhos.

À Universidade Federal de Viçosa (UFV), ao Departamento de Engenharia Agrícola (DEA) e ao Laboratório de pós-colheita, por me fornecer suporte para cursar o mestrado e desenvolver os experimentos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa de estudo.

À Prof.^a Dra. Leda Rita D'Antonino Faroni pela orientação e conhecimento compartilhado.

Aos membros da banca, Prof. Dr. Adalberto Hipólito de Souza e Prof. Dr. Ernandes Rodrigues de Alencar, pelas valiosas contribuições e sugestões no desenvolvimento e conclusão deste trabalho.

À estagiária, Kesleyane Pereira Camilo, por toda ajuda na execução dos experimentos, companheirismo, paciência, dedicação, amizade e risadas. O trabalho se tornava mais leve, ao dividi-lo com uma grande amiga. Agradeço de coração!

Ao companheiro de laboratório e amigo, Marcus Vinícius de Assis Silva, que com prazer, sempre me ajudou com as análises, montagem de experimentos e escrita do texto. Um grande profissional, que me inspiro. Gratidão!

Ao João Roberto Villette Gripp Modesto, pela paciência, carinho, amor e por estar sempre comigo nos dias em que a jornada se mostrou difícil. Seu companheirismo foi de fundamental importância para que eu concluísse essa importante etapa da minha vida.

Aos colegas de laboratório, Eugênio, Jackson, Daniel, Adriana, Carolayne, João Victor e Célia, pelo companheirismo e troca de conhecimento, ao longo do curso.

Aos técnicos administrativos do laboratório, José Geraldo e Edson, pelas ajudas e conversas diárias.

Aos amigos que fiz em Viçosa, em especial à Daiana, que acompanha e divide comigo as dores e alegrias, desde quando cheguei em Viçosa.

A todos os professores e aos funcionários da UFV que contribuíram com a minha formação.

A todos aqueles que direta ou indiretamente, contribuíram para realização deste trabalho e para o meu crescimento pessoal e profissional.

MUITO OBRIGADA!

“O correr da vida embrulha tudo. A vida é assim: esquenta e esfria, aperta e daí afrouxa, sossega e depois desinquieta. O que ela quer da gente é coragem.”
(Guimarães Rosa)

“Não importa o que aconteça, continue a nadar.”
(Graham Walters)

RESUMO

SILVA, Míria Grasielle Casado da, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, março de 2021. **Estimativa dos tempos letais para *Sitophilus zeamais* e *Rhyzopertha dominica* submetidos a diferentes concentrações de ozônio em grãos de milho e trigo.** Orientadora: Lêda Rita D'Antonino Faroni.

O gás ozônio tem demonstrado ser uma alternativa eficiente no controle de insetos-praga, como *Sitophilus zeamais* e *Rhyzopertha dominica*, que são capazes de infestar grãos inteiros como milho, trigo, cevada, arroz em casca ou beneficiado, dentre outros. O objetivo deste estudo foi determinar a toxicidade do gás ozônio em diferentes concentrações sobre os insetos adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* e avaliar o processo de saturação do gás ozônio na massa de grãos de milho e trigo, estimando-se os tempos letais para 50% (TL₅₀) e 95% (TL₉₅) dos insetos adultos na massa de grãos. Foram utilizadas gaiolas com capacidade de 35 mL para expor os insetos ao gás ozônio no protótipo. A determinação do tempo de saturação deu-se a partir da utilização de massas de grãos de 8 kg de milho e trigo, expostos em concentrações de entrada pré-definidas. A partir das concentrações de saturação, foram estimados os tempos letais dos insetos em estudo, na massa de grãos. A mortalidade dos insetos adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* foi significativamente afetada, ao serem expostos as concentrações de entrada de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹ e tempos de exposição. Determinaram-se as TL₅₀ e TL₉₅ para ambas as espécies e, posteriormente, os dados foram ajustados ao modelo $C^{(n)} \cdot t = K$. Obtiveram-se maiores tempos letais para adultos de *R. dominica*. Os tempos de saturação do ozônio para grãos de milho expostos às concentrações de entrada de 2,02; 6,17; 8,32 e 10,35 mg L⁻¹ foram de 377,09; 81,29; 72,15; 47,61 min, respectivamente. Para os grãos de trigo, os tempos de saturação do ozônio para as concentrações de 1,26; 6,48; 8,40 e 10,06 mg L⁻¹ foram equivalentes a 160,43; 133,68; 67,34 e 39,65 min, respectivamente. A partir desses dados obtiveram-se as concentrações de saturação e estimaram-se os tempos letais para cada espécie. Os resultados desse estudo apresentaram evidências que os insetos adultos de *R. dominica* são mais tolerantes ao ozônio que adultos de *S. zeamais*. O fator tempo é componente determinante na mortalidade desses insetos quando expostos ao gás ozônio. Para controlar *S. zeamais* e *R. dominica*, é necessário adotar maiores tempos de exposição ao ozônio, quando aplicado em grãos de milho, em comparação com grãos de trigo.

Palavras-chave: Armazenamento. Controle. Insetos-praga. Resistência.

ABSTRACT

SILVA, Míria Grasielle Casado da, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, March, 2021. **Estimative of lethal times for *Sitophilus zeamais* and *Rhyzopertha dominica* submitted to diferente concentrations of ozone in corn and wheat grains.** Advisor: Lêda Rita D'Antonino Faroni.

Ozone gas has proven to be an efficient alternative in the control of insect pests, such as *Sitophilus zeamais* and *Rhyzopertha dominica*, which are capable of infesting whole grains such as corn, wheat, barley, unhusked or processed rice, among others. The objective of this study was to determine the toxicity of ozone gas at different concentrations on adult insects of *S. zeamais* and *R. dominica* and to evaluate the process of ozone gas saturation in corn and wheat grain mass, estimating the lethal times for 50% (TL₅₀) and 95% (TL₉₅) of the adult insects in the grain mass. Cages with a capacity of 35 mL were used to expose the insects to ozone gas in the prototype. The saturation time was determined using grain masses of 8 kg of corn and wheat, exposed at pre-defined input concentrations. From the saturation concentrations, the lethal times of the study insects in the mass of grain were estimated. The mortality of adult insects of *S. zeamais* and *R. dominica* was significantly affected when exposed to input concentrations of 0.14; 0.52; 1.01; 2.02; 3.03; 4.24; 6.28 and 8.16 mg L⁻¹ and exposure times. TL₅₀ and TL₉₅ were determined for both species, and subsequently, the data were fitted to the C(n) - t = K model. Longer lethal times were obtained for adults of *R. dominica*. Ozone saturation times for corn kernels exposed to input concentrations of 2.02; 6.17; 8.32 and 10.35 mg L⁻¹ were 377.09; 81.29; 72.15; 47.61 min, respectively. For wheat grains, the ozone saturation times for the concentrations of 1.26; 6.48; 8.40 and 10.06 mg L⁻¹ were equivalent to 160.43; 133.68; 67.34 and 39.65 min, respectively. From these data the measurement times and estimates obtained for each type were obtained. The results of this study presented evidence that adult insects of *R. dominica* are more tolerant to ozone than adults of *S. zeamais*. The time factor is a determining component in the mortality of these insects when exposed to ozone gas. In order to control *S. zeamais* and *R. dominica*, it is necessary to adopt longer ozone exposure times when applied to corn grains, in comparison with wheat grains.

Keywords: Storage. Control. Pest insects. Resistance.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	10
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	13
2.1 Criações dos insetos.....	13
2.2 Obtenção do ozônio	13
2.3 Condições de ozonização e procedimento experimental	14
2.4 Bioensaios de toxicidade	15
2.5 Processo de saturação do gás ozônio em grãos de milho e trigo	16
2.6 Estimativas dos tempos de exposição letais para 50 e 95% dos insetos adultos (TL ₅₀ e TL ₉₅) na massa de grãos.....	17
2.7 Análises estatísticas	17
3. RESULTADOS	18
3.1 Toxicidade do gás ozônio para <i>Sitophilus zeamais</i> e <i>Rhyzopertha dominica</i>	18
3.2 Processo de saturação do gás ozônio em grãos de milho e trigo	23
3.3 Estimativas dos tempos de exposição letais para 50 e 95% dos insetos adultos (TL ₅₀ e TL ₉₅) na massa de grãos.....	27
4. DISCUSSÃO	29
4.1 Toxicidade do gás ozônio para <i>Sitophilus zeamais</i> e <i>Rhyzopertha dominica</i> na ausência de grãos.....	29
4.2 Processo de saturação do gás ozônio em grãos de milho e trigo	31
4.3 Estimativas dos tempos de exposição letais para 50 e 95% dos insetos adultos (TL ₅₀ e TL ₉₅) na massa de grãos de milho e de trigo	31
5. CONCLUSÕES	33
REFERÊNCIAS.....	34

1. INTRODUÇÃO

O Brasil se destaca como um dos maiores produtores de grãos do mundo (USDA, 2020). A estimativa da produção brasileira para a safra 2020/2021 é de 268,3 milhões de toneladas, sendo 4,4% superior ao quantitativo obtido na safra 2019/2020 (CONAB, 2021). Entre as culturas de grãos, milho e trigo estão entre os cereais mais importantes e ricos em amido, contribuem com mais da metade de todas as calorias consumidas pelos seres humanos, além de serem fontes de proteína, fibra alimentar e minerais na dieta de diversos animais (AWIKA, 2011).

No ambiente de armazenamento, os grãos estão expostos a um ecossistema dinâmico, em que danos são ocasionados por fatores bióticos e abióticos, que refletem na perda do produto armazenado, tanto em qualidade, como em quantidade (OERKE, 2005; OLIVEIRA et al., 2014). Dentre os fatores bióticos destacam-se os insetos-praga, os quais são responsáveis por grandes perdas em grãos armazenados, como perda de peso, valores nutricionais, viabilidade de sementes, dentre outras. Além de ser porta de entrada para contaminações por microrganismos, provocando consequentemente rejeição do consumidor e perdas econômicas (FARONI e SILVA, 2008). Entre os fatores abióticos destacam-se a temperatura e o teor de água dos grãos. Os danos provocados por estes insetos devem ser mensurados diretamente em termos econômicos, quantitativos, qualitativos e nutricionais. Portanto as principais perdas provocadas por estes insetos são a redução da massa e/ou volume, perda do valor monetário dos alimentos, redução do valor nutricional, redução na qualidade fisiológica e capacidade de germinação e o aumento da temperatura e do teor de água (CANEPPELE et al., 2003; FARONI e SILVA, 2008; RESENDE et al., 2008; SILVA et al., 2012).

Boas práticas de armazenamento devem ser adotadas, em todas as etapas da produção agrícola, visando minimizar perdas, proporcionando condições desfavoráveis ao desenvolvimento de insetos, roedores e microrganismos. Com objetivo de garantir a qualidade final do produto agrícola, bem como a saúde, bem-estar e a segurança do trabalhador rural e consumidores (PIMENTEL et al., 2009; BARONI; BENEDETI; SEIDEL, 2017).

Mais de 600 espécies de insetos de produtos armazenados já foram identificadas no mundo, das quais cerca de 100 espécies são conhecidas por causar grandes perdas econômicas. A maioria dessas espécies de insetos-praga pertence às ordens Coleoptera (besouros, gorgulhos e brocas), Lepidoptera (mariposas) e Psocoptera (psocídeos) (HAGSTRUM e SUBRAMANYAM, 2006). Dentre os principais insetos-praga de grãos de cereais armazenados, destacam-se o gorgulho do milho, *Sitophilus zeamais* (Mots.) (Coleoptera:

Curculionidae), e o menor broqueador de grãos, *Rhyzopertha dominica* (Fabr.) (Coleoptera: Bostrichidae). Essas espécies estão presentes em quase todas as unidades armazenadoras de grãos no Brasil (FARONI e SOUSA, 2008) e são capazes de infestar grãos inteiros como milho, trigo, cevada, arroz em casca ou beneficiado, dentre outros (HAGSTRUM e SUBRAMANYAM, 2006). Destaca-se que em condições favoráveis de desenvolvimento, os insetos-praga de grãos armazenados, podem chegar a danificar 100% dos grãos e contaminá-los com seus excrementos e exoesqueletos, resultando em odores e sabores indesejáveis (DEMISSIE, TEFERA e TADESSE, 2008). A relação entre temperatura, umidade e período de armazenamento são fundamentais para a tomada de decisão das condições ideais de armazenamento de grãos (ZIEGLER, PARAGINSKI e FERREIRA, 2021). A infestação por insetos-praga é o fator biótico mais influente na deterioração de grãos armazenados. As temperaturas de sobrevivência desses insetos, podem variar entre 8 e 41°C, com temperaturas ótimas entre 25 e 35°C para a maioria das espécies e esse aumento da temperatura favorece uma maior infestação, elevação da umidade relativa, devido à atividade metabólica, desencadeando o crescimento de microrganismos e aumento do risco de micotoxinas (NEETHIRAJAN et al., 2007; MOSES, JAYAS e ALAGUSUNDARAM, 2015).

Nesse cenário, é fundamental a adoção de métodos de controle dos insetos-praga de grãos armazenados, de tal forma a reduzir as perdas tanto qualitativas quanto quantitativas. Dentre os métodos utilizados, tem-se o controle químico. Por ser efetivo, de baixo custo e fácil manejo, o controle químico tem sido a forma mais utilizada para o controle de pragas de grãos armazenados. Os principais inseticidas utilizados são os protetores (piretróides e organofosforados) e o fumigante fosfina (SOUSA et al., 2008; FREITAS et al., 2017; PLUMIER, SCHRAMM e MAIER, 2018; ARORA, STANLEY e SRIVASTAVA, 2021). Porém, o uso contínuo e indiscriminado destes inseticidas ao longo dos anos tem favorecido o desenvolvimento de populações de insetos resistentes (PIMENTEL et al., 2009; DAGLISH et al., 2015; FERROZ et al., 2020; AFFUL et al., 2021), além de oferecerem riscos à saúde humana e ao meio ambiente (WAKIL et al., 2013).

No que refere ao gás fosfina (PH₃), existem relatos nos quais foi avaliada a relação entre concentração e tempo de exposição para controle de insetos-praga de grãos armazenados (WINKS, 1984; COLLINS et al., 2005). Winks (1984) determinou a toxicidade da fosfina para adultos de *Tribolium castaneum* (Herbst), buscando a relação do período de exposição e dosagem. Nesse estudo o autor obteve um modelo para explicar a mortalidade dos insetos em função da dose de fosfina e período de exposição. Collins et al. (2005) determinaram a toxicidade da fosfina em insetos adultos de *R. dominica* expostos a várias combinações de

concentrações do gás e tempos de exposição. Posteriormente o modelo proposto por Collins et al. (2005) foi utilizado em modelagem para explicar a mortalidade de *R. dominica* em função da posição e período de exposição em um silo de tamanho real (IZA et al., 2016; AGRAFIOTI et al., 2020).

Ainda com relação à fosfina, é importante mencionar que o uso contínuo e de maneira inadequada tem induzido resistência nos insetos-praga de grãos armazenados (GAUTAM et al., 2020; YADAV, SRIVASTAVA e SABTHARISHI, 2020). Dessa forma, a busca por alternativas eficazes é cada vez mais importante. Nesse sentido, o gás ozônio tem demonstrado ser uma alternativa promissora, por se tratar de um forte agente oxidante (ISIKBER e ATHANASSIOU, 2015), capaz de penetrar em grandes massas de grãos, com grande potencial inseticida para ser empregado no controle de pragas de grãos armazenados. (SOUSA et al., 2008; MCDONOUGH et al., 2011; SILVA et al., 2019). Seu uso é ecologicamente correto, pode ser facilmente gerado com eletricidade e ar seco no local, se decompõe rapidamente em oxigênio molecular, não deixando resíduos no produto aplicado (JIAN et al., 2013). Entretanto a literatura ainda é limitada sobre estudos que relatem as concentrações e tempos de exposição recomendados para o controle de insetos-praga.

A eficácia do gás ozônio depende de fatores como o tempo de exposição, temperatura e composição química do produto (MISRA, 2015). Por apresentar um tempo de meia vida de 20 a 40 minutos sob pressão atmosférica (KELLS et al., 2001), sua aplicação tem sido feita na operação de aeração, caracterizada pela movimentação forçada de ar, possibilitando aproveitar o sistema de aplicação de ar já existente para transportar o gás através da massa de grãos (WHITE et al., 2010). Em uma aplicação eficiente é necessário o conhecimento de parâmetros como o tempo de saturação, de forma a entender como ocorre a dispersão e reação do O₃ com os grãos, para que se possa estabelecer critérios como tempo de exposição e concentração para aplicações em grandes volumes.

Diante do exposto, este estudo teve como objetivo determinar a toxicidade do gás ozônio em diferentes concentrações sobre os insetos adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* e avaliar o processo de saturação do gás ozônio na massa de grãos de milho e trigo, estimando-se os tempos letais para 50% (TL₅₀) e 95% (TL₉₅) dos insetos adultos na massa de grãos.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Os experimentos foram conduzidos no laboratório de Pós-Colheita, localizado no setor de Armazenamento e Processamento de Produtos Agrícolas do Departamento de Engenharia Agrícola (DEA) da Universidade Federal de Viçosa (UFV), Viçosa, Minas Gerais, Brasil.

2.1 Criações dos insetos

Insetos adultos das espécies *R. dominica* e *S. zeamais* foram utilizados nos experimentos. As criações foram obtidas a partir de 100 insetos adultos, não-sexados, com idade de até três semanas coletados dos municípios de Jataí, Goiás, Brasil para as criações de *S. zeamais* e de Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil para as criações de *R. dominica*. As criações foram mantidas em frascos de vidro com capacidade para 1,6 L, com 300 g de substrato alimentar, composto por grãos de trigo para *R. dominica* e milho para *S. zeamais*. As tampas dos frascos de vidro foram perfuradas e revestidas com tecido tipo organza, para permitir as trocas gasosas e impedir a fuga dos insetos. Os frascos de vidro foram mantidos em câmaras climáticas do tipo B.O.D, sob condições constantes de temperatura (27 ± 2 °C), umidade relativa $70\pm 5\%$ e escotofase de 24 h, para as criações de *S. zeamais*, e sob condições constantes de temperatura (30 ± 2 °C), umidade relativa $70\pm 5\%$ e escotofase de 24 h, para as criações de *R. dominica*.

2.2 Obtenção do ozônio

Para obtenção do gás ozônio, foi utilizado um gerador (My Ozone, modelo portátil, Brasil) alimentado por um concentrador de oxigênio (Philips Electronics N.V, modelo portátil Everflo óxygen concentrador, México) com pureza de $90\pm 3\%$ e isento de umidade. A vazão volumétrica utilizada para a produção de ozônio foi de 3 L min^{-1} .

Na geração do ozônio (O_3), o gás oxigênio (O_2) passa por um reator refrigerado, onde existe uma descarga por barreira dielétrica. Essa descarga é produzida por ao aplicar uma alta voltagem entre dois eletrodos paralelos, tendo entre eles um dielétrico (vidro) e um espaço livre por onde escoo o oxigênio. Nesse espaço livre é produzida uma descarga em forma de filamentos, onde são gerados elétrons com energia suficiente para produzir a quebra das moléculas de oxigênio formando o ozônio (O_3). A quantificação da concentração residual do gás ozônio foi realizada por meio de titulação indireta, pelo método iodométrico, conforme descrito por Clescerl, Greenberg e Eaton (2000), reconhecido pela Associação Internacional de Ozônio (IOA).

2.3 Condições de ozonização e procedimento experimental

Para exposição dos insetos ao gás ozônio, foram confeccionadas gaiolas a partir de recipientes plásticos de 35 mL. As gaiolas tiveram o fundo, a tampa e parte das laterais substituída por tecido tipo organza. Com o objetivo de permitir a livre passagem do gás atmosférico e do gás ozônio no sentido radial e longitudinal. Foram utilizadas quatro repetições, cada uma com 20 insetos adultos não-sexados, com idade de até três semanas para a espécie *R. dominica* e insetos de até uma semana para a espécie *S. zeamais*. No controle foi utilizado gás oxigênio com pureza mínima de 99,99%. As gaiolas foram posicionadas sobre uma tela metálica situada a 10 cm da base da câmara de ozonização.

A câmara de ozonização consistiu em um protótipo cilíndrico de PVC (14,5 cm de largura x 28 cm de altura), onde pontos de injeção e saída do gás foram instalados na base e no topo da coluna cilíndrica do protótipo, respectivamente. E o ozônio residual foi direcionado para um ponto de degradação, composto por um frasco de vidro contendo uma solução de iodeto de potássio (KI) 2% (SILVA et al., 2019). O esquema experimental do procedimento está apresentado na Figura 1.

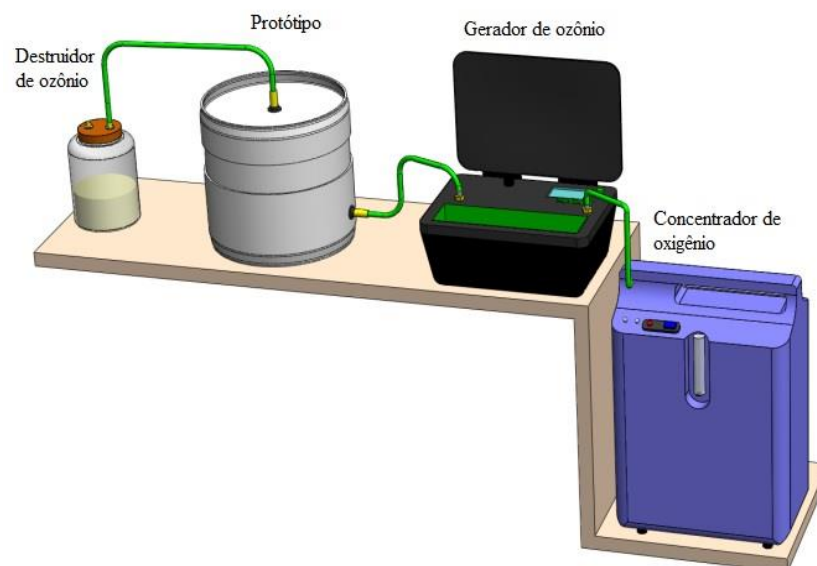


Figura 1 - Configuração experimental de injeção do gás.

2.4 Bioensaios de toxicidade

A toxicidade do ozônio para os insetos adultos de *R. dominica* e *S. zeamais* foi avaliada por meio de estimativas dos tempos de exposição letais para 50% (TL₅₀) e 95% (TL₉₅) dos insetos adultos, para diferentes concentrações de entrada do ozônio. As concentrações testadas foram 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹. Para escolha destas concentrações, buscou-se estabelecer uma faixa de concentrações nos testes preliminares, onde houvesse mortalidade dos insetos da mais baixa concentração com um tempo de exposição longo e da mais alta concentração, com um tempo de exposição curto.

Após a realização dos ensaios de toxicidade, os insetos foram transferidos para placas de petri e, posteriormente, colocados em uma câmara climática do tipo B.O.D. a 30±2 °C para *R. dominica* e a 27±2 °C para *S. zeamais*. Depois de 24 horas o número de insetos vivos e mortos foi contabilizado. Foram considerados insetos mortos àqueles que não responderem a estímulos realizados com o auxílio de um pincel. Os dados de mortalidade foram corrigidos em função da mortalidade no controle (ABBOT, 1925).

$$Mc(\%) = \frac{\%Mo - \%Mt}{100 - \%Mt} \times 100 \quad (\text{Equação 1})$$

Onde:

Mc = Mortalidade corrigida;

Mo = Mortalidade observada;

Mt = Mortalidade na testemunha.

Os tempos de exposição correspondentes a TL₅₀ e TL₉₅ obtidos para as diferentes concentrações de entrada do gás foram ajustados a Equação 2, na forma linearizada (Equação 3). Este modelo tem sido utilizado para descrever a relação entre concentrações de fosfina e tempos letais para insetos praga de grãos armazenados (DAGLISH et al., 2004; COLLINS et al., 2005).

$$C^{(n)} \cdot t = k \quad (\text{Equação 2})$$

$$\log t = a - n \cdot \log C \quad (\text{Equação 3})$$

Em que:

C é a concentração do gás O₃ (mg L⁻¹);

t é o tempo para mortalidade de 50 ou 95% dos insetos (min);

a, *k* e *n* são as constantes da equação referentes a cada espécie estudada.

2.5 Processo de saturação do gás ozônio em grãos de milho e trigo

O tempo de saturação foi determinado para diferentes concentrações de entrada de ozônio, sendo 2,02; 6,17; 8,32 e 10,35 mg L⁻¹, para grãos de milho e 1,26; 6,48; 8,40 e 10,06 mg L⁻¹, para grãos de trigo. As concentrações de entrada utilizadas nessa etapa foram definidas com o intuito de atingir concentrações do gás no espaço intergranular, que permanecessem na faixa adotada nos bioensaios de mortalidade. Para a determinação do tempo de saturação utilizou-se um cilindro de PVC de (300 x 200 mm) com capacidade para 8 kg de grãos e vazão específica utilizada foi de 0,5 m³ min⁻¹ t⁻¹. A vazão específica adotada no presente estudo está dentro dos limites recomendado para aeração de grãos de varia de 0,1 a 0,55 m³ min⁻¹ t⁻¹ (KALIAN et al., 2007; OLATUNDE et al., 2016; YANG et al., 2017). A 10 cm do fundo do recipiente, foi colocada uma tela metálica para sustentação dos grãos e formação de um “plenum”, para melhor distribuição do gás. Nas tampas inferior e superior da câmara, foram instaladas conexões para injeção e exaustão do gás, respectivamente.

O procedimento foi realizado conforme metodologia descrita por Alencar et al. (2011). Para isso, o gás ozônio foi injetado na base da coluna de grãos e a concentração foi monitorada em intervalos de tempo regulares, no ponto de saída do gás. A condição de saturação da massa de grãos foi alcançada quando as leituras da concentração de ozônio assumiram valores constantes. Uma equação sigmoide foi ajustada aos dados experimentais para explicar a relação entre a concentração e o tempo de exposição. (Equação 4).

$$C = \frac{a}{\left(1 + e^{\frac{-(t-X_0)}{b}}\right)} \quad (\text{Equação 4})$$

Em que:

C = concentração (mg L⁻¹);

t = tempo (min);

a, X₀ e b = constantes da equação.

O tempo de saturação, para cada concentração de entrada, foi obtido por meio dos valores das constantes X₀ e b da equação sigmoide ajustada aos dados de saturação (ALENCAR et al., 2011; VENEGAS, HARRIS e SIMON, 1998) (Equação 5).

$$t_{\text{sat}} = X_0 + 2b \quad (\text{Equação 5})$$

Em que:

t_{sat} = Tempo de saturação.

Conhecendo-se o tempo de saturação, foi possível calcular a concentração de saturação para cada concentração de entrada do ozônio, utilizando-se a Equação 4. E a partir desses resultados, traçar a relação entre concentração de entrada e concentração de saturação.

2.6 Estimativas dos tempos de exposição letais para 50 e 95% dos insetos adultos (TL₅₀ e TL₉₅) na massa de grãos

De posse dos resultados das concentrações de saturação, foram calculados os valores estimados das TL₅₀ e TL₉₅ para os insetos adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* na massa de grãos de milho e trigo, respectivamente. A partir dos resultados obtidos nas Equações 2 e 3.

2.7 Análises estatísticas

Adotou-se Delineamento Inteiramente Casualizado, com quatro repetições. Os dados de mortalidade em função da concentração e tempo de exposição ao ozônio foram submetidos à análise de PROBIT por meio do software SAS, versão 9.0. Os resultados experimentais do processo de saturação do gás ozônio na massa de grãos de milho e trigo foram submetidos a análise de regressão por meio do software SigmaPlot, versão 12.0.

3. RESULTADOS

3.1 Toxicidade do gás ozônio para *Sitophilus zeamais* e *Rhyzopertha dominica*

Nas Tabelas 1 e 2 são apresentados os resultados de toxicidade do gás ozônio para *S. zeamais* e *R. dominica* nas concentrações analisadas. A mortalidade dos insetos adultos de ambas as espécies foi significativamente afetada pela concentração de entrada do ozônio e tempo de exposição.

O modelo probit se mostrou adequado para os resultados dos bioensaios de tempo-mortalidade para as duas espécies de insetos-praga do estudo, pois apresentou baixos valores de Qui-quadrado (χ^2) (<9,00) e valores elevados de *P* (>0,05), indicando adequação dos dados ao modelo para as estimativas das curvas de tempo-mortalidade (Tabelas 1 e 2). O modelo possibilitou as estimativas dos tempos-letais para os insetos das espécies *S. zeamais* e *R. dominica* quando submetidos ao tratamento com o gás ozônio nas concentrações de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹.

Apresentam-se, na Tabela 1, os tempos letais de exposição do ozônio necessários para ocasionar 50% e 90% de mortalidade de adultos de *S. zeamais*. No que se refere a TL₅₀ para adultos de *S. zeamais*, obtiveram-se valores equivalentes a 645,32; 238,30; 137,77; 97,56; 59,88; 54,85; 44,47; 24,49 min, para as concentrações de entrada do ozônio de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹, respectivamente. Quanto a TL₉₅, os valores obtidos foram iguais a 1353; 681,90; 333,52; 317,38; 181,79; 130,61; 103,43; 63,22 min, para as concentrações do ozônio de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹, respectivamente.

Quanto aos adultos de *R. Dominica* expostos ao gás ozônio, os valores de TL₅₀ foram de 1811; 773,14; 386,06; 242,12; 195,38; 110,71; 83,00; 58,47 min, quando se adotaram as concentrações do ozônio de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹ (Tabela 2). Com relação a TL₉₅, para as concentrações do ozônio de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹, foram obtidos tempos letais iguais a 4526; 1519; 1217; 784,73; 592,47; 350,92; 255,65; 176,33 min, respectivamente.

Tabela 1 - Toxicidade do gás ozônio para *S. zeamais* nas concentrações de 8,16; 6,28; 4,24; 3,03; 2,02; 1,01; 0,52 e 0,15 mg L⁻¹.

Concentração de O ₃ (mg L ⁻¹)	n	Inclinação (± EPM)	TL ₅₀ (IC 95%) (min)	TL ₉₅ (IC 95%) (min)	χ ²	gl	P
8,16	319	3,99 (0,33)	24,49 (21,96 – 27,18)	63,22 (54,10 – 77,43)	2,05	2	0,36
6,28	400	4,49 (0,44)	44,47 (40,77 – 47,92)	103,43 (90,77 – 124,35)	4,43	3	0,22
4,24	320	4,37 (0,37)	54,85 (49,63 – 60,48)	130,61 (112,63 – 158,57)	1,75	2	0,42
3,03	480	3,41 (0,26)	59,88 (53,59 – 66,08)	181,79 (158,02 – 217,20)	5,60	4	0,23
2,02	560	3,21 (0,26)	97,56 (88,56 – 106,46)	317,38 (271,67 – 389,46)	8,04	5	0,15
1,01	560	4,28 (0,31)	137,77 (127,13 – 148,17)	333,52 (299,08 – 382,61)	5,63	5	0,34
0,52	401	3,60 (0,30)	238,30 (216,24 – 262,51)	681,90 (574,60 – 856,57)	2,52	3	0,47
0,14	400	5,11 (0,41)	645,32 (591,95 – 698,77)	1353 (1210 – 1561)	4,05	3	0,26

n - Número de insetos utilizados; EPM - Erro padrão da média; TL - Tempo letal; IC 95% - Intervalo de confiança a 95% de probabilidade; χ² - Qui-quadrado; gl - Graus de liberdade; P - Probabilidade.

Tabela 2 - Toxicidade do gás ozônio para *R. dominica* nas concentrações de 8,16; 6,28; 4,24; 3,03; 2,02; 1,01; 0,52 e 0,15 mg L⁻¹.

Concentração de O ₃ (mg L ⁻¹)	n	Inclinação (± EPM)	TL ₅₀ (IC 95%) (min)	TL ₉₅ (IC 95%) (min)	χ^2	gl	P
8,16	320	3,43 (0,29)	58,47 (51,71 – 65,79)	176,33 (147,18 – 223,54)	3,79	2	0,15
6,28	398	3,37 (0,28)	83,00 (73,49 – 92,59)	255,65 (217,73 – 315,09)	2,47	3	0,48
4,24	473	3,28 (0,28)	110,71 (99,16 – 121,93)	350,92 (299,71 – 433,18)	6,28	4	0,18
3,03	558	3,41 (0,27)	195,38 (179,26 – 211,81)	592,47 (507,34 – 727,57)	8,93	5	0,11
2,02	320	3,22 (0,28)	242,12 (213,79 – 273,64)	784,73 (641,25 – 1029)	4,55	2	0,10
1,01	400	3,30 (0,32)	386,06 (338,00 – 430,58)	1217 (1033 – 1528)	4,69	3	0,20
0,52	320	5,61 (0,62)	773,14 (710,50 – 835,48)	1519 (1336 – 1830)	3,29	2	0,19
0,14	320	4,13 (0,37)	1811 (1640 – 1990)	4526 (3883 – 5567)	2,09	2	0,35

n - Número de insetos utilizados; EPM - Erro padrão da média; TL - Tempo letal; IC 95% - Intervalo de confiança a 95% de probabilidade; χ^2 - Qui-quadrado; gl - Graus de liberdade; P - Probabilidade.

Observou-se que os tempos de exposição ao gás ozônio, necessários para ocasionar a mortalidade de 50% (TL₅₀) e 95% (TL₉₅) dos insetos adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* aumentaram à medida que a concentração do gás diminuía (Tabelas 1 e 2). Os maiores tempos de exposição obtidos foram de 1811 (TL₅₀) e 4526 min (TL₉₅) para *R. dominica*, enquanto que para a espécie *S. zeamais* foi de 645,32 (TL₅₀) e 1353 min (TL₉₅) na concentração de 0,14 mg L⁻¹. O mesmo desempenho é observado para as demais concentrações, indicando que o gás ozônio é capaz de controlar os insetos adultos de *S. zeamais* de maneira mais rápida que os insetos adultos de *R. dominica*.

Não foi observada sobreposição nos intervalos de confiança ou intervalos fiduciais das TL₅₀ nos resultados de toxicidade para *R. dominica*, enquanto que para *S. zeamais* foi observada sobreposição dos intervalos de confiança entre as TL₅₀ das concentrações de 4,24 e 3,03 mg L⁻¹ (Tabelas 1 e 2). Dessa forma, estatisticamente, não há diferença significativa entre os tempos letais comparados para essas duas concentrações. Observou-se ainda que para a TL₉₅ houve sobreposição dos intervalos de confiança, exceto nas concentrações do ozônio de 3,03 e 0,14 mg L⁻¹ para os adultos de *R. dominica* e nas concentrações do ozônio de 8,16; 0,52 e 0,14, para os adultos de *S. zeamais*.

Nas Figuras 2A e 2B são apresentados os valores para as TL₅₀ e TL₉₅ de *S. zeamais* e *R. dominica*, respectivamente, em função das concentrações do ozônio, em escala logarítmica. A relação entre concentração de ozônio – C e o tempo de exposição t foram descritas pelo modelo $C^{(n)} \cdot t = k$, bem como por suas respectivas equações linearizadas (Tabela 3). Na Tabela 3, verifica-se que os valores de n para as TL₅₀ foram de 0,75 e 0,84 para *S. zeamais* e *R. dominica*, respectivamente. E para as TL₉₅, os valores de n foram de 0,72 e 0,76 para *S. zeamais* e *R. dominica*, respectivamente.

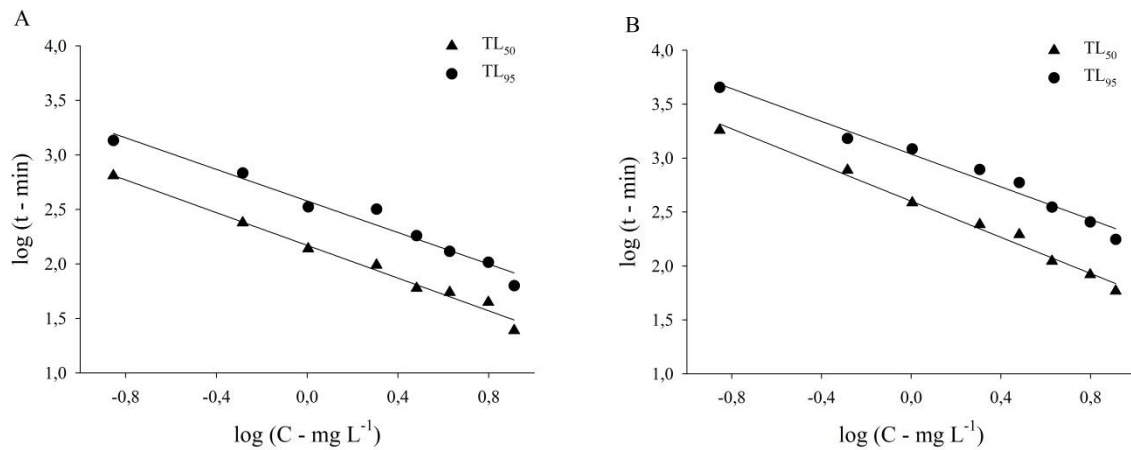


Figura 2 - Valores de TL₅₀ e TL₉₅ obtidos pela exposição dos insetos *S. zeamais* (A) e *R. dominica* (B) expostos a diferentes concentrações de entrada do ozônio e tempos de exposição.

Tabela 3 - Modelos ajustados e seus respectivos coeficientes de determinação R^2 e equações linearizadas, referentes aos tempos letais (TL₅₀ e TL₉₅) em função da concentração de entrada do ozônio (C) para *S. zeamais* e *R. dominica*.

Espécie	TL	Equações ajustadas	R^2	$C^n * t = k$
<i>Sitophilus zeamais</i>	TL ₅₀	$\log(t) = 2,17 - 0,75 * \log(C)$	0,99	$C^{0,75} * t = 147,91$
	TL ₉₅	$\log(t) = 2,58 - 0,72 * \log(C)$	0,97	$C^{0,72} * t = 380,02$
<i>Rhyzopertha dominica</i>	TL ₅₀	$\log(t) = 2,60 - 0,84 * \log(C)$	0,99	$C^{0,84} * t = 398,11$
	TL ₉₅	$\log(t) = 3,04 - 0,76 * \log(C)$	0,97	$C^{0,76} * t = 1.096,48$

C - Concentração do gás O₃ (mg L⁻¹); t - Tempo para mortalidade de 50 ou 95% dos insetos (min); n, k - constantes da equação referentes a cada espécie estudada.

3.2 Processo de saturação do gás ozônio em grãos de milho e trigo

São apresentadas as curvas referentes ao comportamento da concentração residual do gás ozônio em função do tempo de exposição, durante o processo de saturação da massa de grãos de milho e trigo, respectivamente. Apresentam-se, nas Tabelas 4 e 5, as equações de regressão ajustadas e seus respectivos coeficientes de determinação R^2 , para a concentração residual do ozônio em função do tempo, assim como a relação entre concentração de saturação (C_{sat}) e concentração de entrada do ozônio (C_0).

Os tempos de saturação do ozônio para grãos de milho expostos às concentrações de entrada de 2,02; 6,17; 8,32 e 10,35 mg L⁻¹ foram de 377,09; 81,29; 72,15; 47,61 min, respectivamente (Tabela 4). Para os grãos de trigo, os tempos de saturação do ozônio para as concentrações de 1,26; 6,48; 8,40 e 10,06 mg L⁻¹ foram equivalentes a 160,43; 133,68; 67,34 e 39,65 min, respectivamente (Tabela 5).

No que se refere às concentrações de saturação do ozônio, para grãos de milho, foram obtidos valores iguais a 0,72; 2,34; 4,50 e 6,61 mg L⁻¹, para concentrações de entrada de 2,02; 6,17; 8,32 e 10,35 mg L⁻¹, respectivamente (Tabela 4). Para grãos de trigo, as concentrações de saturação foram equivalentes a 0,69; 4,13; 5,62 e 6,88 mg L⁻¹, quando se adotaram as concentrações do ozônio de 1,26; 6,48; 8,40 e 10,06 mg L⁻¹, respectivamente (Tabela 5).

Para a relação C_{sat}/C_0 , obtiveram-se valores entre 0,36 e 0,64, para grãos de milho, e entre 0,55 e 0,68, para grãos de trigo. É importante destacar que houve tendência de aumento da relação C_{sat}/C_0 , à medida que se elevou a concentração de entrada do gás. Destaca-se que o aumento da relação C_{sat}/C_0 foi mais expressivo quando se utilizou grãos de milho.

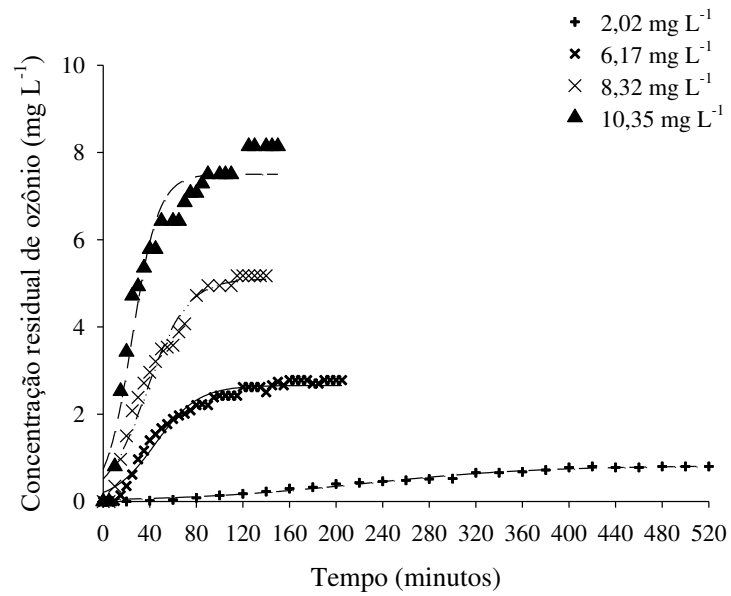


Figura 3 - Concentração residual do gás ozônio durante o processo de saturação de grãos de milho nas concentrações de $2,02$; $6,17$; $8,32$ e $10,35 \text{ mg L}^{-1}$.

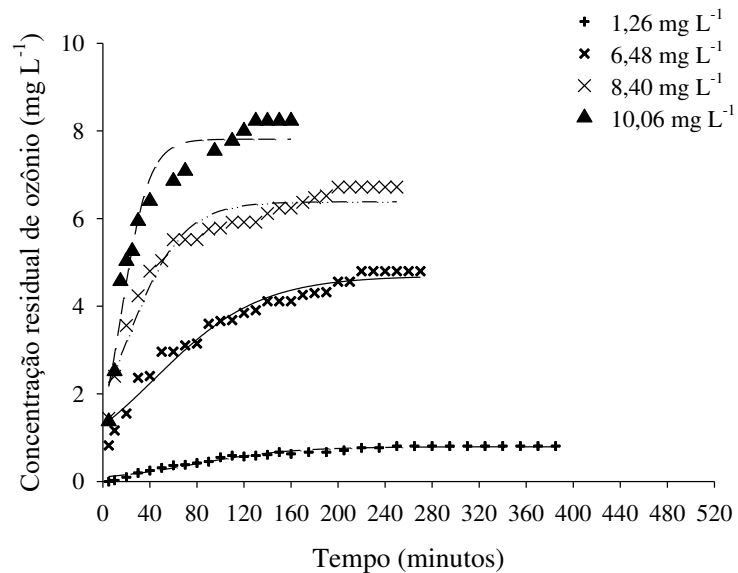


Figura 4 - Concentração residual do gás ozônio durante o processo de saturação de grãos de trigo nas concentrações de $1,26$; $6,48$; $8,40$ e $10,06 \text{ mg L}^{-1}$.

Tabela 4 - Modelos ajustados aos dados de concentração residual do gás ozônio em função do tempo, durante o processo de saturação de grãos de milho, nas concentrações iniciais de 2,02; 6,17; 8,32; e 10,35 mg L⁻¹.

Concentração de ozônio (C ₀ , mg L ⁻¹)	Modelo ajustado	R ²	t _{sat} (min)	C _{sat} (mg L ⁻¹)	C _{sat} / C ₀
2,02	$\hat{C} = \frac{0,8227}{\left(1 + e^{\frac{-(t-223,6346)}{76,7255}}\right)}$	0,99	377,09	0,72	0,36
6,17	$\hat{C} = \frac{2,6586}{\left(1 + e^{\frac{-(t-44,9765)}{18,1584}}\right)}$	0,97	81,29	2,34	0,38
8,32	$\hat{C} = \frac{5,1061}{\left(1 + e^{\frac{-(t-37,6645)}{17,2436}}\right)}$	0,97	72,15	4,50	0,54
10,35	$\hat{C} = \frac{7,5016}{\left(1 + e^{\frac{-(t-25,0285)}{11,2893}}\right)}$	0,95	47,61	6,61	0,64

R² – Coeficiente de determinação; t_{sat} – Tempo de saturação; C_{sat} – Concentração de saturação; C₀ - Concentração de entrada.

Tabela 5 - Modelos ajustados aos dados de concentração residual do gás ozônio em função do tempo, durante o processo de saturação de grãos de trigo, nas concentrações iniciais de 1,26; 6,48; 8,40; e 10,06 mg L⁻¹.

Concentração de ozônio (C ₀ , mg L ⁻¹)	Modelo ajustado	R ²	t _{sat} (min)	C _{sat} (mg L ⁻¹)	C _{sat} /C ₀
1,26	$\hat{C} = \frac{0,7928}{\left(1 + e^{\frac{-(t-78,2512)}{41,0906}}\right)}$	0,97	160,43	0,69	0,55
6,48	$\hat{C} = \frac{4,6918}{\left(1 + e^{\frac{-(t-44,0999)}{44,7917}}\right)}$	0,96	133,68	4,13	0,64
8,40	$\hat{C} = \frac{6,3848}{\left(1 + e^{\frac{-(t-20,1726)}{23,5839}}\right)}$	0,94	67,34	5,62	0,67
10,06	$\hat{C} = \frac{7,8124}{\left(1 + e^{\frac{-(t-16,2281)}{11,7121}}\right)}$	0,94	39,65	6,88	0,68

R² – Coeficiente de determinação; t_{sat} – Tempo de saturação; C_{sat} – Concentração de saturação; C₀ - Concentração de entrada.

3.3 Estimativas dos tempos de exposição letais para 50 e 95% dos insetos adultos (TL₅₀ e TL₉₅) na massa de grãos.

Com relação aos tempos letais estimados para adultos de *S. zeamais* na massa de grãos, destaca-se que, em geral, os maiores valores de C_{sat} verificados para grãos de trigo implicaram em menores valores de TL_{50e} e TL_{95e} (Tabela 6). A diferença mais expressiva foi verificada quando se consideraram C_{sat} de 2,34 mg L⁻¹ (C₀ = 6,17 mg L⁻¹), para milho, e C_{sat} de 4,13 mg L⁻¹ (C₀ = 6,48 mg L⁻¹), para trigo. Os valores de TL_{50e} e TL_{95e} para grãos de milho foram 1,53 e 1,51 vezes aqueles estimados para grãos de trigo. Resultados semelhantes foram obtidos para adultos de *R. dominica* (Tabela 7). Para esse inseto-praga e nas mesmas condições citadas anteriormente para *S. zeamais*, os valores de TL_{50e} e TL_{95e} para grãos de milho foram 1,61 e 1,53 vezes aqueles obtidos para grãos de trigo.

Tabela 6 – Estimativas dos tempos letais (TL_{50e} e TL_{95e}) para insetos adultos de *S. zeamais* em massa de grãos de milho e de trigo a partir de diferentes concentrações de saturação.

Grão	C ₀ (mg L ⁻¹)	C _{Sat} (mg L ⁻¹)	TL ₅₀ - C ^{0,75} *t = 147,91	TL ₉₅ - C ^{0,72} *t = 380,02
			TL _{50e} (min)	TL _{95e} (min)
Milho	2,02	0,72	189,23	481,42
	6,17	2,34	78,18	206,05
	8,32	4,50	47,87	128,67
	10,35	6,61	35,88	97,56
Trigo	1,26	0,69	195,37	496,40
	6,48	4,13	51,05	136,87
	8,40	5,62	40,52	109,65
	10,06	6,88	34,82	94,79

C_{Sat} - Concentração de saturação do gás ozônio nos grãos de milho e trigo; TL_{50e} - Tempo letal estimado para ocasionar a mortalidade de 50% dos insetos adultos de *S. zeamais*; TL_{95e} - Tempo letal estimado para ocasionar a mortalidade de 95% dos insetos adultos de *S. zeamais*.

Tabela 7 – Estimativas dos tempos letais (TL_{50e} e TL_{95e}) para insetos adultos de *R. dominica* em massa de grãos de milho e de trigo a partir de diferentes concentrações de saturação.

Grão	C ₀ (mg L ⁻¹)	C _{Sat} (mg L ⁻¹)	TL ₅₀ - C ^{0,84} *t = 398,11	TL ₉₅ - C ^{0,76} *t = 1.096,48
			TL _{50e} (min)	TL _{95e} (min)
Milho	2,02	0,72	524,62	1407,43
	6,17	2,34	194,92	574,64
	8,32	4,50	112,54	349,59
	10,35	6,61	81,48	261,00
Trigo	1,26	0,69	543,71	1453,70
	6,48	4,13	120,95	373,15
	8,40	5,62	93,37	295,26
	10,06	6,88	78,78	253,18

C_{Sat} - Concentração de saturação do gás ozônio nos grãos de milho e trigo; TL_{50e} - Tempo letal estimado para ocasionar a mortalidade de 50% dos insetos adultos de *R. dominica*; TL_{95e} - Tempo letal estimado para ocasionar a mortalidade de 95% dos insetos adultos de *R. dominica*.

4. DISCUSSÃO

4.1 Toxicidade do gás ozônio para *Sitophilus zeamais* e *Rhyzopertha dominica* na ausência de grãos

Sabe-se que o uso inadequado de inseticidas tem induzido resistência em insetos praga de grãos armazenados. Os problemas relacionados a resistência a inseticidas resultam em falhas no controle de populações desses insetos. Os efeitos subletais, além da mortalidade, são importantes e frequentemente negligenciados, quando se trata do controle de insetos praga de grãos armazenados (CÔRREA et al., 2011; GUEDES et al., 2016). O gás ozônio (O_3) em sua forma gasosa tem-se mostrado como alternativa eficaz no controle de diversas espécies de insetos praga de grãos armazenados.

No que se refere a toxicidade do gás ozônio em insetos pragas de grãos armazenados, existem na literatura diversos estudos, inclusive com *S. zeamais* e *R. dominica* (SOUSA et al., 2008; SILVA et al., 2016; SOUSA et al., 2016; SOUSA, FARONI e GUEDES, 2017; VELASQUES et al., 2017; SILVA et al., 2020; SILVA et al., 2021). Ainda que o mecanismo de ação do ozônio sobre a mortalidade dos insetos não seja totalmente conhecido, o sistema respiratório do inseto é a rota de entrada, via espiráculos (TIWARI et al., 2010). Alguns desses estudos apresentaram dados de toxicidade do gás ozônio aos insetos praga de grãos armazenados na massa de grãos (PEREIRA et al., 2008; IŞIKBER e ÖZTEKIN, 2009; SUBRAMANYAM et al., 2017; PANDISELVAM et al., 2019). Apesar disso, não há na literatura estudo no qual se relaciona a toxicidade do ozônio aos insetos praga ao processo de saturação do gás na massa de grãos. Parâmetros como tempo de saturação e concentração do gás na massa de grãos são de extrema relevância.

No presente estudo, avaliou-se inicialmente a toxicidade do ozônio em adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* na ausência de grãos. Foi estabelecido relação entre concentração de entrada dos grãos e tempos de exposição. As concentrações de entrada do ozônio de 0,14; 0,52; 1,01; 2,02; 3,03; 4,24; 6,28 e 8,16 mg L⁻¹ foram eficientes no controle dos insetos adultos de *S. zeamais* e *R. dominica* (Tabelas 1 e 2). Maiores concentrações de entrada resultaram em menores tempos letais necessários para controlar 50 e 95% dos insetos (TL₅₀ e TL₉₅). Os resultados indicaram que para atingir a mortalidade de 50% dos adultos de *S. zeamais*, foram necessários 24,49 min quando expostos a concentração de 8,16 mg L⁻¹ e 645,32 min para a concentração de 0,14 mg L⁻¹ (Tabela 1). Para atingir mortalidade de 95% dos adultos de *S. zeamais*, foram necessários 63,22 min na concentração de 8,16 mg L⁻¹ e 1353 mg L⁻¹ na concentração de 0,14 mg L⁻¹. Em condições similares, verificou-se que os adultos de *R.*

dominica são mais tolerantes ao ozônio quando comparados aos adultos de *S. zeamais*. Obtiveram-se valores de TL₅₀ e TL₉₅ iguais a 58,47 e 176,33 min, respectivamente, para adultos de *R. dominica*, quando se adotou a concentração de entrada de 8,16 mg L⁻¹ (Tabela 2). Para a concentração de entrada de 0,14 mg L⁻¹, os tempos letais para ocasionar a mortalidade de 50% (TL₅₀) e 95% (TL₉₅) foram equivalentes a 1.811 e 4.526 min, respectivamente.

McDonough et al. (2011) avaliaram a mortalidade de diferentes insetos praga de grãos armazenados, inclusive adultos de *S. zeamais*, expostos ao ozônio em diferentes combinações de concentração do gás e tempo de exposição. Quando utilizaram a concentração do ozônio de 1.800 ppm (\cong 3,85 mg L⁻¹), por 60 min, obtiveram 93,3% de mortalidade para os adultos de *S. zeamais*. No presente estudo, para a obtenção de mortalidade de 95%, na concentração do gás de 4,24 mg L⁻¹, foi necessário 130,61 min. Essa diferença pode ser explicada à resistência inerente a populações de insetos utilizadas nos experimentos. McDonough et al. (2011) também observaram aumento da mortalidade dos insetos à medida que se elevou a concentração do gás, semelhante a verificada no presente estudo.

Apesar de ter sido observado que à medida que se eleva a concentração do gás há a redução dos tempos letais, foi possível verificar que o tempo de exposição é fator determinante na mortalidade dos insetos, quando relacionado com a concentração do ozônio. Conforme apresentado na Tabela 3, os valores de n, definido como o índice de toxicidade por Collins et al., (2005), permaneceram inferiores a 1,0, tanto para *S. zeamais* quanto para *R. dominica*. De acordo com Winks (1984), quando os valores de n são inferiores a 1,0, para o modelo $C^n \cdot t = k$, o tempo de exposição é determinante para a mortalidade dos insetos. Quando n = 1,0, a concentração do inseticida utilizado e o tempo de exposição contribuem igualmente para o efeito letal. Por outro lado, quando n é superior a 1,0, a concentração é o fator determinante para a mortalidade dos insetos.

Não há na literatura estudos em que foram obtidos os valores de n para diferentes insetos expostos ao ozônio. Nas pesquisas já realizadas com insetos praga de grãos armazenados foram obtidos valores de n para a fosfina. Collins et al., (2005), ao avaliarem a toxicidade de populações resistentes e suscetíveis de *R. dominica* à fosfina em diferentes concentrações e tempos de exposição, obtiveram valores de n = 0,55 para populações resistentes e n = 0,36 para populações suscetíveis, referentes TL₉₉. Diante dos resultados desses autores, pode-se inferir que adultos de *R. dominica* são mais dependentes do tempo de exposição a fosfina que ao ozônio. Ressalta-se que os valores de n para *R. dominica* quando expostos ao ozônio foram de 0,84, para TL₅₀, e de 0,76, para TL₉₅. No estudo realizado por Winks (1984), em que foram testadas diferentes combinações de dose e tempo de exposição na toxicidade da fosfina em

adultos de *T. castaneum*, foram obtidos valores de n em torno de 0,90. Esses resultados são ligeiramente superiores aos obtidos no presente estudo para *S. zeamais* e *R. dominica* expostos ao ozônio.

4.2 Processo de saturação do gás ozônio em grãos de milho e trigo

A tendência observada referente ao processo de saturação do ozônio na massa de grãos de milho (Figura 3) e de trigo (Figura 4) foi semelhante a observada para outros tipos de grãos como amendoim, milho comum, milho doce, milho pipoca e arroz (ALENCAR et al., 2011; SANTOS et al., 2016; SOUZA et al., 2018; SILVA et al., 2019). Verificou-se aumento da concentração residual do gás à medida que se elevou o tempo de ozonização, até que se atingiu a concentração de saturação. Esses resultados estão de acordo com Kells et al. (2001) e Mendez et al. (2003), que afirmaram que o movimento do gás ozônio na massa de grãos ocorre em duas fases. Na primeira fase há o transporte do gás por convecção e por difusão, ocorrendo rápida degradação, uma vez que o gás reage com os sítios ativos presentes na superfície dos grãos. Na segunda fase, o gás escoia livremente pelo meio poroso, pois os sítios ativos já se encontram saturados e nessa fase a taxa de degradação do gás é reduzida.

Quando se comparou os tempos de saturações do ozônio obtidos para grãos de milho (Tabela 4) e trigo (Tabela 5), quando se adotou concentrações de entrada similares, obtiveram-se maiores valores para grãos de trigo. Para grãos de milho, obteve-se tempo de saturação de 81,29 min, quando se adotou concentração de entrada de 6,17 min. Por outro lado, para concentração de entrada de 6,48 mg L⁻¹, adotada em grãos de milho, verificou-se tempo de saturação de 133,68 min. No que se refere a concentração de saturação, verificou-se maiores valores de concentração de saturação do ozônio nos grãos de trigo. Dessa forma, apesar do processo de saturação ser mais rápido na massa de grãos de milho, atingem-se valores de concentrações de saturação mais baixos. Esses resultados podem estar relacionados às diferenças entre as características físicas e químicas dos grãos, apesar de tanto o milho quanto o trigo ser classificado como cereal.

4.3 Estimativas dos tempos de exposição letais para 50 e 95% dos insetos adultos (TL50 e TL95) na massa de grãos de milho e de trigo

A partir dos resultados de toxicidade do ozônio em adultos de *S. zeamais* e *R. dominica*, na ausência de grãos, e do processo de saturação do gás na massa de grãos, foi possível estimar os tempos letais dos insetos para milho e trigo (Tabela 6 e 7). Para concentrações de entrada do

gás similares, estimaram-se tempos letais maiores na massa de grãos de milho. Quando se adotou a concentração de entrada do ozônio de $6,17 \text{ mg L}^{-1}$ ($C_{\text{Sat}} = 2,34 \text{ mg L}^{-1}$) para milho, os valores estimados de TL_{50e} e TL_{95e} foram equivalentes a 78,18 e 206,05 min, respectivamente. Em contrapartida, para grãos de trigo, os valores estimados de TL_{50e} e TL_{95e} foram iguais a 51,05 e 136,87 min, respectivamente, para a concentração de entrada de $6,48 \text{ mg L}^{-1}$ ($C_{\text{Sat}} = 4,13 \text{ mg L}^{-1}$). Essa diferença pode ser justificada pela maior concentração de saturação na massa de grãos de trigo. Maiores concentrações de saturação do ozônio na massa de grãos implicam em menores tempos letais. Resultados semelhantes foram observados para *R. dominica*.

Tendo em vista os resultados obtidos, é possível afirmar que as características da massa de grãos devem ser consideradas para a estimativa da mortalidade dos insetos em decorrência da aplicação do ozônio. Meios porosos compostos por grãos que se destacam por ser menos reativos, implica em maior concentração de saturação do gás e, conseqüentemente, menor tempo letal.

5. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos é possível concluir que:

- i) Os adultos de *R. dominica* são mais tolerantes ao ozônio que adultos de *S. zeamais*, quando expostos às mesmas concentrações de entrada do ozônio.
- ii) O fator tempo de exposição é determinante para a mortalidade de *S. zeamais* e *R. dominica*.
- iii) Para controlar *S. zeamais* e *R. dominica*, é necessário adotar maiores tempos de exposição ao ozônio, quando aplicado em grãos de milho, em comparação com grãos de trigo.

REFERÊNCIAS

- ABBOTT, W. S. A method for computing the effectiveness of an insecticide. **Journal of Economic Entomology**, n. 18, p. 265-267, 1925.
- AFFUL, E.; CATO, A., NAYAK, M. K.; PHILLIPS, T. W. A rapid assay for the detection of resistance to phosphine in the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 91, p. 101776, 2021.
- AGRAFIOTI, Paraskevi et al. Modeling the distribution of phosphine and insect mortality in cylindrical grain silos with computational fluid dynamics: Validation with field trials. **Computers and Electronics in Agriculture**, v. 173, p. 105383, 2020.
- ALENCAR, E. R. D.; FARONI, L. R. D'A., MARTINS, M. A.; COSTA, A. R. D.; CECON, P. R. Decomposition kinetics of gaseous ozone in peanuts. **Engenharia Agrícola**, v. 31, n. 5, p. 930-939, 2011.
- ARORA, S; STANLEY, J.; SRIVASTAVA, C. Temporal dynamics of phosphine fumigation against insect pests in wheat storage. **Crop Protection**, p. 105602, 2021.
- AWIKA, J. M. Major Cereal Grains Production and Use Around the World. Advances in Cereal Science: Implications to Food Processing and Health Promotion. ACS Symposium Series. **American Chemical Society**: Washington, DC, 2011.
- BARONI, Gabriel; BENEDETI, Pedro; SEIDEL, Denílson. Cenários prospectivos da produção e armazenagem de grãos no Brasil. **Revista Thema** v. 14, n. 4, p. 55-64 , 2017.
- CANEPPELE, M.A.B.; CANEPPELE, C.; LÁZZARI, F.A.; LÁZZARI, S.M.N. Correlation between the infestation level of *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855 (Coleoptera, Curculionidae) and the quality factors of stored corn, *Zea mays* L. (Poaceae). **Revista Brasileira de Entomologia**, v.47, n.4, p.625-630, 2003.
- CLESCERL, L. S.; GREENBERG, A. E.; EATON, A. D. Standard methods for the examination of water and wastewater. Denver: American Water Works Association, 2000, 1220p.
- COLLINS, Patrick J. et al. Response of mixed-age cultures of phosphine-resistant and susceptible strains of lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica*, to phosphine at a range of

concentrations and exposure periods. **Journal of Stored Products Research**, v. 41, n. 4, p. 373-385, 2005.

CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento. **Acompanhamento da safra brasileira - Grãos Safra 2020/2021 – Quinto levantamento – Fevereiro 2021**. Disponível em: <<https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/graos/boletim-da-safra-de-graos>>. Acesso em: 15 de fevereiro de 2021.

CORRÊA, A. S.; PEREIRA, E. J. G.; CORDEIRO, E. M. G.; BRAGA, L. S.; GUEDES, R. N. C. Insecticide resistance, mixture potentiation and fitness in populations of the maize weevil (*Sitophilus zeamais*). **Crop Protection**, v. 30, n. 12, p. 1655-1666, 2011.

DAGLISH, G. J.; NAYAK, M. K.; PAVIC, H.; SMITH, L. W. Prevalence and potential fitness cost of weak phosphine resistance in *Tribolium castaneum* (Herbst) in eastern Australia. **Journal of stored products research**, v. 61, p. 54-58, 2015.

DAGLISH, Gregory J. et al. Predicting mortality of phosphine resistant adults of *Sitophilus oryzae* (L) (Coleoptera: Curculionidae) in relation to changing phosphine concentration. **Pest Management Science: formerly Pesticide Science**, v. 60, n. 7, p. 655-659, 2004.

DEMISSIE, Girma; TEFERA, Tadele; TADESSE, Abraham. Efficacy of Silicosec, filter cake and wood ash against the maize weevil, *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae) on three maize geno types. **Journal of Stored Products Research**, v. 44, n. 3, p. 227-231, 2008.

FARONI, L.R. D'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, 2008. Cap.15, p.371-406.

FARONI, L.R. D'A.; SOUSA, A.H. Aspectos biológicos e taxonômicos dos principais insetos-praga de produtos armazenados. In: Almeida, F.A.C.; Duarte, M.E.M.; Mata, M.E.R.M.C. (eds.). **Tecnologia de Armazenagem em sementes**. Campina Grande: UFCG, 2006. Cap.7, p. 371-402.

FEROZ, A.; SHAKOORI, F. R.; RIAZ, T.; SHAKOORI, A. R. Development of resistance in stored grain pest, *Trogoderma granarium* (Everts) against deltamethrin and its effective

control by synergistic toxicity of bifenthrin and chlorpyrifos. **Journal of Stored Products Research**, v. 88, p. 101673, 2020.

FREITAS, R. D. S.; FARONI, L. R. D'A.; QUEIROZ, M. E. L. R.; HELENO, F. F.; PRATES, L. H. F. Degradation kinetics of pirimiphos-methyl residues in maize grains exposed to ozone gas. **Journal of stored products research**, v. 74, p. 1-5, 2017.

GAUTAM, S. G.; OPIT, G. P.; KONEMANN, C.; SHAKYA, K.; HOSODA, E. Phosphine resistance in saw-toothed grain beetle, *Oryzaephilus surinamensis* in the United States. **Journal of Stored Products Research**, v. 89, p. 101690, 2020.

GUEDES, R. N. C.; SMAGGHE, G.; STARK, J. D.; DESNEUX, N. Pesticide-induced stress in arthropod pests for optimized integrated pest management programs. **Annual review of entomology**, v. 61, p. 43-62, 2016.

HAGSTRUM, D. W; SUBRAMANYAM, B. **Fundamentals os Stored-Product Entomology**. Elsevier, St. Paul, Minnesota, 2016.

ISA, Z. M.; FARRELL, T. W.; FULFORD, G. R.; KELSON, N. A. Mathematical modelling and numerical simulation of phosphine flow during grain fumigation in leaky cylindrical silos. **Journal of Stored Products Research** v. 67, p. 28-40 , 2016.

ISIKBER, A. A.; ATHANASSIOU, C. G. The use of ozone gas for the control of insects and micro-organisms in stored products. **Journal of Stored Products Research**, v. 64, p. 139-145, 2015.

IŞIKBER, A. A.; ÖZTEKIN, S. Comparison of susceptibility of two stored-product insects, *Ephestia kuehniella* Zeller and *Tribolium confusum* du Val to gaseous ozone. **Journal of stored products research**, v. 45, n. 3, p. 159-164, 2009.

JIAN, F.; JAYAS, D. S.; WHITE, N. D. G. Can ozone be a new control strategy for pests of stored grain. **Agricultural Research**, v. 2, n. 1, p. 1-8, 2013.

KALIYAN, N.; MOREY, R. V.; WILCKE, W. F.; CARRILLO, M. A.; CANNON, C. A. Low-temperature aeration to control Indianmeal moth, *Plodia interpunctella* (Hübner), in stored grain in twelve locations in the United States: a simulation study. **Journal of stored products research**, v. 43, n. 2, p. 177-192, 2007.

KELLS, S.A.; MASON, L.J.; MAIER, D.E.; WOLOSOSHUK, C. P. Efficacy and fumigation characteristics of ozone in stored maize. **Journal of Stored Products Research**, v.37, n.4, p.371-383, 2001.

MCDONOUGH, M. X.; MASON, L. J. & WOLOSHUK, C. P. Susceptibility of stored product insects to high concentrations of ozone at different exposure intervals. **Journal of Stored Products Research**, v. 47, n. 4, p. 306-310, 2011.

MENDEZ, F.; MAIER, D. E.; MASON, L. J. & WOLOSHUK, C. P. Penetration of ozone into columns of stored grains and effects on chemical composition and processing performance. **Journal of Stored Products Research**, v. 39, n. 1, p. 33-44, 2003.

MISRA, N. N. The contribution of non-thermal and advanced oxidation technologies towards dissipation of pesticide residues. **Trends in food science & technology**, v. 45, n. 2, p. 229-244, 2015.

MOSES, J. A.; JAYAS, D. S.; ALAGUSUNDARAM, K. Climate change and its implications on stored food grains. **Agricultural Research**, v. 4, n. 1, p. 21-30, 2015.

NEETHIRAJAN, S. *et al.* Detection techniques for stored-product insects in grain. **Food Control** v. 18, n. 2, p. 157–162 , 2007.

OERKE, E. C. Crop losses to pests. **The Journal of Agricultural Science**, v. 144, n. 1, p. 31-43, 2005.

OLATUNDE, G.; ATUNGULU, G. G.; SADAKA, S. CFD modeling of air flow distribution in rice bin storage system with different grain mass configurations. **biosystems engineering**, v. 151, p. 286-297, 2016.

OLIVEIRA, C. M.; AUAD, A. M.; MENDES, S. M.; & FRIZZAS, M. R. Crop losses and the economic impact of insect pests on Brazilian agriculture. **Crop Protection**, v. 56, p. 50-54, 2014.

PANDISELVAM, R.; THIRUPATHI, V.; MOHAN, S.; VENNILA, P.; UMA, D.; SHAHIR, S. & ANANDAKUMAR, S. Gaseous ozone: A potent pest management strategy to control *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae) infesting green gram. **Journal of Applied Entomology**, v. 143, n. 4, p. 451-459, 2019.

PEREIRA, A. M.; FARONI, L. R. A.; SOUSA, A. H. D.; URRUCHI, W. I.; PAES, J. L. Influence of the grain temperature on the ozone toxicity to *Tribolium castaneum*. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 12, n. 5, p. 493-497, 2008.

PIMENTEL, M. A. G.; FARONI, L. R. A.; GUEDES, R.N.C.; SOUSA, A. H.; TÓTOLA, M. R. Phosphine resistance in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* Motschusky (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 45, n. 1, p. 71-74, 2009.

PLUMIER, B. M.; SCHRAMM, M.; MAIER, D. E. Developing and verifying a fumigant loss model for bulk stored grain to predict phosphine concentrations by taking into account fumigant leakage and sorption. **Journal of Stored Products Research**, v. 77, p. 197-204, 2018.

RESENDE, O.; CORRÊA, P.C.; FARONI, L.R.A.; CECON, P.R. Avaliação da qualidade tecnológica do feijão durante o armazenamento. **Ciência e Agrotecnologia**, v.32, n.2, p.517-524, 2008.

SANTOS, R. R. FARONI, L. R. D'A.; CECON, P. R.; FERREIRA, A. P.; PEREIRA, O. L. Ozone as fungicide in rice grains. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 20, n. 3, p. 230-235, 2016.

SILVA, G. N.; FARONI, L. R. D'A.; CECON, P. R.; SOUSA, A. H. O.; HELENO, F. F. Ozone to control *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae) in stored wheat grains. **Journal of Stored Products and Postharvest Research**, v. 7, n. 4, p. 37-44, 2016.

SILVA, G.N.; FARONI, L.R.A.; SOUSA, A.H.; FREITAS, R.S. Bioactivity of *Jatropha curcas* L. to insect pests of stored products. **Journal of Stored Products Research**, v.48, n.1, p.111-113, 2012.

SILVA, M. V. A.; FARONI, L. R. D'A.; ALENCAR, E. R.; SOUSA, A. H.; CECON, P. R.; NOGUEIRA, J. V. F.; MASON FILHO, V. Ozone Injection at Low Pressure: Decomposition Kinetics, Control of *Sitophilus zeamais*, and Popcorn Kernel Quality. **Ozone: Science & Engineering**, p. 1-13, 2021.

SILVA, M. V. A.; FARONI, L. R. D'A.; MARTINS, M. A.; SOUSA, A. H.; BUSTOS-VANEGAS, J. D. CFD simulation of ozone gas flow for controlling *Sitophilus zeamais* in rice grains. **Journal of Stored Products Research**, v. 88, p. 101675, 2020.

SILVA, M. V. A.; FARONI, L. R. D'A.; SOUSA, A. H.; PRATES, L. H. F.; ABREU A. O. Kinetics of the ozone gas reaction in popcorn kernels. **Journal of Stored Products Research**, 83, pp. 168 – 175. 2019.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. A.; GUEDES, R. N. C. Locomotor behavior of *Sitophilus zeamais* populations under sublethal ozone exposure. **Journal of Pest Science**, v. 90, n. 1, p. 239-247, 2017.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. D'A.; GUEDES, R. N. C.; TÓTOLA, M. R & URRUCHI, W. I. Ozone as a management alternative against phosphine-resistant insect pests of stored products. **Journal of Stored Products Research**, v. 44, n. 4, p. 379-385, 2008.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. D'A.; PIMENTEL, M. A. G.; SILVA, G. N.; GUEDES, R. N. C. Ozone toxicity to *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) populations under selection pressure from ozone. **Journal of Stored Products Research**, v. 65, p. 1-5, 2016.

SOUZA, J. V. D. S.; ALENCAR, E. R. D.; JUNQUEIRA, A. M.; OLIVEIRA, G. P. D. Ozone saturation and decomposition kinetics in porous medium containing different hybrids of maize. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 22, n. 4, p. 286-291, 2018.

SUBRAMANYAM, B., XINYI, E.; SAVOLDELLI, S.; SEHGAL, B. Efficacy of ozone against *Rhyzopertha dominica* adults in wheat. **Journal of Stored Products Research**, v. 70, p. 53-59, 2017.

TIWARI, B. K; BRENNAN, C. S; CURRAN, T; GALLAGHER, E; CULLEN, P. J; O'DONNELL, C. P. Application of ozone in grain processing. **Journal of Cereal Science**, v. 51, n. 3, p. 248-255, 2010.

USDA Food Composition Data - USDA. National nutrient database for standard referenee. Disponível em: <<https://www.nal.usda.gov/fnic/food-composition>>. Acesso em: 12 de dezembro de 2020.

VELASQUEZ, L. P. G.; FARONI, L. R. D. A.; PIMENTEL, M. A. G.; HELENO, F. F.; PRATES, L. H. F. Behavioral and physiological responses induced by ozone in five Brazilian populations of *Rhyzopertha dominica*. **Journal of Stored Products Research**, v. 72, p. 111-116, 2017.

VENEGAS, J. G.; HARRIS, R. S. & SIMON, B.A. A comprehensive equation for the pulmonary pressure-volume curve. **American Physiological Society**, v.84, n.1, p.389-395, 1998.

WAKIL, W.; RIASAT, T.; LORDC, J. C. Effects of combined thiamethoxam and diatomaceous earth on mortality and progeny production of four Pakistani populations of *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae) on wheat, rice and maize. **Journal of Stored Products Research**, v. 52, n. 1, p. 28-35, 2013.

WHITE, S. D.; MURPHY, P. T.; BERN, C. J.; VAN LEEUWEN, J. H. Controlling deterioration of high-moisture maize with ozone treatment. **Journal of Stored Products Research**, v. 46, n. 1, p. 7-12, 2010.

WINKS, R. G. The toxicity of phosphine to adults of *Tribolium castaneum* (Herbst): Time as a dosage factor. **Journal of Stored Products Research** v. 20, n. 1, p. 45-56, 1984.

YADAV, S. K.; SRIVASTAVA, C.; SABTHARISHI, S. Phosphine resistance and antioxidant enzyme activity in *Trogoderma granarium* Everts. **Journal of Stored Products Research**, v. 87, p. 101636, 2020.

YANG, Y.; WILSON, L. T.; ARTHUR, F. H.; WANG, J.; JIA, C. Regional analysis of bin aeration as an alternative to insecticidal control for post-harvest management of *Sitophilus oryzae* (L.) and *Rhyzopertha dominica* (F.). **Ecological Modelling**, v. 359, p. 165-181, 2017.

ZIEGLER, V.; PARAGINSKI, R. T.; FERREIRA, C. D. Grain storage systems and effects of moisture, temperature and time on grain quality-A review. **Journal of Stored Products Research**, v. 91, p. 101770, 2021.