



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102020012313-0 A2



(22) Data do Depósito: 17/06/2020

(43) Data da Publicação Nacional: 21/12/2021

(54) **Título:** FORMULAÇÃO À BASE DO 1-BUTIL-3,4-METILENODIOXIBENZENO PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS

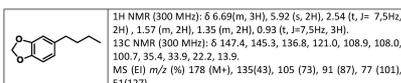
(51) **Int. Cl.:** A01N 43/28; A01P 7/04.

(52) **CPC:** A01N 43/28.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO.

(72) **Inventor(es):** CAMILA SOLEDADE DE LIRA PIMENTEL; BHEATRIZ NUNES DE LIMA ALBUQUERQUE; SUYANA KAROLYNE LINO DA ROCHA; ALANA BITTENCOURT VIEIRA DA SILVA; JEFFERSON LUIZ PRINCIVAL; PATRÍCIA MARIA GUEDES PAIVA; THIAGO HENRIQUE NAPOLEÃO; DANIELA MARIA DO AMARAL FERRAZ NAVARRO.

(57) **Resumo:** FORMULAÇÃO À BASE DO 1-BUTIL-3,4-METILENODIOXIBENZENO PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS. Trata-se de uma formulação inseticida a base do 1- Butil - 3,4 ? Metilenodioxibenzeno (BMDB), obtido de forma sintética, que pode ser aplicada sob os grãos ou em partes de planta durante o plantio, colheita e armazenamento. Pode ser usada na forma líquida ou em pó, por ser um meio versátil, eficiente, prático e seguro. Além de prevenir, reduzir e/ou combater os insetos-pragas de grãos, seu uso pode variar de acordo com a necessidade do produtor.



FORMULAÇÃO À BASE DO 1-BUTIL-3,4-METILENODIOXIBENZENO PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS

[001] A presente invenção refere-se ao desenvolvimento de uma formulação a base do BMDB (1-Butil-3,4-Metilenodioxibenzeno), que pode ser encontrado no óleo essencial de *Piper corcovadensis* (Miq.) C. DC, a mesma visa o controle do *Sitophilus zeamais* (praga do milho).

[002] O milho (*Zea mays*) é um dos grãos mais produzidos e cultivados no mundo. Calcula-se que a safra mundial desse cereal 2019/20 chegue a 1.099,2 milhões de toneladas e a safra brasileira fique em torno de 101,0 milhões de toneladas. O que mostra a importância econômica desse cereal. (FIESP, Federação das Indústrias do Estado de São Paulo. Safra Mundial de Milho 2019/20 – 2º Levantamento do USDA).

[003] No Brasil, o milho está difundido em praticamente todo território, principalmente por ser uma cultura que se adapta a diferentes ecossistemas e por sua ampla utilização (alimentação humana, de animais, matéria-prima para as indústrias, biocombustível). Além, da possibilidade de armazenamento por longos períodos, sem prejuízos significativos à qualidade dos grãos.

[004] Estima-se, que de 20 a 30% do milho produzido em países em desenvolvimento é perdido durante o armazenamento. Geralmente, a qualidade dos grãos armazenados, é afetada pela ação de insetos-pragas, sendo o *S. zeamais* (gorgulho do milho) um dos mais preocupantes (TEFERA et al. Crop Protection, 30, 240-245, 2011).

[005] O *S. zeamais* ataca grãos íntegros e sadios no cultivo e armazenamento, apresenta elevado grau de multiplicação, reduz o peso e a qualidade física e fisiológica dos grãos e favorece o aparecimento de ácaros e fungos. Além de infestar outras culturas, como aveia, arroz, cevada, trigo e alimentos processados.

[006] O controle de *S. zeamais*, em grãos de milho armazenado, é realizado através de inseticidas sintéticos, por conta da sua facilidade de uso e pela viabilidade econômica.

Estes inseticidas têm sido usados em larga escala, ocasionando populações de pragas mais resistentes, grãos com resíduos e intoxicação de homens e animais.

[007] Todos esses fatores descritos, somado à crescente exigência de se produzir alimentos sem resíduos tóxicos, tem despertado o interesse para a busca de alternativas mais eficientes e menos agressivas ao meio ambiente e ao ser humano. Neste contexto, a produção de inseticidas derivados de plantas torna-se mais atrativa, já que nesses produtos os compostos encontrados, em sua grande maioria, são rapidamente degradados resultando, em uma baixa persistência e uma baixa ação residual, além de apresentar baixo custo e ser de fácil preparação.

[008] A *Piper corcovadensis*, popularmente conhecida como falso jaborandi, é uma planta pertencente à família Piperaceae, encontrada geralmente nas regiões norte, nordeste e sudeste do Brasil. Na medicina popular suas folhas são usadas para tratamento de reumatismo, gripe, tosse e dor de dente.

[009] O óleo essencial de folhas de *P. corcovadensis*, é constituído por monoterpenos, sesquiterpenos e fenilpropanóide, sendo o BMDB o componente majoritário, variando de 30 a 35%. Silva e colaboradores, relataram atividade larvicida para o *Aedes aegypti* do óleo essencial de *P. corcovadensis* e do seu composto majoritário, onde o composto mostrou melhor resultado. (SILVA et al. Exp. Parasitol. 165: 64-70, 2016). Em estudo mais recente, Dutra, et al., observou que o óleo essencial desta mesma espécie de planta, alterou os parâmetros nutricionais da lagarta do cartucho (*Spodoptera frugiperda*) apresentando toxicidade para esta praga de milho cultivado. (DUTRA et al. Biotech Histochem. 8: 1-16, 2019).

[10] Os óleos essenciais e seus compostos majoritário, bem como, extratos de plantas, podem ser utilizados para a formulação de inseticidas. Essas formulações são mais estáveis do que o óleo essencial puro e agem, eliminando, controlando ou repelindo pragas agrícolas em diferentes estágios de seu desenvolvimento.

[11] Várias publicações de patentes estão voltadas para a produção de formulações, tais como: MY150708 que se refere a um produto baseado no óleo essencial de *Zingiber officinale* para o controle de pragas. A patente de número PI0514051-0A que descreve o uso de um composto derivado de quinolina que apresenta atividade inseticida para fins

agrícola e de horticultura. BR 102018010368-7 A2 trata-se de uma formulação de óleo essencial de *Piper aduncum*, para composição de produtos de uso tópico e de ambientes internos e externos, atuando como agente repelente para mosquitos dos gêneros *Aedes* sp., *Culex* sp. e *Anopheles* sp.. BR 112017008232-2 A2 descreve uma formulação à base do limoneno, composto presente em óleos essenciais de *Citrus limon*, com amplos fins inseticidas. E a patente PI9700636-0A que apresenta o processo de obtenção e síntese do feromônio de agregação produzido pelo *S. zeamais*.

[12] Apesar de várias patentes terem sido publicadas, registrando novos produtos à base de óleos essenciais e compostos derivados de plantas para o controle de pragas, não foi observado o uso de um produto botânico com efeitos inseticida a base do BMDB para o controle de pragas de grãos armazenados. Desta forma, a presente invenção trata-se de um produto inovador e atrativo, o qual pode vir a ser utilizado em conjunto com outros métodos para o controle de pragas na agricultura.

[13] Com o intuito de encontrar uma nova alternativa natural que cause menor impacto ambiental e que combata, controle e/ou proteja os grãos armazenados de insetos-pragas, desenvolveu-se a presente formulação, que se mostra eficiente contra o *S. zeamais*.

[14] O composto 1- Butil - 3,4 – Metilenedioxibenzeno foi sintetizado a partir 4-bromo-1,2-(metilenedioxi)benzono. Sua caracterização foi realizada através de análises via RMN (Ressonância Magnética Nuclear) de ¹H, ¹³C e cromatografia (CG/EM) (Figura 1).

[15] A formulação foi preparada adicionando-se 10 mg do BMDB e 1 ml de acetona. Optou-se por não utilizar água na formulação, pois a umidade nas sementes de milho pode proporcionar germinação e criar um ambiente favorável para o surgimento de fungos.

[16] Para a realização do teste de toxicidade por fumigação, um disco de papel filtro com 4 cm de diâmetro foi colocado no lado interno da tampa de um pote plástico (diâmetro: 4,5 cm, altura: 5,0 cm e volume: 80 ml). 20 µL de cada concentração foi adicionada a diferentes papéis filtro. As concentrações (1,25; 2,5; 6,25; 12,5 e 25mg/L de ar), foram obtidas a partir da formulação do BMDB. Após a evaporação do solvente, foram adicionados vinte insetos, em seguida a tampa foi firmemente colocada no pote, para

formar uma câmara selada. O teste controle foi realizado com a acetona. Os ensaios e o controle foram realizados em quadruplicata, e a mortalidade foi avaliada após sete dias (Figura 2).

[17] O teste de toxicidade por contato também foi realizado utilizando a formulação do BMDB, no entanto, outras concentrações foram testadas (0,0166; 0,083; 0,166; 1,66 mg/g de inseto). Após a preparação das concentrações uma alíquota de 0,5 µL de cada, foi aplicada topicamente no dorso da região torácica dos insetos adultos. Posteriormente, os insetos submetidos a cada tratamento foram transferidos separadamente para potes plásticos. 20 insetos foram usados por pote. A taxa de mortalidade foi observada durante 7 dias. O tratamento controle foi realizado com a acetona. E todos os ensaios e o controle foram realizados em quadruplicata (Figura 3).

[18] Os dados obtidos foram analisados estatisticamente utilizando o teste t de Student, onde valores com $p < 0,05$ dão evidência a hipótese alternativa, ou seja, o conjunto de dados analisados possuem diferenças significativas entre os valores médios, e isso significa que ele tem atividade inseticida.

[19] A partir dos resultados foi possível observar, que a formulação apresentou atividade contra o *S. zeamais*, ao contrário do controle. Indicando assim, que a formulação a base do composto BMDB é capaz de inibir/controlar, através da mortalidade, o gorgulho do milho. Como mostrado na figura 4 e 5 respectivamente.

[20] A formulação contra o *S. zeamais*, apresentou DL_{50} igual a 0,109 mg/g de inseto ($\pm 0,05$) para o teste de toxicidade por contato e CL_{50} de 1,65 mg/L de ar ($\pm 0,05$) para a toxicidade por fumigação.

[21] A formulação retratada na presente invenção, pode ser aplicada diretamente sobre os grãos, já que a mesma, não é produzida com água. Além disso, pode ser utilizada durante o armazenamento, como pulverizador e/ou em forma de pastilhas fumigantes, pois o princípio ativo contido na formulação é volátil. Assim, como pode também ser usada na colheita, como forma de prevenir insetos-praga.

[22] Os resultados obtidos através das invenções relatadas, comprovam a alta potencialidade do composto majoritário BMDB atuando com inseticida frente ao *S.*

zeamais. Além disso, a formulação produzida é de fácil obtenção e manuseio, baixo custo e possui ampla utilização. Mostrando, a importância da mesma, para o manejo e controle de pragas agrícolas.

[23] Assim, por todos os motivos relatados, a formulação a base do BMDB, é um meio versátil, eficiente, prático e seguro para ser aplicado diretamente na forma líquida, no controle de pragas similares ao *S. zeamais*, servindo para o pequeno e grande produtor. Além disso, as quantidades que devem ser aplicadas podem variar de acordo com as necessidades de uso.

[24] Os resultados da invenção descrita, permite uma série de variação da formulação produzida, no que diz respeito aos métodos e usos relacionados ao efeito inseticida do BMDB, como constituinte único ou misturado com outros componentes, mantendo-se assim, dentro da proteção determinada pelas reivindicações anexadas.

REIVINDICAÇÕES

1. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS **caracterizada por** ser uma solução formada a partir do composto 1-Butil- 3,4 – Metilenodioxibenzeno (BMDB) e acetona.
2. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS **caracterizada por** ser um inseticida, cujo o composto ativo é o 1-Butil-3,4-Metilenodioxibenzeno (BMDB), derivado do safrol, que pode ser obtido por síntese ou isolado da planta.
3. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 e 2, **caracterizada por** compreender o BMDB, pertencente a classe dos fenilpropanóides, no qual na solução, a concentração do mesmo pode variar de 0,1% a 99%.
4. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 **caracterizada por** conter uma solução do BMDB e acetona, variando de 1,0 a 99,9%. podendo ser preparada com outros solventes, tais como: etanol, dimetilsulfóxido DMSO, acetato de etila.
5. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 **caracterizada por** conter uma solução do BMDB e acetona, podendo ser preparada com outros solventes, tais como: etanol, dimetilsulfóxido DMSO, acetato de etila.
6. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 a 5 **caracterizada por** abranger a aplicação do BMDB, nos grãos na fase da colheita e/ou armazenamento.

7. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 a 6 **caracterizada pela** aplicação ser superficial em grãos e/ou insetos.

DESENHOS

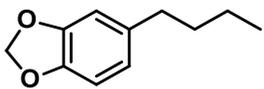
	<p>$^1\text{H NMR}$ (300 MHz): δ 6.69(m, 3H), 5.92 (s, 2H), 2.54 (t, $J= 7,5\text{Hz}$, 2H) , 1.57 (m, 2H), 1.35 (m, 2H), 0.93 (t, $J=7,5\text{Hz}$, 3H). $^{13}\text{C NMR}$ (300 MHz): δ 147.4, 145.3, 136.8, 121.0, 108.9, 108.0, 100.7, 35.4, 33.9, 22.2, 13.9. MS (EI) m/z (%) 178 (M+), 135(43), 105 (73), 91 (87), 77 (101), 51(127).</p>
---	---

Figura 1



Figura 2



Figura 3

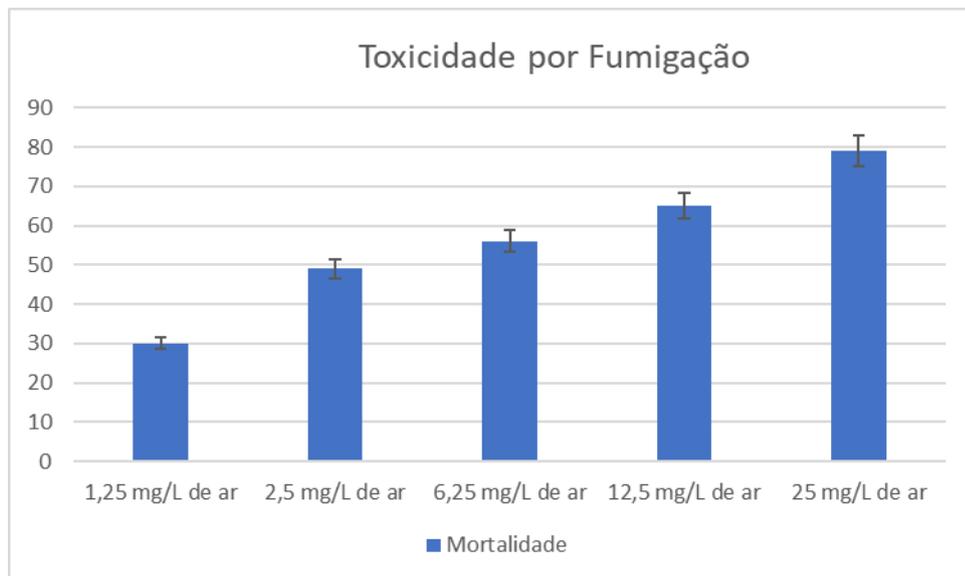


Figura 4

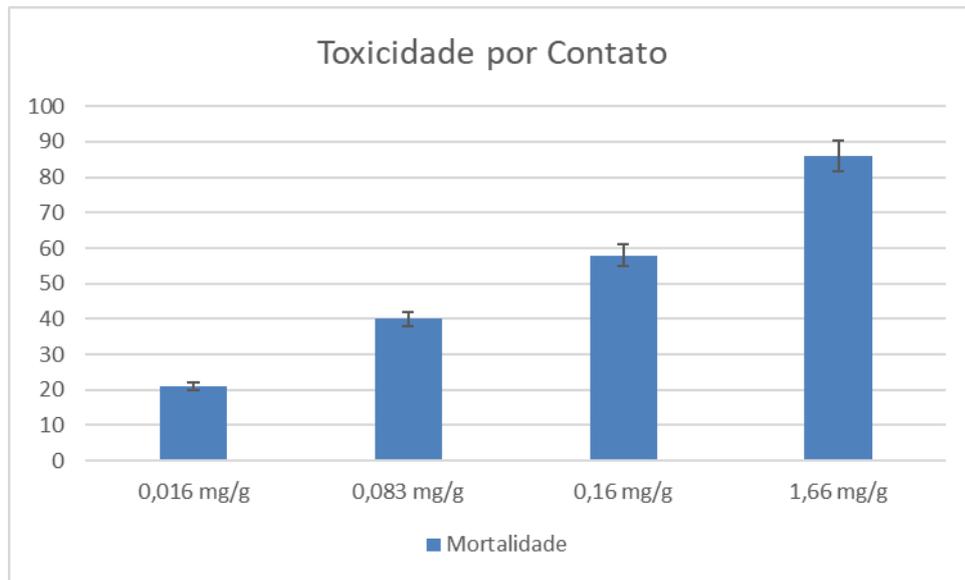


Figura 5

RESUMO**FORMULAÇÃO À BASE DO 1-BUTIL-3,4-METILENODIOXIBENZENO PARA O
CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS**

Trata-se de uma formulação inseticida a base do 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno (BMDB), obtido de forma sintética, que pode ser aplicada sob os grãos ou em partes de planta durante o plantio, colheita e armazenamento. Pode ser usada na forma líquida ou em pó, por ser um meio versátil, eficiente, prático e seguro. Além de prevenir, reduzir e/ou combater os insetos-pragas de grãos, seu uso pode variar de acordo com a necessidade do produtor.