UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO

CAMPUS DE JABOTICABAL

IMPACTO DE ADJUVANTES NA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE CALDAS BIOINSETICIDA COM FUNGICIDA E SUA EFICÁCIA NO CONTROLE DE *CHRYSODEIXIS INCLUDENS* NA CULTURA DA SOJA

Ana Beatriz Dilena Spadoni

Me. Engenheira Agrônoma

2025

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO

CAMPUS DE JABOTICABAL

IMPACTO DE ADJUVANTES NA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE CALDAS BIOINSETICIDA COM FUNGICIDA E SUA EFICÁCIA NO CONTROLE DE *CHRYSODEIXIS INCLUDENS* NA CULTURA DA SOJA

Discente: Ana Beatriz Dilena Spadoni

Orientador: Prof. Dr. Marcelo da Costa Ferreira

Tese apresentada à Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias – Unesp, Campus de Jaboticabal, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutor em Agronomia (Entomologia Agrícola).

2025

S732i

Spadoni, Ana Beatriz Dilena

Impacto de adjuvantes na estabilidade físico-química de caldas bioinseticida com fungicida e sua eficácia no controle de Chrysodeixis includens na cultura da soja / Ana Beatriz Dilena Spadoni. -- Jaboticabal, 2025

57 p. : il., tabs., fotos

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Jaboticabal

1. Compatibilidade. 2. Mistura em Tanque. 3. Manejo integrado de pragas. 4. Tecnologia de Aplicação. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Dados fornecidos pelo autor(a).

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Jaboticabal

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA TESE: IMPACTO DE ADJUVANTES NA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE CALDAS BIOINSETICIDA COM FUNGICIDA E SUA EFICÁCIA NO CONTROLE DE *CHRYSODEIXIS INCLUDENS* NA CULTURA DA SOJA

AUTORA: ANA BEATRIZ DILENA SPADONI

ORIENTADOR: MARCELO DA COSTA FERREIRA

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Doutora em Agronomia (Entomologia Agrícola), pela Comissão Examinadora:

gov.br Documento assinado digitalmente
MARCELO DA COSTA FERREIRA
Data: 26/02/2025 02:45:12-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. MARCELO DA COSTA FERREIRA
(Participaçao Presencial) Departamento de Fitossanidade / FCAV UNESP Jaboticabal

gov.br Documento assinado digitalmente
POLIANA CARDOSO GUSTAVSON
Data: 05/03/2025 10:29:24-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Dra. POLIANA CARDOSO-GUSTAVSON (Participaçao Virtual)
Global Maketing Insights and Innovation Manager da Instituição CRODA) / Campinas/SP

gov.br Documento assinado digitalmente
DANIEL JUNIOR DE ANDRADE
Data: 26/02/2025 10:16:35-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. DANIEL JUNIOR DE ANDRADE
(Participaçao Presencial) Departamento de Fitossanidade / FCAV UNESP Jaboticabal

gov.br Documento assinado digitalmente
POLIANA CAROLINA ALEIXO PADULA
Data: 26/02/2025 13:27:33-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Dra. POLIANA CAROLINA ALEIXO (Participaçao Presencial) Departamento de Pesquisa-Oxiquímica Agrociência Ltda / Jaboticabal/SP

Documento assinado digitalmente
JHONES LUIZ DE OLIVEIRA
Data: 09/03/2025 21:46:13-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. JHONES LUIZ DE OLIVEIRA
(Participaçao Virtual) Departamento de Engenharia Ambiental / ICT UNESP Sorocaba

Jaboticabal, 06 de fevereiro de 2025

DADOS CURRICULARES DO AUTOR

Ana Beatriz Dilena Spadoni, nascida em 22 de fevereiro de 1993, em Monte Azul Paulista, São Paulo, é Engenheira Agrônoma formada em 2017 pela Universidade Estadual Paulista (UNESP), Câmpus de Ilha Solteira. Durante a graduação, entre 2013 e 2016, participou de pesquisas na área de Entomologia, atuando no manejo integrado de pragas (MIP), desenvolvimento de novas moléculas, seletividade de produtos fitossanitários e manejo de resistência. Em 2014, foi bolsista de extensão universitária pelo programa PROEX, sob a orientação do Prof. Dr. Geraldo Papa. Em agosto de 2017, iniciou o Mestrado em Agronomia, com área de concentração em Entomologia Agrícola, pela Universidade Estadual Paulista – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias (FCAV/UNESP), Câmpus de Jaboticabal, São Paulo. Suas pesquisas focaram na Tecnologia de Aplicação de Produtos Fitossanitários, abordando misturas de produtos em tanque e a estabilidade físico-química de caldas. Foi bolsista do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), sob orientação do Prof. Dr. Marcelo da Costa Ferreira. Em 2019, ingressou no Doutorado na mesma instituição e linha de pesquisa, sendo bolsista da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), também sob orientação do Prof. Dr. Marcelo da Costa Ferreira. De setembro de 2023 a setembro de 2024, atuou como Coordenadora de Pesquisa e Treinamento na empresa TeeJet Technologies South América.

“É justo que muito custe o que muito vale”

Francisco de Quevedo

Dedico

Aos meus pais, Claudia Regina Dilena e José Luiz Marçal Spadoni (in memoriam), e ao meu marido, Matheus Cardoso de Castro, pelo amor incondicional, pela confiança depositada em mim, pelas orações e por todo o suporte oferecido ao longo desta jornada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus por guiar e iluminar todas as minhas escolhas, me mantendo sempre forte até aqui.

Aos meus pais, familiares que proporcionaram todo amor, carinho e apoio fundamentais nessa etapa. Aos amigos de coração Naiara Scarabeli Zancanari, Leonardo Granja, Sandy Sousa Fonseca e Joacir do Nascimento que o apoio de vocês foi fundamental nessa caminhada. Ao meu marido, Matheus Cardoso de Castro, pelo apoio, companheirismo e compreensão a mim dedicados a todo momento.

Ao Prof. Dr. Marcelo da Costa Ferreira pela orientação, por confiar em mim, pelos ensinamentos e contribuição no meu crescimento profissional e pessoal.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” e à Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias de Jaboticabal –FCAV/UNESP, juntamente ao Programa de Pós-Graduação em Agronomia - Entomologia Agrícola (PPGEA), pela oportunidade da realização do curso de Mestrado e Doutorado, por toda infraestrutura e recursos recebidos.

Aos professores do Curso de Pós-Graduação em Agronomia (Entomologia Agrícola), por todo conhecimento compartilhado. Agradeço-os imensamente pela contribuição de cada um na minha formação.

Ao laboratório LCMAP pelo suporte da criação de *Chrysodeixis includens* e na pesquisa.

A secretária do Departamento de Fitossanidade, Cibele da Silva Anton, pela dedicação, paciência e ajuda a todos que fazem parte da FCAV/UNESP.

Aos integrantes dos laboratórios Núcleo de Desenvolvimento em Tecnologia de Aplicação (NEDTA), Gabriela Pelegrini, Maria Thalia Lacerda Siqueira, Cícero Antonio Mariano dos Santos, Fabiano Griesang, Deucymara Bomfim Alves, Bruno Liberato, Rafael Cardoso, Edimar Peterlini e Wanderlei Dibelli por proporcionarem momentos de alegrias e ensinamentos.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Agradeço a todos, que de uma forma ou de outra, tornaram este caminho mais fácil de ser percorrido.

Sumário

1. INTRODUÇÃO 1

2. REVISÃO DE LITERATURA 2

2.1. Líquidos para Aplicação de Produtos Fitossanitários 2

2.3. Estabilidade e Compatibilidade Físico-Química de Misturas de Produtos Fitossanitários 7

2.4. Bioinseticidas à Base de *Bacillus thuringiensis* (Bt) no Controle de Lepidópteros na cultura da soja 8

2.5. Chrysodeixis includens 10

3. MATERIAIS E MÉTODOS 11

3.1. Locais de execução dos experimentos 11

3.2. Caracterização físico-química dos tratamentos 11

3.2.1. Tratamentos e delineamento experimental 11

3.3. Estabilidade física acelerada 13

3.3.1. Tamanho e uniformidade de partículas dispersas, Transmissão de luz e índice de estabilidade 13

3.4. Distribuição tamanho de partículas em suspensão 14

..... 15

3.5. Estabilidade/Compatibilidade físico-química de caldas 15

3.6. Avaliação do pH das caldas 16

3.7. Viscosidade 17

3.8. Tensão superficial dinâmica e Ângulo de contato. 17

4. Experimento em campo 18

4.1. Semeadura da soja 18

4.2. Pulverização dos tratamentos 19

4.3. Eficiência larvicida de misturas contendo *Bacillus thurigiensis*. 19

4.4. Contagens de esporos de Bt 19

4.5. Análise de Dados 19

5**. Resultados e Discussão** 20

5.1. Estabilidade física acelerada - Tamanho e uniformidade de partículas dispersas 20

5.2. Estabilidade física acelerada – Transmissão de luz 23

5.3. Estabilidade física acelerada – Índice de instabilidade 30

5.4. Distribuição tamanho de partículas em suspensão 31

5.5. Estabilidade/Compatibilidade físico-química de caldas 34

5.6. Potencial Hidrogeniônico 36

5.7. Viscosidade 38

5.8. Tensão superficial dinâmica e Ângulo de contato..... 39
5.9. Contagem de esporos Bt 43
5.10. Eficiência larvicida de misturas contendo *Bacillus thurigiensis*. 45
6. **Conclusões**..... 47
7. **Referências bibliográficas** 48

RESUMO

O uso de adjuvantes como estratégia na tecnologia de aplicação contribui para a eficácia das pulverizações, tanto os adicionados a formulação dos produtos como no reservatório dos pulverizadores, considerados relevantes em caso de mistura de produtos de diferentes classes e formulações em tanque, pois, contribuem na compatibilidade e estabilidade de caldas fitossanitárias, na segurança e no sucesso do tratamento realizado. O objetivo do estudo foi avaliar como os adjuvantes impactam na estabilidade da calda de um bioinseticida com um fungicida, por análises de caracterização de caldas fitossanitárias e sua eficácia no controle de *Chrysodeixis includens* na cultura da soja. Avaliou-se estabilidade física acelerada, distribuição do tamanho de partículas em suspensão, estabilidade/compatibilidade física, determinação de Ph, viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato, contagem de esporos e eficiência larvicida. Os experimentos físico-químicos foram conduzidos em delineamento inteiramente ao acaso e os de campo em blocos ao acaso. As caldas, preparadas com 75 L ha^{-1}, incluíram fungicida (AB), adjuvantes (LA e OM) e o bioinseticida *Bacillus thuringiensis* (Bt). Foram avaliados 7 tratamentos para estabilidade/compatibilidade física e 8 tratamentos para viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato, contagem de esporos e eficiência larvicida, com 4 repetições cada, incluindo água como controle. Os dados foram submetidos a ANOVA e teste de Scott-Knott ($\alpha = 0,05$) para avaliar características físico-químicas, enquanto dados de contagem de esporos foram transformados em escala log e analisados via modelo linear generalizado (GLM) com distribuição de quasipoisson, incluindo matriz de correlação para os terços da planta. A eficácia no controle de *C. includens* foi avaliada pela fórmula de Abbott, com teste de Kruskal-Wallis e post-hoc de Dunn para comparações múltiplas entre os tratamentos. A adição de adjuvantes às caldas fitossanitárias impactou significativamente suas propriedades físico-químicas. O adjuvante LA aumentou o tamanho das partículas e reduziu o pH para níveis ácidos (<4), prejudicando a estabilidade, enquanto o fungicida AB elevou o pH para faixas alcalinas (>7,5), podendo comprometer a eficácia do Bt em pH extremo (>8). Por outro lado, o adjuvante MO destacou-se por melhorar a estabilidade física e a deposição de esporos, especialmente no terço médio, enquanto o fungicida AB favoreceu o terço superior. A viscosidade aumentou em todas as misturas, com Bt + AB + LA + MO apresentando maior estabilidade e homogeneidade, além de melhor desempenho em tensão superficial e ângulo de contato, otimizando o espalhamento e adesão das gotas. Apesar de todas as caldas apresentarem alguma incompatibilidade física, Bt + AB e Bt + AB + MO foram os mais estáveis. O Bt manteve alta eficácia larvicida no controle de *C. includens*, mesmo em misturas, reforçando seu potencial no manejo integrado de pragas (MIP) e sugerindo a necessidade de ajustes nas formulações para maximizar sua eficiência prática.

Palavras-chave: Compatibilidade; mistura em tanque, controle, tecnologia de aplicação.

ABSTRACT

The use of adjuvants as a strategy in application technology contributes to the effectiveness of spraying, both those added to the formulation of the products and in the tank of the sprayers, considered relevant in the case of mixing products of different classes and formulations in the tank, as they contribute to the compatibility and stability of phytosanitary sprays, safety and the success of the treatment carried out. The aim of the study was to assess how adjuvants impact on the stability of the mixture of a bioinsecticide and a fungicide, by analyzing the characterization of phytosanitary mixtures and their effectiveness in controlling *Chrysodeixis includens* in soybean crops. Accelerated physical stability, particle size distribution in suspension, physical stability/compatibility, Ph determination, viscosity, surface tension, contact angle, spore count and larvicidal efficiency were evaluated. The physicochemical experiments were conducted in a completely randomized design and the field experiments in randomized blocks. The spray liquid, prepared at 75 L ha-¹, included fungicide (AB), adjuvants (LA and OM) and the bioinsecticide *Bacillus thuringiensis* (Bt). Seven treatments were evaluated for physical stability/compatibility and eight treatments for viscosity, surface tension, contact angle, spore count and larvicidal efficiency, with four replicates each, including water as a control. The data was subjected to ANOVA and the Scott-Knott test ($\alpha = 0.05$) to evaluate the physicochemical characteristics, while the spore count data was log-transformed and analyzed using a generalized linear model (GLM) with a quasipoisson distribution, including a correlation matrix for the plant thirds. Efficacy in controlling C. includens was assessed using Abbott's formula, with a Kruskal-Wallis test and Dunn's post-hoc test for multiple comparisons between treatments. The addition of adjuvants to plant protection products had a significant impact on their physicochemical properties. The LA adjuvant increased particle size and reduced the pH to acidic levels (<4), impairing stability, while the AB fungicide raised the pH to alkaline ranges (>7.5), which could compromise the effectiveness of Bt at extreme pH (>8). On the other hand, the MO adjuvant stood out for improving physical stability and spore deposition, especially in the middle third, while the AB fungicide favored the upper third. Viscosity increased in all mixtures, with Bt + AB + LA + MO showing greater stability and homogeneity, as well as better performance in surface tension and contact angle, optimizing droplet spreading and adhesion. Although all the mixtures showed some physical incompatibility, Bt + AB and Bt + AB + MO were the most stable. Bt maintained high larvicidal efficacy in controlling *C. includens*, even in mixtures, reinforcing its potential in integrated pest management (IPM) and suggesting the need for adjustments in formulations to maximize its practical efficiency.

Keyword: Compatibility; tank mix, control, application technology.

1. INTRODUÇÃO

A soja (*Glycine max* L. Merrill) é a cultura de maior área cultivada no Brasil, na qual a produção nacional atingiu 147,38 milhões de toneladas de grãos na safra 2023/24, colocando o país entre os maiores produtores de soja grão do mundo (Conab, 2024). A produção de grãos pode ser afetada por diversos fatores, como condições climáticas adversas e problemas fitossanitários, com perdas estimadas de 34% para pragas e 16-18% para doenças (Oerke, 2005; Conab, 2024).

C. includens é uma praga primária da soja que causa danos econômicos significativos ao consumir grandes áreas foliares, reduzindo a fotossíntese e comprometendo o rendimento da cultura (Silva, 1995; Guedes, 2015). Sua condição de praga primária está relacionada à redução de agentes naturais de controle, como *Metarhizium rileyi*, consequência do uso intensivo de produtos fitossanitários não seletivos para combater *Phakopsora pachyrhizi*, causador da ferrugem asiática, o que desequilibrou o controle natural (Sosa-Goméz et al., 2003). Os produtos fitossanitários desempenham um papel importante na proteção de cultivos da agricultura, e seu uso responsável e seguro é fundamental para minimizar riscos ao operador e atender às demandas mundiais de sustentabilidade.

O principal desafio no controle de *C. includens* é a qualidade da aplicação. Devido ao hábito da lagarta de se alojar nos terços médio e inferior das plantas, aliado ao fechamento do dossel no estágio produtivo da cultura, há maior dificuldade em atingir o alvo (Zulin; Ávila; Schlick-Souza, 2018). Assim, a utilização de adjuvantes como estratégia na tecnologia de aplicação, adicionados à formulação dos produtos e/ou ao processo de aplicação, contribuem como aliados sem ação fitossanitária, com a correta colocação do produto no alvo, de forma econômica e com redução da contaminação ambiental (Matuo, 1990). Foram constatados aumentos de 6,5% no controle de organismos alvo quando associados a caldas fitossanitárias (Oliveira, 2016).

A utilidade dos adjuvantes no processo de aplicação, pode ser muito relevante em caso de mistura de produtos de diferentes classes e formulações em tanque, pois contribuem na compatibilidade e estabilidade de caldas fitossanitárias, aspectos correlacionados que atuam no sucesso da aplicação. A estabilidade está relacionada a capacidade da mistura se manter homogênea na calda fitossanitária ao longo da

aplicação, e a compatibilidade à capacidade de dois ou mais ingredientes ativo de diferentes formulações serem combinados com estabilidades químicas ou físicas (Cunha, 2010; Petter et al, 2012; Petter et al., 2013).

As incompatibilidades provenientes da mistura de mais de um produto fitossanitário na calda de pulverização podem surgir de acordo com características químicas dos ingredientes e formulações, como pH, solubilidade, dispersão, polaridade, reatividade e adjuvantes utilizados (Kissman, 1997; Costa et al., 2017).

O pH da calda de pulverização é um fator crítico que influencia diretamente a estabilidade das partículas dispersas na calda e atividade biológica dos produtos fitossanitários, inclusive de bioinseticidas à base de *Bacillus thuringiensis* (Bt) (Petter et al, 2013; Santos, 2021).

Alguns adjuvantes podem interagir com os ingredientes ativos, alterando assim sua estabilidade, resultando na separação de fases, formação de sedimentos, precipitados e floculações, dificultando assim o sistema de pulverização e operação do equipamento, interferindo na eficácia dos produtos (Petter et al, 2013; Knowles, 2009).

Diante disso, são necessários estudos para entender a relação de estabilidade de partículas e a compatibilidade entre formulações a fim de promover a estabilidade em caldas fitossanitárias. O objetivo do estudo foi avaliar como os adjuvantes impactam na estabilidade da calda de um bioinseticida com um fungicida, por análises de caracterização de caldas fitossanitárias e sua eficácia no controle de *Chrysodeixis includens* na cultura da soja.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Líquidos para Aplicação de Produtos Fitossanitários

O conhecimento sobre os produtos fitossanitários é essencial para o entendimento e estudo da eficiência na aplicação. A escolha do método de aplicação depende de vários fatores, incluindo o tipo de cultura, o alvo biológico, as condições ambientais e as características específicas dos produtos fitossanitários utilizados. As aplicações de produtos fitossanitários, podem ser realizados de três principais maneiras: via sólida, via líquida e via gasosa, sendo a líquida a mais utilizada, devido à sua versatilidade e eficiência na cobertura das áreas tratadas (Ferreira, 2018).

Na aplicação via líquida, normalmente o produto formulado a ser aplicado é diluído em água para aumentar o seu volume, com finalidade de melhorar a sua dispersão na área tratada, uma vez que na embalagem original do produto fitossanitário se encontra em concentração elevada. A escolha correta da formulação e do método de aplicação influencia diretamente o sucesso do manejo fitossanitário.

A composição do produto formulado consiste em: ingrediente ativo (i.a): que confere a eficácia como o controle de pragas, doenças e plantas daninhas; ingredientes inertes: substâncias não reativas com demais componentes da mistura, mas muito importantes para manter a estabilidade das partículas dispersas na formulação; e adjuvantes: visam ativar, manter ou melhoram o desempenho dos produtos no processo de aplicação e/ou quando a gota atinge o alvo (Chow, 1993; Ramsdale e Messersmit, 2001; Cunha et al, 2010). Existe uma grande variedade de formulações para aplicação via líquida.

Algumas formulações classificadas como “convencionais”, são baseadas em tecnologias antigas, mas ainda disponíveis e que representam a maior quantidade de produtos que são aplicados às culturas (Hazra, 2019). Porém, há movimento constante para o desenvolvimento de formulações com menor impacto ambiental visando reduzir a quantidade aplicada e os resíduos, para melhorar a segurança no uso e a facilidade de descarte quando necessário.

A nova geração dos produtos fitossanitários formulados, tem a tendência de: eliminar solventes (emulsões ou microemulsões aquosas); substituir pós por suspensões concentradas ou grânulos dispersíveis em água, formulações com mais de um ingrediente ativo e controlar a taxa de liberação e o direcionamento por meio de técnicas de encapsulamento ou TS (tratamento de semente) (Hazra, 2019).

A água (solvente universal e complexo), utilizada para diluir os produtos formulados, é o veículo mais importante para transportar os produtos fitossanitários em pulverizações. As diluições são dinâmicas, até um ponto de equilíbrio, que irão depender de alguns fatores como: Qualidade de água utilizada para o abastecimento, quantidade de água utilizada para a diluição e composição da calda utilizada para a aplicação dos produtos fitossanitários (Gazziero, 2015).

A qualidade pode interferir de forma física, devido a detritos diversos que podem se encontrar na água captada, como argila e matéria orgânica em suspensão, que podem entupir filtros e pontas do sistema hidráulico de pulverização, reduzindo a capacidade operacional dos pulverizadores, vida útil dos componentes do circuito hidráulico e distribuição do produto fitossanitário ao longo da área tratada. De forma química, dureza (cátions disponíveis, pH e condutividade elétrica, que podem interferir na estabilidade de partículas dispersas na calda e consequentemente na degradação de moléculas (Queiroz, 2008). A quantidade de água utilizada nos preparos de calda é de grande importância, pois, cada formulação tem uma característica específica de solubilidade que deve ser seguido, considerando o solvente água (Yusoff, 2016).

A tendência de reduzir o volume de calda (com objetivo em diminuir o consumo de água e aumentar a capacidade operacional dos pulverizadores), resulta em uma maior concentração dos produtos formulados em calda, pois a redução ocorre apenas no veículo (água) mantendo a recomendação de dose do produto fitossanitário. A concentração dos produtos fitossanitários decorrente da redução de água, tendem a alterar as características químicas de calda, surgindo assim instabilidades de partículas e incompatibilidade físicas (Petter et al., 2012).

A calda de pulverização pode ser composta apenas com um produto formulado e/ou mais de um produto, no caso de mistura em tanque (mais comumente utilizado). A mistura de produto de mais de uma formulação em tanque, tem a recomendação de definir a mistura com base em técnicas conhecidas e vigentes, embasadas em referências científicas (Brasil, 2018).

A diversidade de preparo de caldas em campo, resulta em problemas na estabilidade e incompatibilidades entre produtos, interferindo na concentração e no efeito biológico. As incompatibilidades, de maneira geral, ocorrem de forma química (não possível observar) e de forma física, em que há formação de precipitados, cristais e aglomerados (Petter et al., 2013; Ikeda, 2013; Della Vechia, 2017).

A sequência de adição de produtos formulados no tanque é o fator primordial para o preparo dessas caldas, além da agitação constante e ininterruptas durante o preparo e a aplicação (Moraes et al., 2019). A recomendação para a sequência de adição das formulações é de acordo com sua afinidade com a água, sendo os sólidos

insolúveis, suspensões, emulsões e formulações de alta solubilidade (formulados da nova geração).Os adjuvantes devem ser incluídos de acordo com as suas características, os óleos seguindo critérios de emulsões, estabilizantes e surfactantes, entre produtos imiscíveis e quelatizantes e corretivos de pH no início do preparo com finalidade de condicionar a calda para melhor solubilidade e funcionalidade dos produtos.

Também se recomenda a realização do teste de garrafa com os produtos fitossanitários que serão aplicados, que consiste na mistura desses produtos em uma proporção menor, a fim de evitar as incompatibilidades em um volume maior.

Por definição a tecnologia de aplicação é o emprego de conhecimentos científicos para a correta colocação do produto no alvo, em quantidade necessária, de forma econômica e com mínimo de contaminação de outras áreas (Matuo, 1990). O uso eficaz e seguro de produtos fitossanitários é essencial para o manejo sustentável das culturas, exigindo um melhor entendimento das formulações e o preparo adequado de caldas fitossanitárias, que resultará em maior estabilidade e compatibilidade das moléculas, resultando em maior eficiência no controle biológico, proteção ambiental e a segurança alimentar.

2.2. Adjuvantes na Tecnologia de Aplicação

Os adjuvantes são substâncias adicionadas às formulações ou caldas de pulverização para minimizar problemas relacionados à aplicação e aumentar a eficiência dos produtos fitossanitários (Vargas e Roman, 2006). A indicação dos adjuvantes é de acordo com a função, podendo melhorar o desempenho do produto quando atinge o alvo (espalhantes, molhantes, adesivos e penetrantes) e/ou melhorar o processo de pulverização (redutores de espumas e de deriva, dispersantes, emulsificantes, acidificantes/tamponantes e compatibilizantes), ferramenta fundamental na tecnologia de aplicação.

O conhecimento sobre as diferentes classificações de adjuvantes e os mecanismos pelos quais eles potencializam a ação dos produtos fitossanitários e, assim, a maior eficácia biológica, são fatores que determinam sua escolha. De modo geral, esses adjuvantes podem desempenhar uma ou mais funções, o que torna o

processo de escolha mais complexo, necessitando de estudos que esclareçam essas relações (Cunha, 2017). Os Adjuvantes como óleos e surfactantes, como óleo mineral e lecitina + ácido propiônico, melhoram a aderência dos produtos fitossanitários à superfície foliar e facilitam sua penetração nos tecidos vegetais. Além disso, podem atuar como acidificantes de calda e redutores de volatilidade dos produtos, diminuindo perdas na aplicação e aumentando a eficiência operacional e a eficácia no controle de pragas e doenças (Mendonça, 2007).

Apesar dos benefícios, o uso de adjuvantes traz desafios. A interação entre os adjuvantes e componentes dos produtos fitossanitários, como os inertes, ainda é pouco estudada. Além disso, algumas combinações entre adjuvantes e produtos podem resultar em incompatibilidades, afetando a estabilidade da calda e reduzindo a eficácia biológica do produto (Petter et al., 2013; Della Vechia, 2017).

O uso de adjuvantes com produtos biológicos cria desafios significativos, pois a sensibilidade dos microrganismos às condições físico-químicas da calda de pulverização, que podem ser alteradas com a adição dos adjuvantes, como no caso do pH, cuja variação pode comprometer a viabilidade dos microrganismos e estabilidade das partículas suspensas das formulações dos produtos biológicos (Santos, 2021). O maior crescimento vegetativo e esporulação do microrganismo foram observados em uma mistura de bioinseticida Bt com o adjuvante lecitina + ácido propiônico, em um meio ácido com pH variando de 3,5 a 4. Os resultados indicaram que um pH mais ácido não compromete o número de esporos e o crescimento vegetativo das colônias (Santos, 2021). Entretanto, em caldas com pH superior a 8, em meio mais alcalino, foi observada a inibição da germinação dos esporos, atribuída à solubilização da proteína (Wilson e Benoit, 1993).

De modo geral, os adjuvantes desempenham um papel essencial na tecnologia de aplicação, potencializando a ação dos produtos fitossanitários e contribuindo para a segurança, eficiência e sustentabilidade da pulverização. A falta de estudos complementares sobre as combinações ideais entre adjuvantes e produtos biológicos, e de adjuvantes com maior seletividade exige cuidado e testes prévios para garantir a máxima eficácia dos biológicos sem comprometer sua integridade e viabilidade.

2.3. Estabilidade e Compatibilidade Físico-Química de Misturas de Produtos Fitossanitários

A mistura em tanque é definida como a associação de produtos fitossanitários no tanque de pulverização, imediatamente antes da pulverização, geralmente muito utilizada por necessidade de redução de custos na produção, diminuindo o número de entradas na área, de combustível e do volume de água (Guimarães, 2014; Gazziero, 2015; Della Vechia et.al., 2018).

As misturas podem apresentar vantagens em comparação à aplicação de um único produto devido ao aumento da eficiência contra os organismos alvo (plantas daninhas, insetos ou doenças) e à otimização de quantidades aplicadas e dos recursos financeiros. A grande diversidade existente nos procedimentos de preparo das diferentes caldas de pulverização faz com que algumas delas possam apresentar problemas no tanque, resultando na perda de estabilidade e compatibilidade das misturas.

A compatibilidade e a estabilidade das misturas de produtos fitossanitários em tanque, estão relacionados às características específicas da composição química e formulação do produto e, portanto, são conceitos fundamentais para assegurar a eficiência e segurança na aplicação (Kissmann, 1997; Petter et al, 2013).

A compatibilidade de caldas diz respeito à capacidade de diferentes classes produtos fitossanitários – como inseticidas, fungicidas e adjuvantes– serem misturados na mesma solução, e manter suas características físico-químicas, garantindo a integridade dos ingredientes ativos da formulação, sem que ocorra a perda de estabilidade das partículas suspensas e reações indesejáveis, que pode resultar em alguns tipos de interações que influenciam a eficiência dos produtos aplicados, sendo elas: Aditivo- em que o efeito da aplicação da mistura será semelhante ao da aplicação dos produtos individualmente, ou seja, um produto não interfere na eficácia do outro; Sinérgico- o efeito da aplicação da mistura será superior ao da aplicação dos produtos individualmente, ou seja, um produto melhora a eficácia do outro e Antagônico: o efeito da aplicação da mistura será inferior ao da aplicação dos produtos individualmente, ou seja, um produto piora a eficácia do outro (Calabrese, 1991; Petter et al., 2013; Della Vechia et al, 2019).

Já a estabilidade refere-se à capacidade da calda de pulverização, composta pela mistura de produtos fitossanitários com o diluidor que, na grande maioria das vezes é a água, de manter a homogeneidade das partículas da formulação suspensas na calda ao longo do tempo, essencial para garantir uma aplicação uniforme e eficaz (Cunha, 2010; Petter et al, 2012).

Fatores como pH, solubilidade e tamanho de partículas da formulação, desempenham papel essencial para a estabilidade de partículas suspensas na calda e na maior eficácia biológica dos produtos (Cunha, 2010). Os produtos fitossanitários que atuam em faixas de pH muito distintas podem reagir alterando a carga superficial das partículas e causar precipitações, que podem obstruir partes do circuito hidráulico e os bicos de pulverização. Além disso, extremos de pH promovem a degradação dos ingredientes ativo da formulação por meio de hidrólise, comprometendo a eficácia do produto (Wilson e Benoit, 1993; Santos, 2021).

O uso de adjuvantes pode contribuir para a compatibilidade e estabilidade nas caldas de pulverização compostas por misturas de produtos fitossanitários, desde que mantenham íntegras as características físico-químicas necessárias para um desempenho ideal do produto, mantendo as partículas uniformemente suspensas, garantindo a homogeneidade da aplicação e a eficácia biológica.

Assegurar a compatibilidade e a estabilidade das caldas de pulverização é essencial para evitar desperdícios de produtos fitossanitários, danos ao circuito hidráulico e perdas de eficiência no manejo da cultura.

2.4. Bioinseticidas à Base de *Bacillus thuringiensis* (Bt) no Controle de Lepidópteros na cultura da soja

Bacillus thuringiensis (Bt) é uma bactéria gram-positiva, naturalmente presente no solo de áreas cultivadas, superfície e interior de plantas, restos vegetais, insetos e pequenos mamíferos mortos, grãos armazenados e locais inabitados *(*Polanczyk, 2015*).* Reconhecida por sua ação inseticida seletiva e específica, apresenta forma de bastonete, é formadora de esporos e produz inclusões cristalinas durante a esporulação. Essas inclusões são responsáveis por sua atividade tóxica (Glare et al., 2012; Lacey et al., 2015). A toxicidade de *Bt* é atribuída à produção de toxinas, destacando-se as proteínas Vip e Cry, que possuem ação sobre diversas ordens de

insetos, além de ácaros, nematoides e protozoários (Crickmore, 2006; Palma et al., 2014; Chakroun et al., 2016).

Desde a segunda metade do século 20, os bioinseticidas à base de Bt têm sido amplamente utilizados no controle de pragas (Rosas-Garcia, 2009; Sanchis, 2011). Essa bactéria entomopatogênica é eficaz por causar efeitos letais e/ou subletais em insetos, tanto na fase jovem quanto adulta, incluindo diversas espécies de importância agrícola (Blanco et al., 2010; Bravo et al., 2012; Bergamasco et al., 2013; Van Frankenhuyzen, 2013; Schünemann et al., 2014).

Entre os bioinseticidas à base de *Bt*, o Dipel® (*Bt kurstaki* HD-1) é o mais utilizado no mercado global. Embora apresente baixa toxicidade para organismos não-alvo, destaca-se pela eficiência no controle de lepidópteros, com eficácia comprovada contra mais de 170 espécies de pragas dessa ordem (Glare; O'Callagham, 2000).

O mecanismo de ação de *B. thuringiensis* (*Bt*) começa com a ingestão do complexo esporo-cristal pelo inseto suscetível. No ambiente alcalino do intestino médio do inseto, os cristais se dissolvem, liberando pró-toxinas que são processadas enzimaticamente em polipeptídeos menores e mais estáveis. Essas toxinas ativadas interagem com receptores específicos localizados nas microvilosidades apicais das células colunares do intestino médio. Essa ligação permite que as proteínas se incorporem à membrana, formando poros que causam a ruptura das células intestinais, levando à lise celular (Schünemann et al., 2014; Jurat-Fuentes e Crickmore, 2017). A proliferação de esporos e cristais no intestino médio resulta em septicemia, iniciada pela redução do pH intestinal do inseto, resultando na sua morte (Raymond et al., 2008).

Após a entrada e rápida disseminação de *Helicoverpa armigera* e o aumento populacional de *Chrysodeixis includens* (Lepidoptera: Noctuidae) em lavouras de soja no Brasil, houve uma maior adoção de produtos a base de *B. thuringiensis* (*Bt*) no manejo integrado de pragas, devido à sua comprovada eficácia em campo (Polanczyk, van Frankenhuyzen e Pauli, 2017). De acordo com o sistema Agrofit do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), atualmente existem 22 produtos comerciais à base de *Bt* registrados no Brasil (Agrofit, 2025).

2.5. *Chrysodeixis includens*

A família Noctuidae inclui o maior número de espécies de importância agrícola da Ordem Lepidoptera (Specht et al., 2004). Dentro da família, encontra-se *Chrysodeixis includens* Walker, 1858 (Lepidoptera: Noctuidae), conhecida como lagarta-falsa-medideira, pois devido ao número de pernas abdominais (dois pares) se deslocam medindo palmo.

No Brasil, a *C. includens* utiliza como hospedeiro 26 plantas registradas para a sobrevivência dessa espécie ao longo do ano, entre os cultivos como soja e algodão (Specht; Paula-Moraes; Sosa-Gómez, 2015). Até a década de 1990, a *C. includens* não era considerada praga-chave na cultura da soja. No entanto, a partir dos anos 2000, sua ocorrência aumentou significantemente nessa cultura (Guedes et al., 2011; Moscardi et al., 2012).

O dano econômico causado pela espécie ocorre principalmente durante o período reprodutivo da cultura. Além de causar desfolha, é comum observar em campo o ataque de lagartas adultas às vagens já formadas da soja, intensificando os danos provocados pela praga. (Tomquelski et al., 2015). Ao contrário de outras lagartas desfolhadoras, *C. includens* causa um dano característico, deixando as folhas com aspecto rendilhado, pois não consome as nervuras centrais e laterais, que permanecem intactas (Herzog, 1980; Bueno et al., 2007).

As lagartas de *C. includens* concentram-se principalmente nos terços médio e inferior das plantas, tornando-se uma praga de difícil controle, especialmente no estágio reprodutivo da soja. Nesse período, o fechamento do dossel reduz a penetração dos produtos fitossanitários durante a pulverização, exigindo maior qualidade na aplicação para que atinja o alvo (Zulin; Ávila; Schlick-Souza, 2018). O controle químico é a principal estratégia utilizada pelos agricultores para manejar *C. includens*. Contudo, sua eficiência tem sido limitada em algumas regiões, principalmente devido ao hábito das lagartas de permanecerem nos terços médio e inferior da cultura.

Uma alternativa importante para o manejo de *C. includens* é investir na qualidade da aplicação de produtos fitossanitários na cultura e implementar um programa de Manejo Integrado de Pragas (MIP). Isso inclui o uso de bioinseticidas

como alternativa aos químicos, ajudando a evitar a seleção de resistência nos insetos e a preservar os inimigos naturais da lagarta na área.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Locais de execução dos experimentos

A pesquisa foi conduzida no Laboratório do Núcleo de Estudos e Desenvolvimento em Tecnologia de Aplicação (NEDTA) do Departamento de Fitossanidade, localizado na Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista (FCAV/UNESP), Campus de Jaboticabal – SP. As análises de estabilidade física acelerada, distribuição de tamanho de partículas em suspensão, descrição morfológica de partículas e contagem de esporos de *B. thurigiensis*, foram realizados no laboratório da Oxiquímica Agrociência, localizado em Jaboticabal, São Paulo.

3.2. Caracterização físico-química dos tratamentos

Para entendimento do impacto dos adjuvantes na estabilidade das caldas, estabeleceram-se análises de estabilidade física acelerada, distribuição do tamanho de partículas em suspensão, estabilidade/compatibilidade física, determinação de pH e condutividade elétrica, viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato e espectro do tamanho de gotas de pulverização, conforme descrito a seguir.

3.2.1. Tratamentos e delineamento experimental

Os experimentos de caracterização físico-química foram conduzidos em delineamento inteiramente ao acaso e o de campo em blocos ao acaso. Os tratamentos consistiram em produtos fitossanitários amplamente utilizados no manejo da soja, refletindo sua relevância e aplicação em diferentes sistemas agrícolas ao redor do mundo (Ávila et al, 2013; Guedes, 2020). As caldas foram compostas por fungicida comumente utilizado no controle da ferrugem asiática (‘AB’) dos grupos químicos azoxistrobina (estrobilurina) e benzovindiflupir (pirazol carboxamida) e adjuvantes: lecitina e ácido propiônico (‘LA’) potencializador no efeito do bioinseticida (SANTOS, 2021) e óleo mineral (‘OM’), do grupo químico hidrocarbonetos alifáticos (recomendado em associação do fungicida), associados ao bioinseticida *B. thuringiensis* var. Kurstaki, linhagem HD (‘BT’), normalmente utilizados na cultura (AGROFIT, 2020).

As caldas foram preparadas com um volume equivalente a 75 L ha^{-1}, considerando a realidade atual e prática de redução de volumes de aplicação, dos produtores de soja. Para as análises de estabilidade física acelerada, distribuição do tamanho de partículas em suspensão, estabilidade/compatibilidade física, determinação de pH. Os experimentos foram conduzidos em misturas dos produtos fitossanitários em tanque, com 7 tratamentos e 4 repetições (Tabela 1).

Para as análises de viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato, contagem de esporos e eficiência larvicida foram avaliados 8 tratamentos e 4 repetições, incluindo a água como tratamento controle para comparação (Tabela 2).

Tabela 1. Misturas dos produtos fitossanitários e dosagens utilizadas nas análises estabilidade física acelerada, distribuição do tamanho de partículas em suspensão, estabilidade/compatibilidade física, determinação de pH das caldas com bionseticida, fungicida e adjuvantes.

Tratamentos	Misturas	Dosagens (g/ha ou mL/100L)
1	Bt[1]	400
2	Bt+LA[2]	400+500
3	Bt+MO[3]	400+500
4	Bt+AB[4]	400+300
5	Bt+AB+LA	400+300+500
6	Bt+AB+MO	400+300+500
7	Bt+AB+LA+MO	400+300+500

[1]Dipel® WP– bioinseticida a base de *Bacillus thurigiensis* (**g/ha**) - Sumitomo Chemical Latin America; [2]Li 700- Adjuvante agrícola (**mL/100L)** - desangosse e [3]NIMBUS- adjuvante do grupo químico hidrocarbonetos alifáticos (**mL/100L)** - Syngenta.[4]Elatus® WG- fungicida dos grupos químicos azoxistrobina e benzovindiflupir (**g/ha)** - Syngenta;

Tabela 2. Misturas dos produtos fitossanitários e doses utilizadas nas análises de viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato, espectro do tamanho de gotas de pulverização, contagem de esporos e eficiência larvicida com bionseticida, fungicida e adjuvantes.

Tratamentos	Misturas	Dose (g/ha ou mL/100L)
1	Testemunha	Água
2	Bt[1]	400
3	Bt+LA[2]	400+500
4	Bt+MO[3]	400+500
5	Bt+AB[4]	400+300
6	Bt+AB+LA	400+300+500
7	Bt+AB+MO	400+300+500
8	Bt+AB+LA+MO	400+300+500

[1]Dipel® WP– bioinseticida a base de *Bacillus thurigiensis* (**g/ha**) - Sumitomo Chemical Latin America; [2]Li 700- Adjuvante agrícola (**mL/100L)** - desangosse e [3]NIMBUS- adjuvante do grupo químico hidrocarbonetos alifáticos (**mL/100L)** - Syngenta.[4]Elatus® WG- fungicida dos grupos químicos azoxistrobina e benzovindiflupir (**g/ha)** - Syngenta;

3.3. Estabilidade física acelerada

3.3.1. Tamanho e uniformidade de partículas dispersas, Transmissão de luz e índice de instabilidade

A estabilidade física das caldas e transmissão de luz foram medidas através da verificação de separação de fases em uma centrífuga analítica (LUMiSizer®, fabricante), à 500 rpm, com sistema foto-óptico acoplado que permite medir a intensidade da luz transmitida em função do tempo e posição por todo o comprimento da amostra (Figura 1). Foi utilizado um comprimento de onda de 865 nm com temperatura de 25°C em um tempo de análise de 30 minutos. O instrumento emprega sedimentação centrífuga para acelerar fenômenos de instabilidade de soluções, dispersões e emulsões, como a sedimentação e a cremeação/coalescência, além da concentração do tamanho de partículas dispersas (Liu et al., 2016; Zhao et al., 2015). A análise expressa a integração com o percentual de transmissão de luz NIR em função do tempo e da posição da cubeta e o índice de instabilidade que pode alternar de 0 (muito estável) a 1 (muito instável) (Wei e Gao., 2016).Como análise qualitativa complementar, foi realizada avaliação morfológica das partículas através de imagens

de microscopia após a retirada das amostras da centrífuga, permitindo observar o rearranjo das partículas na amostra divido ao processo de mistura dos produtos fitossanitários.

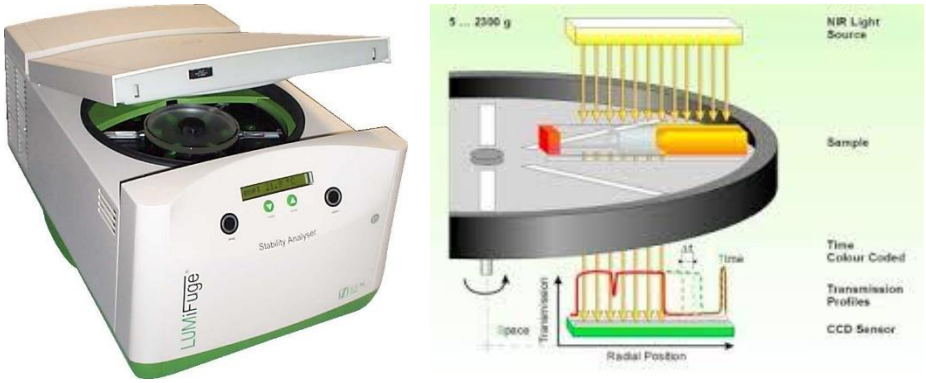


Figura 1 - Centrífuga analítica (LUMiSizer®, fabricante), com sistema foto-óptico acoplado que permite medir a intensidade da luz transmitida em função do tempo e posição por todo o comprimento da amostra.

3.4. Distribuição tamanho de partículas em suspensão

Para determinar a distribuição do tamanho de partículas suspensas da calda utilizou-se o analisador de partículas Malvern Mastersizer 3000 que opera pelo princípio de difração de raio laser com faixas de medição de 10 nm a 3,5 mm (Figura 2). Adicionou-se ao acessório Hydro EV recipiente para unidade de dispersão em meio líquido com volume flexível, o equipamento conta com a agitação sônica que promove a dispersão dos agregados. Ajustou-se a haste de agitação para 2500 rpm e adicionou-se a amostra lentamente até a obtenção de obscuração de 10% no equipamento. Após a obtenção de valores neste intervalo de obscuração, aguardou-se um minuto para estabilização do sistema e leitura. Realizou-se a leitura e analisou-se a distribuição do tamanho das partículas dispersas na calda no intervalo de 20 minutos, sendo 1 leitura a cada 2 minutos, totalizando 10 leituras por calda com 4 repetições. A distribuição do tamanho de partículas fornece dados de DV0,1; DMV e DV0,9, em que DV0,1, representa 10% de todas as partículas são menores do que o diâmetro DV10; DMV, 50% de todas as partículas são menores do que o diâmetro DMV e DV0,9, 90% de todas as partículas são menores do que o diâmetro DV90. Para a expressão dos resultados foi realizada análise e apresentação gráfica de DMV e

DV0,9 e através da relação ((DV0,9-DV0,1) /DMV) foi obtido o SPAN, analisado comparativamente para cada tratamento. O software utilizado foi mastersize Xplorer v.5.2.

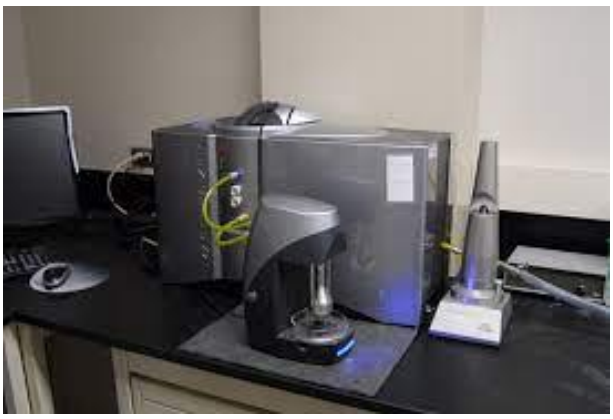


Figura 2 – Analisador de partículas Malvern Mastersizer 3000, que opera pelo princípio de difração de raio laser, e acessório Hydro EV que conta com a agitação sônica que promove a dispersão dos agregados.

3.5. Estabilidade/Compatibilidade físico-química de caldas

A avaliação de estabilidade e compatibilidade física entre as misturas foi baseada na metodologia na NBR 13875 (Agrotóxico – Avaliação de compatibilidade físico-química) (ABNT, 2014).

O preparo das caldas foi feito com o reagente água-padrão (20 mg.kg-1) em equivalente de CaCO3, preparada conforme a NBR 130746 (ABNT, 1997). Em seguida, adicionou-se os produtos na concentração máxima, conforme indicado na bula de cada um deles. Foi utilizada uma proveta graduada (250 ml) com tampa, peneira de tecido metálico com abertura nominal (149 µm) conforme a NBR NM-ISO 3310-17 e pipeta graduada. Posteriormente, a proveta foi tampada e invertida por 10 vezes para uma boa homogeneização (ABNT, 2010).

As avaliações das caldas foram realizadas nos seguintes intervalos: separação imediata após a mistura (0 horas) e depois de 2, 6 e 24 horas em período de repouso (Figura 3). Foram observados os possíveis efeitos das interações entre os produtos

quanto a homogeneidade/heterogeneidade, sendo: floculação; sedimentação; separação de fases; suspensão de óleo; formação de grumos; formação de cristais; formação de creme e formação de espuma (ABNT, 2014).

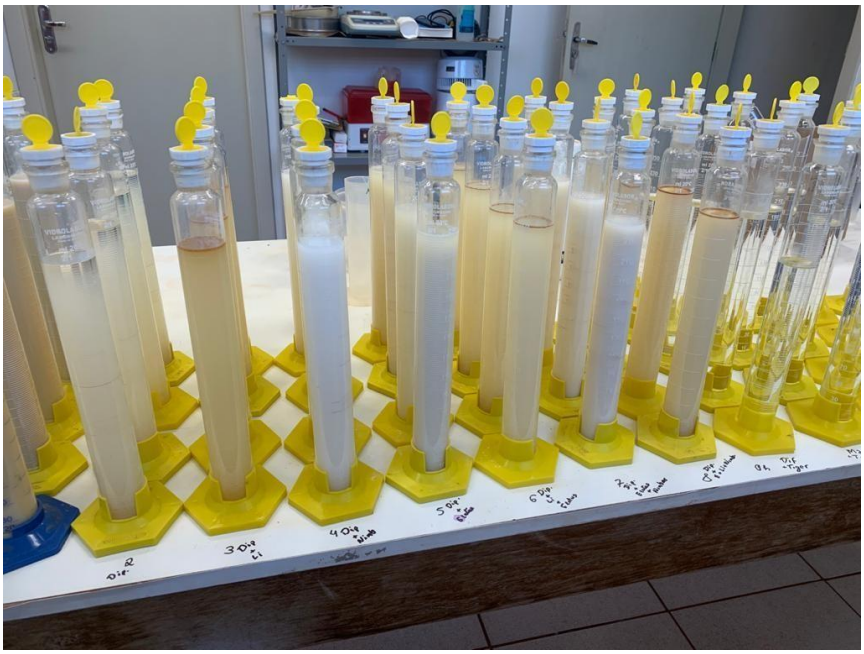


Figura 3 – Ensaio de estabilidade/compatibilidade físico-química.

3.6. Avaliação do pH das caldas

O potencial hidrogeniônico foi determinado com peagâmetro de bancada (modelo Q400AS), calibrado e aferido para a faixa de caldas ácidas e básicas (Figura 4). Com sensor de temperatura a 25°C. Entre as leituras foi realizada a limpeza do eletrodo com água destilada.

Figura 4 – Peagâmetro utilizado na pesquisa.

3.7. Viscosidade

Para a avaliação da viscosidade das caldas, será utilizado um viscosímetro rotacional, marca USS – DVT4 Digital Rotary Viscometer (Figura 5). Este equipamento faz a avaliação da viscosidade com base no torque necessário para rotacionar um cilindro que ficava submerso em 15 mL da calda de pulverização em análise.

Figura 5 – Viscosímetro rotacional, com base no torque necessário para rotacionar um cilindro na calda de pulverização em análise.

3.8. Tensão superficial dinâmica e Ângulo de contato.

Para as avaliações da tensão superficial e ângulo de contato, as caldas foram preparadas com água da rede de abastecimento, com as dosagens máxima recomendadas para cada produto, sendo realizadas em tensiômetro automático (OCA-15Plus, Dataphysics Germany). Neste equipamento, a tensão foi determinada pelo método da gota pendente (Figura 6). A imagem da gota de líquido suspensa no final da agulha do equipamento é focada pela lente de uma câmera CCD e 60 imagens foram capturadas em sequência durante um minuto, sendo analisadas instantaneamente por assimetria de eixos.

A tensão superficial foi determinada a partir da equação de Young-Laplace, onde ΔP é a variação de pressão entre superfícies, y é a tensão superficial e R é o raio de curvatura da gota.

$$\Delta P = 2y/R$$

Para a avaliação do ângulo de contato, o mesmo equipamento foi utilizado, também a partir da análise de imagem. A fita de filme parafínado (Parafilme®) foi usada como superfície padrão.

Os valores de tensão superficial (gota pendente) e os ângulos de contato foram obtidos na superfície padrão aos 10 segundos da formação/deposição das gotas como padrão já que a partir desse tempo a solução se mantem estável durante a avaliação.

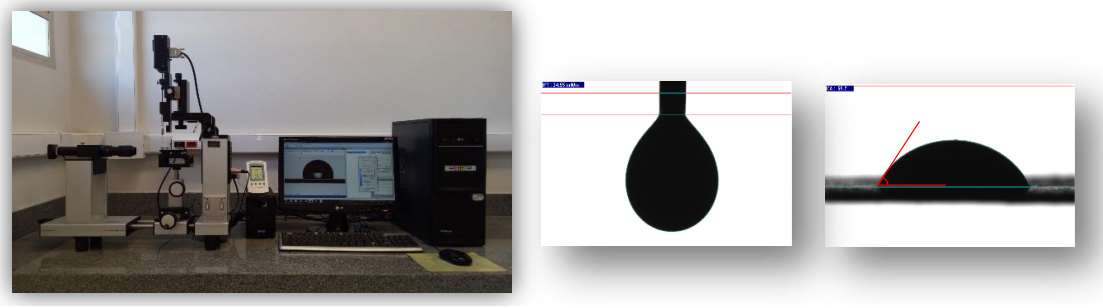


Figura 6 – Tensiômetro automático (modelo OCA-15Plus) e da gota analisada de forma pendente (imagem central) e o ângulo de contato com a superfície, por assimetria de eixos.

4. Experimento em campo

O experimento de campo foi realizado para avaliar a eficiência de misturas dos produtos fitossanitários no controle de lepidóptero na cultura da soja. Para garantir a população de lepidópteros praga para o teste de mortalidade, foram criadas e doadas lagartas *C. includens* pelo Laboratório do LCMAP (FCAV/UNESP). A semeadura da soja em campo permitiu testar as misturas dos produtos fitossanitários, assegurando que os resultados refletissem o impacto prático no manejo de pragas, realizado nas dependências do Laboratório do Núcleo de Estudos e Desenvolvimento em Tecnologia de Aplicação (NEDTA - FCAV/UNESP), Campus de Jaboticabal – SP.

4.1. Semeadura da soja

A soja foi semeada e conduzida em condições de campo na área experimental da Universidade Estadual Paulista, Campus de Jaboticabal, São Paulo (latitude de 21° 15’ 17’’ S, longitude de 48° 19’ 20’’ W e altitude média de 575 m). Foram semeadas

sementes da variedade 7901-Nidera suscetível à ocorrência das lagartas. Após a emergência das plântulas as aplicações ocorreram entre 45-55 dias.

4.2. Pulverização dos tratamentos

As aplicações foram realizadas em um pulverizador para experimentos, montado em quadriciclo em que a calda foi pressurizada constantemente (CO2) trabalhando à velocidade constante de 13 km/h, provido de pontas de pulverização de energia hidráulica de jato plano de faixa ampliada XR11002 na pressão de trabalho de 3,2 bar. Cada tratamento (Tabela 2) foi composto por parcelas em campo de soja com 48 m² (12 m de comprimento por 4 m de largura), em blocos casualizados com 4 repetições.

4.3. Eficiência larvicida de misturas contendo *Bacillus thurigiensis*.

Após uma hora da aplicação das caldas, foram coletadas folhas da parte média de plantas nas respectivas parcelas. Em cada folha foram retirados 4 discos foliares com o auxílio de um vazador de 2 cm de diâmetro desses discos, 3 de cada folha foram oferecidos para as lagartas e 1 disco foi acondicionado em tubos de Falcon para contagem de esporos. Para o teste de mortalidade, três discos foliares foram acondicionados em copos plásticos de 100 ml, contendo papel filtro umidificado. Em cada copo plástico foram colocadas 5 lagartas de até 2° instar de *C. includens*, e para cada tratamento foram utilizadas 5 repetições; totalizando 25 lagartas por tratamento. O bioensaio foi mantido sob condições controladas (UR: 75 % ±12 e T: 25 ºC ±2). A avaliação da mortalidade foi realizada 7 dias após a aplicação dos tratamentos.

4.4. Contagens de esporos de Bt

A contagem dos esporos foi realizada utilizando um disco foliar acondicionado em tubo de Falcon (15mL) com 10 mL de água destilada, e dois gramas de areia autoclavada (Collier et al., 2005), constituindo uma repetição. Posteriormente, os tubos foram agitados em agitador tipo vórtex (MOD. AP56 [rpm=2000]), e após foi retirada uma alíquota de 100 µL. A contagem dos esporos foi realizada em triplicata com o auxílio de câmera de Neubauer (Alves e Moraes, 1998) e microscópio de contraste de fase (Carl zeiss- Axio LabA1) em aumento de 400 x.

4.5. Análise de Dados

Os dados obtidos das análises de distribuição do tamanho de partículas em suspensão, determinação de pH, viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato e espectro do tamanho de gotas de pulverização foram submetidos à ANOVA e as médias dos tratamentos comparadas pelo teste de Scott-Knott (α = 0,05).

Os dados da contagem de esporos em função do terço da planta (inferior, médio e superior) foram transformados para a escala Log e submetidos a um modelo linear generalizado (GLM) com distribuição de quasipoisson. Para a análise do modelo foram utilizado o pacote stats e MASS. Esse modelo permite estimar os efeitos de tratamentos, blocos e posição na planta, levando em consideração as características hierárquicas dos dados. Além disso, para compreender as relações entre os diferentes terços da planta e a contagem de esporos, foi calculada a matriz de correlação baseada nas médias dos tratamentos.

A eficácia dos tratamentos no controle de *Chrysodeixis includens* foi calculada utilizando a fórmula de Abbott (1925). Considerando que os dados não seguiram uma distribuição normal, optou-se pela aplicação do teste não paramétrico de Kruskal-Wallis para a comparação entre os tratamentos. Para a realização de comparações múltiplas entre os grupos, foi empregado o teste post-hoc de Dunn, o qual permitiu a identificação de diferenças significativas entre os tratamentos. Todas análises foram realizadas pelo software R®.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Estabilidade física acelerada - Tamanho e uniformidade de partículas dispersas

A análise de estabilidade física acelerada foi realizada devido a incompatibilidades físicas que podem ocorrer na calda à campo, que pode ser caracterizada inicialmente em laboratório, com base no tamanho e uniformidade de partículas dispersas no líquido de pulverização, identificado no perfil de transmissão de luz e índice de estabilidade (Lerche, 2018).

Ao analisar tamanho de partículas dispersas na calda durante a avaliação de estabilidade física acelerada, observou-se que o tratamento padrão bioinseticida isolado Bt apresentou valores de Dv10, Dv50 e D90 (9,4 ± 0,13; 36,5 ± 0,66 e 195,4 ± 8,21, respectivamente), ao adicionar o adjuvante LA, Bt + LA, aumentou o tamanho de partículas de Dv90 (243,5 ± 40,3), sendo o maior valor observado entre os

tratamentos. A combinação do bioinseticida Bt ao adjuvante MO, Bt + MO, diminuiu os parâmetros de Dv10 e Dv50 (6,3 ± 0,74 e 15 ± 0,77) de tamanho de partículas, já ao ser combinado com o fungicida AB, Bt + AB (5,4 ± 0,17; 14 ± 1,04 e 87,8 ± 6,59), todos os parâmetros se diferenciaram em relação ao padrão bioinseticida isolado Bt.

Quando feita a combinação do bioinseticida Bt, fungicida AB e os adjuvantes, foi possível observar alterações nos parâmetros em relação ao tratamento padrão bioinseticida isolado Bt e a combinação Bt + AB que apresentou os menores valores observados. A combinação com o adjuvante LA, Bt + AB + LA, reduziu os parâmetros de tamanho de partículas em relação ao padrão. Porém, em relação ao tratamento Bt + AB, os parâmetros foram aumentados, com diferenças para ambos. A associação com o adjuvante MO, tanto no tratamento Bt + AB + MO, quanto no tratamento Bt + AB + LA + MO reduziu significantemente todos os parâmetros de tamanho de partículas em relação ao padrão e se assemelhou ao tratamento Bt + AB, sendo o mais efetivo o tratamento Bt + AB + MO (6 ± 0,09; 13 ± 0,22 e 63,2 ± 1,39) (Tabela 3).

Tabela 3 – Médias de tamanho de partículas no equipamento LUMiSizer®: Dv10, Dv50, Dv90 (µm/s) e Coeficiente de uniformidade (SPAN) sobre caldas bioinseticidas associadas a fungicidas e adjuvantes.

Tratamentos	Dv10 (µm/s)	Dv50 (µm/s)	Dv90 (µm/s)	SPAN
Bt	9,4 ± 0,13 a	36,5 ± 0,66 a	195,4 ± 8,21 ab	5,1 ± 0,30 bc
Bt + LA	9,0 ± 0,97 a	34,4 ± 1,42 a	243,5 ± 40,30 a	6,8 ± 0,97 ab
Bt + MO	6,3 ± 0,74 bc	15 ± 0,77 c	128,2 ± 15,98 bc	8,0 ± 0,74 a
Bt + AB	5,4 ± 0,17c	14 ± 1,04c	87,8 ± 6,59 c	5,9 ± 0,17abc
Bt + AB + LA	7,3 ± 0,1b	20,5 ± 0,21 b	128,5 ± 2,29 bc	5,9 ± 0,10abc
Bt + AB + MO	6 ± 0,09 bc	13 ± 0,22c	63,2 ± 1,39 c	4,4 ± 0,09 c
Bt + AB + LA + MO	5,1 ± 0,30 c	14,9 ± 0,60 c	115,9 ± 3,69 c	7,5 ± 0,30 a
CV %	8,9	7,6	24,6	15,9

O aumento e a grande variabilidade do Dv90, na análise de estabilidade física acelerada quando adicionado o adjuvante LA às caldas, pode ser explicado pelo fenômeno de maturação de Ostwald, processo que ocorre em dispersões coloidais, em que partículas menores e menos estáveis são fragmentadas gradativamente e se transferem para as partículas maiores e mais estáveis dispersas na calda (Park, 2023).

Os adjuvantes adicionados a caldas fitossanitárias, interagem mais intimamente com os ingredientes inertes da formulação do que com os ingredientes ativos. A formulação do pó molhável (WP), formulação do padrão bioinseticida Bt, contém de 2 a 8% de dispersantes nos ingredientes inertes (Hazra, 2019). O LA adicionado pode ter interagido com os dispersantes das formulações do padrão bioinseticida Bt isolado e combinado com o fungicida AB, Bt + AB + LA, resultando no aumento do tamanho de partículas pela maturação de Ostwald, iniciando a redução da compatibilidade da calda (Lu, 2021).

As interações do adjuvante MO e o fungicida AB nas misturas ao Bt isolado (Bt + MO e Bt + AB, e as combinações Bt + AB + MO e Bt + AB + LA +MO), apresentaram grande redução de Dv50 nas partículas dispersas, permitindo assim uma dispersão estável, sugerindo não haver essa interação do fenômeno da maturação de Ostwald. Os dispersantes da formulação do bioinseticida Bt (pó molhável - WP), do fungicida AB (grânulos dispersíveis - WG) e do adjuvante MO (Óleo mineral), quando associados favoreceram a estabilidade das partículas dispersas, indicando a compatibilidade da mistura de formulações.

Complementarmente ao tamanho de partículas dispersas, avaliou-se o SPAN das partículas, que se refere a uniformidade de partículas dispersas na calda, sendo que quanto mais próximo de 0 maior a uniformidade (Tabela 3) (Cunha, 2012). Para o tratamento padrão bioinseticida Bt isolado, o valor encontrado foi de 5,1 ± 0,30, a combinação dos adjuvantes LA e MO, Bt + LA e Bt + MO, reduziram a uniformidade de partículas dispersas, já a associação do fungicida AB, Bt + AB, não apresentou diferença.

Em relação as misturas do bioinseticida Bt, fungicida AB e os adjuvantes LA e MO, a combinação com o adjuvante LA, Bt + AB + LA, não diferiu do tratamento padrão, já associado ao adjuvante MO, Bt + AB + MO, menor valor de SPAN foi observado 4,4 ± 0,09 em relação ao padrão bioinseticida Bt isolado, portanto, maior uniformidade. A mistura com ambos os adjuvantes, Bt + AB + LA + MO, diferenciou-se com o aumento expressivo do parâmetro SPAN 7,5 ± 0,30 em relação ao padrão e aos demais tratamentos. (Tabela 3).

No caso do bioinseticida isolado, a maior uniformidade decorre da maior quantidade de partículas menores, enquanto para a mistura Bt + AB + MO, decorre da

menor quantidade de partículas maiores e reafirmam a compatibilidade das formulações também com a melhor uniformidade de partículas dispersas (Tabela 3).

5.2. Estabilidade física acelerada – Transmissão de luz

Em relação aos perfis de transmissão de luz que resultam na integral de transmissão (%) das caldas analisadas, é constituído verticalmente, o que sugere diferentes distâncias que partículas menores e maiores percorrem, próprio de um sistema polidisperso, tornando o perfil cada vez mais inclinado (Lerche, 2018). Quando a integral de transmissão (%) é menor, as partículas dispersas na calda estão mais próximas, o que resulta em maior homogeneidade e estabilidade.

A integral de transmissão das caldas, apresentou variações nos valores da diferença entre as leituras finais e iniciais da avaliação (Figura 11).

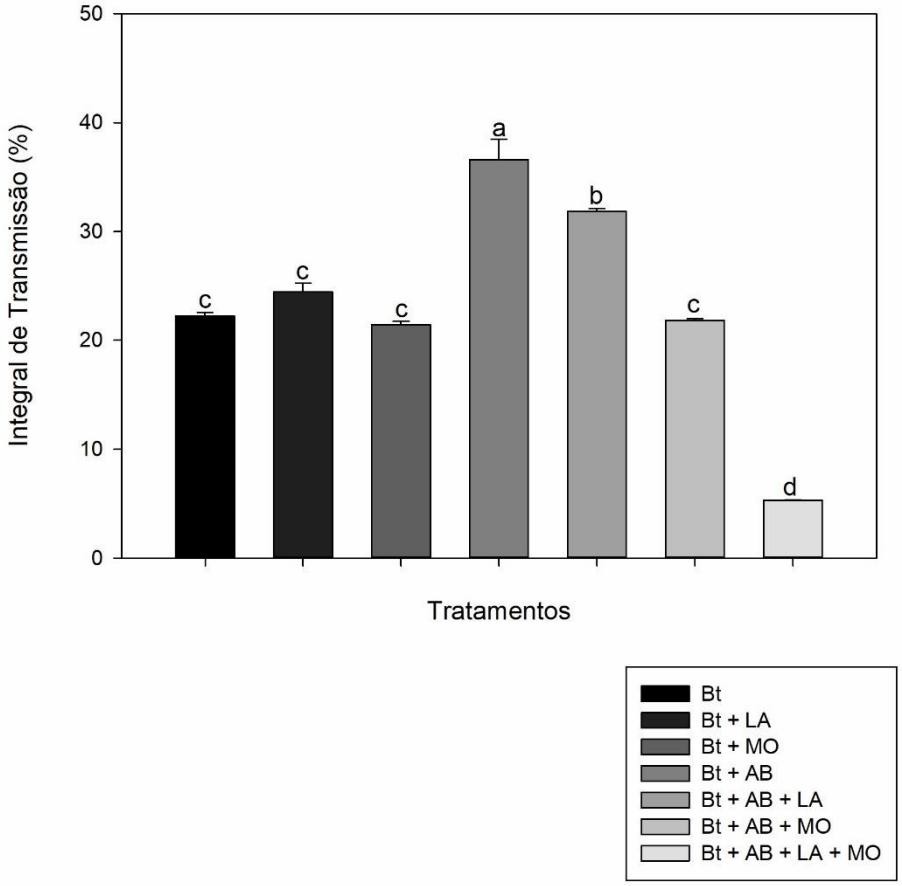


Figura 11- Integral de transmissão (%) da quantidade de luz sobre caldas bioinseticidas associadas a fungicidas e adjuvantes.

Considerando o padrão bioinseticida Bt isolado como valor de 22,3 ± 0,3, a associação dos adjuvantes LA e MO, Bt + LA e Bt + MO, não diferiram do tratamento padrão, já a adição do fungicida AB aumentou ($p > 0,05$) o valor de integral de transmissão 36,6 ± 1,9. As combinações do bioinseticida Bt, fungicida AB e adjuvantes LA e MO, apresentaram variações ($p > 0,05$) em relação ao padrão bioinseticida Bt isolado e a mistura Bt + AB que apresentou maior valor observado entre os tratamentos. A associação do adjuvante LA na mistura do bioinseticida Bt e fungicida AB, Bt + AB + LA, manteve um maior valor em relação ao tratamento padrão Porém, reduziu a integral de transmissão 31,9 ± 0,3 em relação ao tratamento Bt + AB, já a adição do adjuvante MO a mistura, Bt + AB + MO, reduziu a integral de transmissão de forma a não apresentar diferença em relação ao tratamento padrão de bioinseticida Bt isolado, e a associação com os dois adjuvantes, Bt + AB + LA+MO, foi a que obteve o menor valor de integral de transmissão (%), indicando menor variabilidade no tempo de avaliação das amostras e portanto maior estabilidade na dispersão de partículas na calda.

As transmissões maiores, aumentando ao longo do tempo observadas nas caldas apenas com o padrão bioinseticida Bt isolado e a combinação com o adjuvante LA, Bt + LA indicam uma separação das partículas, resultando em uma sedimentação (fundo da cubeta) com diferentes distâncias de partículas menores e maiores percorrendo o perfil de dispersão, expondo maior variabilidade no tamanho de partículas dispersas (Figura 12).

A mistura com o adjuvante MO, Bt + MO, apresentou uma maior separação no fundo da cubeta, com diferentes distâncias no perfil de dispersão, indicando uma cremeação na calda avaliada. No caso da associação do fungicida AB, Bt + AB, as distâncias no perfil de transmissão foram reduzidas, indicando menor variabilidade dos tamanhos das partículas dispersas, resultando em uma maior estabilidade em relação ao padrão bioinseticida Bt isolado. Ao adicionar o adjuvante LA, Bt + AB + LA, o perfil de dispersão não se alterou em relação ao tratamento Bt + AB, segurando a estabilidade. Já com a adição do adjuvante MO, Bt + AB + MO, e de ambos os adjuvantes LA e MO, Bt + AB + LA + MO, os tratamentos reduziram ainda mais o perfil de transmissão da calda e a distância entre as partículas dispersas, diferindo tanto do padrão bioinseticida Bt isolado quanto das demais misturas sendo esta última, Bt +

AB + LA + MO a menor variação ao longo de todo tempo de avaliação. Esta variação de transmissão nas cubetas pode ocorrer em função da quantidade e dispersão das partículas na solução que, por sua vez, pode ser influenciada também pela forma, tamanho e uniformidade das partículas. Além disso, a natureza das partículas também pode influenciar nesta transmissão, pois a opacidade, refração, difração podem variar de material para material (Hyun. Et al, 2017).

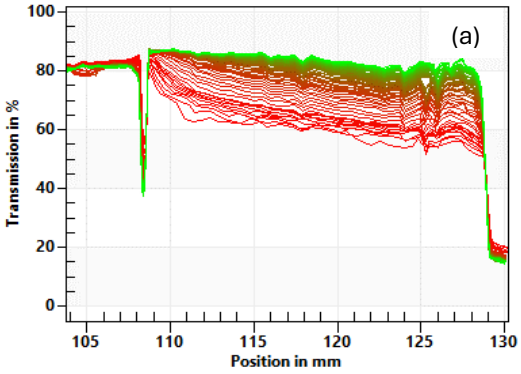
Considerando transmissões menores nas caldas, espera-se que haja, portanto, um quantitativo elevado de partículas em suspensão e de tamanhos menores. Conforme verificado em relação aos diâmetros de partículas, observa-se pequenos diâmetros para os tratamentos de menor transmissão durante todo o tempo e por toda ou em alguma parte da cubeta. Para as cubetas com maior transmissão, no geral, ocorreram os maiores tamanhos de partículas (Tabela 3).

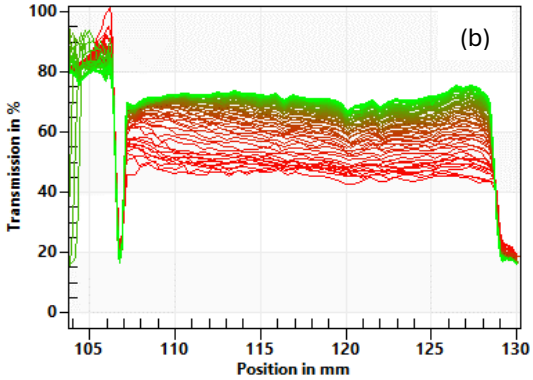
As variações entre caldas podem se dever à formação de estruturas de aglomeração, que podem ter alterado o tamanho de partículas, resultando em estrutura com maior ou menor estabilidade (por exemplo: cristais, grumos, flocos), que podem ficar dispersas por toda a cubeta ou serem conduzidas para alguma seção, como o sobrenadante (topo da cubeta) ou a base (fundo da cubeta). Esta formação é verificada em trabalhos que analisam a combinação de caldas, com a formação de aglomerados que podem ser facilmente dispersados por um bom processo de agitação, ou que permanecem estáveis uma vez formados (Petter, 2013).

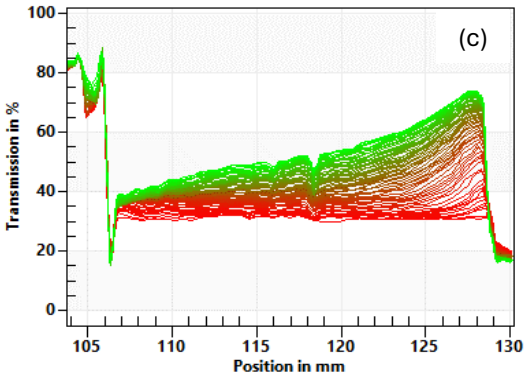
O aumento na distância do perfil de transmissão de luz, sugere que os tratamentos padrão bioinseticida isolado Bt e a adição dos adjuvantes LA e MO na mistura, Bt + LA e Bt + MO, pode ter resultado algum tipo de incompatibilidade, como aglomeração de partículas e consequente sedimentação, ocasionando uma dispersão menos uniforme das partículas na calda (Lu, 2021). Já as combinações do fungicida AB e dos dois adjuvantes LA e MO, Bt + AB, Bt + AB + LA, Bt + AB + MO e Bt + AB + LA + MO pode ter ajudado a otimizar a distribuição das partículas na calda, resultando em uma transmissão de luz menor e, consequentemente, em melhor dispersão e estabilidade (Figura 12).

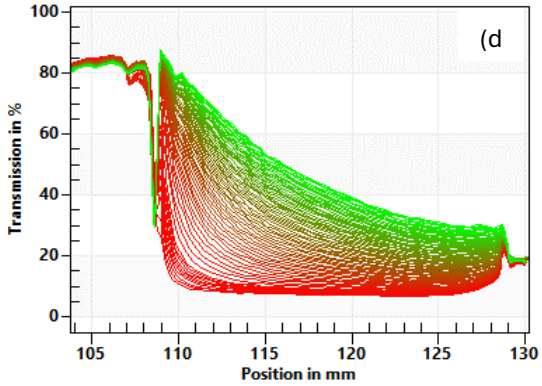
A relação da transmissão de luz e o tamanho de partículas dispersas, reafirmam que existem partículas em um sistema polidisperso representados pelas diferenças nas distâncias entre leituras durante o tempo em que partículas maiores e menores

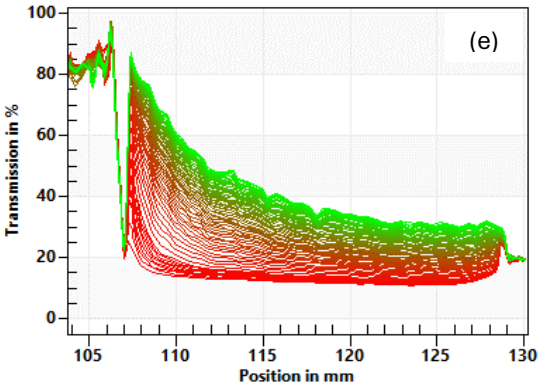
percorrem o perfil. No caso do padrão bioinseticida isolado Bt, com maior transmissão acrescida no tempo, indica a aglomeração de partículas que resulta em sedimentação (Figura 13). A associação do bioinseticida Bt com o fungicida AB, Bt + AB, iniciou com alta transmissão de luz, porém, ao longo da análise observou-se redução na transmissão, indicando maior estabilidade de partículas e menor sedimentação em relação ao padrão. O perfil exibido para a mistura do bioinseticida Bt, do fungicida AB com o adjuvante LA, Bt + AB + LA, foi semelhante ao tratamento Bt + AB, porém, com maior irregularidade nas distâncias das últimas leituras (representados pela linha verde) em que indicam incompatibilidade entre partículas, entretanto mantendo a estabilidade da calda. A adição do adjuvante MO no sitema, Bt + AB + MO e Bt + AB + LA + MO, reduziu os valores de transmissão de luz que pode ser esclarecido pela quantidade elevada de partículas e maior estabilidade dessas partículas dispersas, com mais efetividade para Bt + AB + LA + MO (Figura 13).

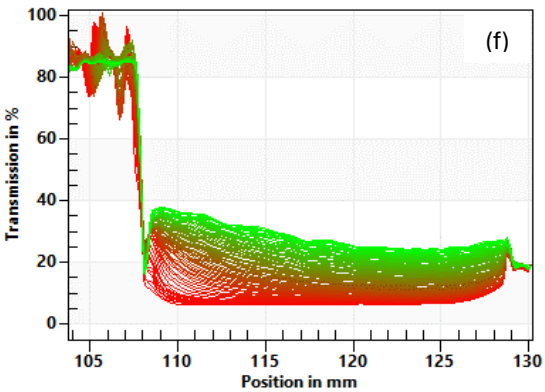

(a)
Transmission in %
Position in mm


(b)
Transmission in %
Position in mm


(c)
Transmission in %
Position in mm


(d
Transmission in %
Position in mm


(e)
Transmission in %
Position in mm


(f)
Transmission in %
Position in mm

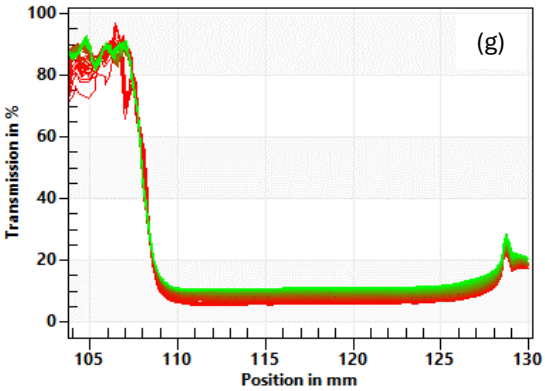

(g)
Transmission in %
Position in mm

Figura 12- Perfis de transmissão (%) da quantidade de luz sobre caldas bioinseticidas associadas a fungicidas e adjuvantes. (a) Bt; (b) Bt+LA; (c) Bt+MO; (d) Bt+AB; (e) Bt+AB+LA; (f) Bt+AB+MO e (g) Bt+AB+LA+MO.

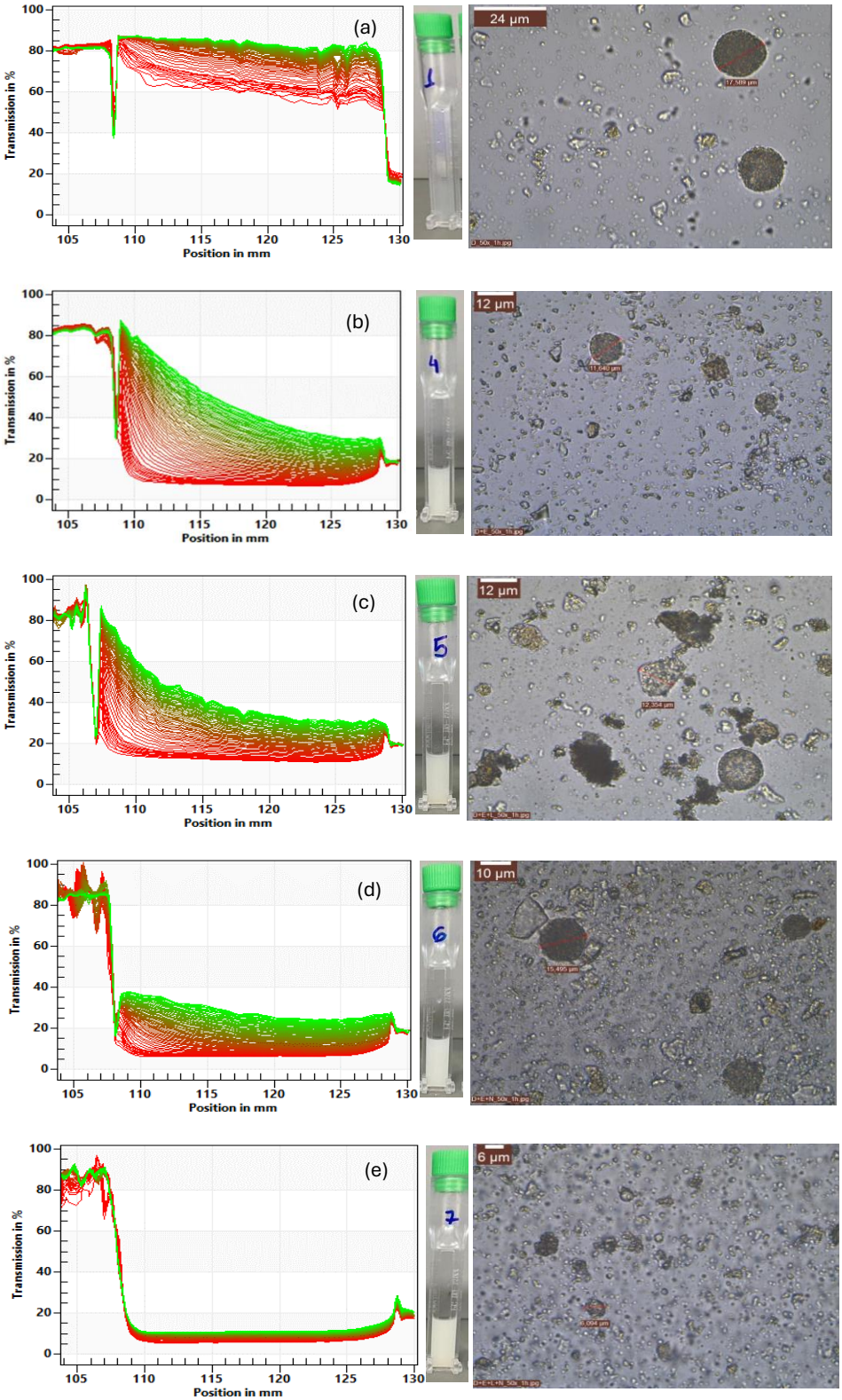


Figura 13- Perfis de transmissão (%) da quantidade de luz sobre caldas bioinseticidas associadas a fungicidas e adjuvantes. (a) Bt; (b) Bt+AB; (c) Bt+AB+LA; (d) Bt+AB+MO e (e) Bt+AB+LA+MO.

5.3. Estabilidade física acelerada – Índice de instabilidade

O índice de instabilidade, conforme definido, é calculado dividindo-se a clarificação da calda em um determinado tempo de separação pela clarificação máxima alcançada pela amostra no tempo. Esse índice é utilizado para avaliar a estabilidade de partículas dispersas, com base na separação de fases observada ao longo do tempo (He et al., 2015). Quanto menor o valor do índice de instabilidade, maior é a estabilidade das partículas, indicando menor separação de fases ao longo do tempo.

De acordo com o padrão bioinseticida Bt, observa-se melhora significativa na estabilidade das partículas dispersas quando é realizada a mistura tanto nas caldas com os adjuvantes LA e MO, Bt + LA e Bt + MO, e com o fungicida AB, Bt + AB, quanto na combinação com o bioinseticida Bt, fungicida AB e os adjuvantes LA e MO, Bt + AB + LA; Bt + AB + MO e Bt + AB + LA + MO, sendo as caldas contendo o adjuvante MO, Bt + MO; Bt + AB + MO e Bt + AB + LA +MO, as que apresentaram menores valores em relação as demais caldas, e a mais efetiva com adjuvantes combinados LA+MO a calda, Bt + AB + LA + MO (Figura 14).

A melhora na estabilidade das misturas contendo o fungicida AB e adjuvante MO, sugerem que os dispersantes das formulações do bioinseticida Bt (pó molhável- WP), do fungicida AB (grânulo dispersível – WG) e adjuvante OM (óleo mineral) reforçam a compatibilidade entre as formulações e por isso mantém uma maior estabilidade das partículas dispersas.

O resultado da instabilidade de partículas dispersas pode estar relacionado ao desequilíbrio entre as forças repulsivas e estéricas, características das forças de van der Waals (Ma et al., 2010). As forças de van der Waals são forças atrativas que ocorrem entre moléculas ou partículas, independentemente do tamanho, próximas umas das outras e podem causar aglomeração de partículas e influenciar a estabilidade em uma suspensão ou calda (Luckham, 1989). As forças repulsivas, por outro lado, agem para manter as partículas afastadas umas das outras e impedir sua aglomeração ou coalescência. Essas forças repulsivas podem ser de natureza eletrostática, devido às cargas elétricas das partículas ou estérica, devido a camadas adsorvidas na superfície das partículas formando uma barreira física entre partículas (Luckham, 1989).

O desequilíbrio entre as forças repulsivas e estéricas pode levar à desestabilização das partículas e à sua aglomeração ou separação. Por exemplo, se as forças repulsivas forem mais fracas em comparação com as forças atrativas (van der Waals), as partículas podem se aproximar e formar agregados, causando uma separação de fases na calda (Wang, 2011).

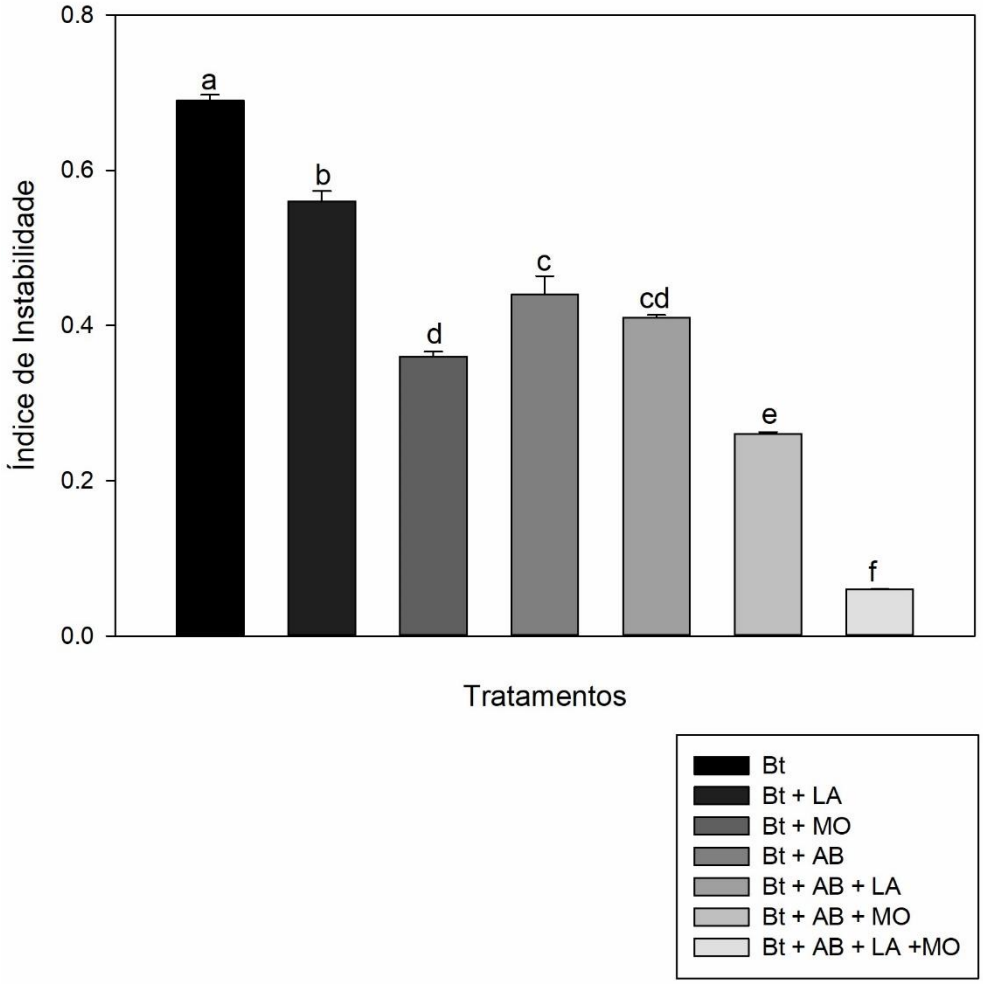


Figura 14- Resultado do índice de instabilidade obtido através do teste de foto-centrifugação analítica no equipamento LUMiSizer®.

5.4. Distribuição tamanho de partículas em suspensão

Observando-se o perfil de distribuição do tamanho de partículas em suspensão, são apresentados valores de diâmetro de partículas no tempo de 20 minutos de avaliação, considerando o tempo médio em que a calda permanece no tanque em uma aplicação antes da necessidade de reabastecimento (Tabela 4). Esta análise

difere do teste de estabilidade física acelerada, pois foi realizada com o equipamento Mastersizer 3000, que, além de operar com agitação superior, 2500 rpm, também aplica sonicação. A técnica de sonicação promove a desagregação das partículas das formulações de produtos fitossanitários utilizados nas misturas, aumentando a probabilidade de interação das partículas em suspensão. A análise permite observar inferências complementares sobre a estabilidade das partículas em suspensão e como interferem na compatibilidade entre formulações na mistura em tanque de pulverização.

É possível observar que os tratamentos padrão bioinseticida Bt isolado e Bt associado aos adjuvantes LA e MO, Bt + LA e Bt + MO, se mantém com os mesmo volumes de partículas de menor diâmetro Dv10 e Dv50, já os tratamentos em mistura com o fungicida multissítio AB, Bt + AB, Bt + AB + LA, Bt + AB +MO e Bt + AB + LA + MO, apresentaram a tendência em diminuir o volume de partículas de menor diâmetro Dv10 e Dv50. A distribuição de partículas maiores Dv90, foi elevada em todos os tratamentos no tempo de avaliação.

Tabela 4- Distribuição de partículas em relação ao dv0,1, dv0,5 e dv0,9 aos 2, 10 e 20 minutos de avaliação.

Tratamentos	2m	10m	20m
		Dv10 (µm/s)	
Bt	2,2 ± 0,11 abA	1,7 ± 0,02 bB	1,6 ± 0,02 bB
Bt + LA	2,4 ± 0,06 aA	2,0 ± 0,01 aB	1,9 ± 0,01 aB
Bt + MO	2,2 ± 0,17 abA	1,7 ± 0,03 abB	1,6 ± 0,02 bB
Bt + AB	1,8 ± 0,02 cA	1,5 ± 0,02 bB	1,5 ± 0,02 bB
Bt + AB + LA	2,1 ± 0,19 bcA	1,6 ± 0,03 bB	1,5 ± 0,01 bB
Bt + AB + MO	1,9 ± 0,03 cA	1,6 ± 0,01 bB	1,5 ± 0,02 bB
Bt + AB + LA + MO	1,8 ± 0,07 cA	1,5 ± 0,05 bB	1,4 ± 0,04 bB
CV %		7,58	
		Dv50 (µm/s)	
Bt	11,8 ± 1,10 abA	7,2 ± 0,17 abB	6,7 ± 0,23 abB
Bt + LA	14,4 ± 0,51 aA	10,1 ± 0,23 aB	9,1 ± 0,24 aB
Bt + MO	13,8 ± 2,47 abA	7,7 ± 0,24 abB	6,9 ± 0,25 abB
Bt + AB	10,5 ± 0,93 bA	5,5 ± 0,14 bB	5,3 ± 0,19 bB
Bt + AB + LA	11,2 ± 1,62 abA	6,1 ± 0,15 bB	5,7 ± 0,21 abB
Bt + AB + MO	14,6 ± 1,59 aA	6,1 ± 0,13 bB	6,1 ± 0,22 abB

Bt + AB + LA + MO	12,5 ± 0,99 abA	6,5 ± 0,09 abB	5,8 ± 0,13 abB
CV %		19,3	
		Dv90 (µm/s)	
Bt	43,7 ± 1,71 a	39,1 ± 2,89 a	45,9 ± 5,19 b
Bt + LA	47,7 ± 2,06 a	48,8 ± 4,83 a	53,2 ± 7,16 ab
Bt + MO	51,4 ± 3,19 a	51,5 ± 6,08 a	57,4 ± 7,93 ab
Bt + AB	47,4 ± 1,14 a	45,3 ± 7,40 a	56,4 ± 9,76 ab
Bt + AB + LA	45,7 ± 3,57 a	43,6 ± 4,04 a	59,1 ± 6,90 ab
Bt + AB + MO	59,9 ± 2,31 aAB	55 ± 5,58 aB	75,4 ± 12,01 aA
Bt + AB + LA + MO	49,9 ± 1,83 a	31,7 ± 1,11 a	45,5 ± 5,96 b
CV %		22,6	

No tratamento padrão bioinseticida Bt isolado e nas misturas Bt + AB, Bt + AB + LA, Bt + AB + MO e Bt + AB + LA + MO, verificou-se que durante o tempo de avaliação de 10 minutos houve uma redução no diâmetro das partículas de Dv90 e aos 20 minutos posterior aumento, apresentando a tendência de picos distintos durante a avaliação (Figura 15). Já para os tratamentos que associam os adjuvantes LA e MO ao Bt isolado, Bt + LA e Bt + MO, foi possível observar incremento na distribuição de partículas Dv90 em todo tempo de avaliação.

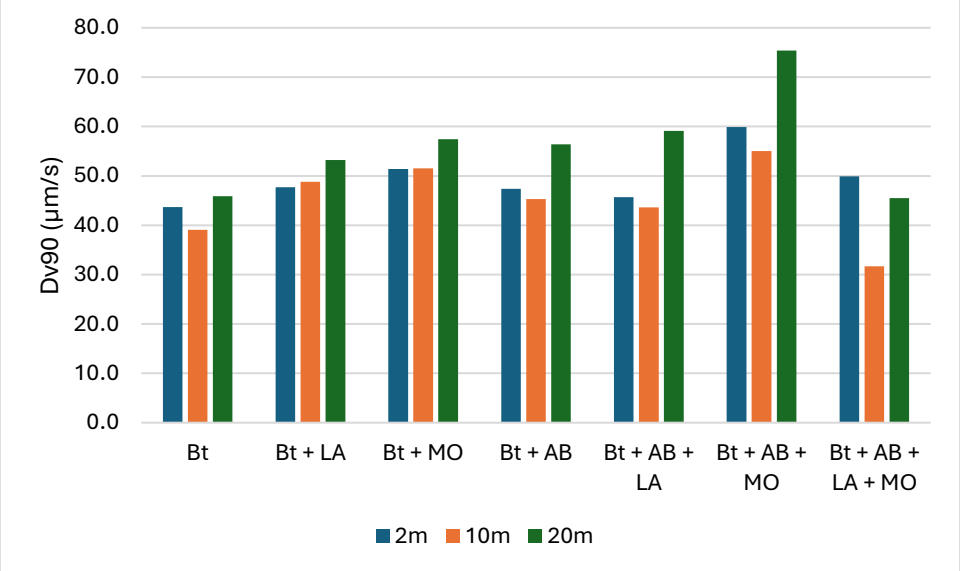


Figura 15- Gráficos de distribuição de partículas em relação ao dv0,9 aos 2, 10 e 20 minutos de avaliação.

A dispersão de partículas ocorrendo de forma heterogênea durante o tempo de avaliação, em geral, é resultado de múltiplos mecanismos de quebra, originando incompatibilidades entre as misturas. Os dispersantes presentes nas formulações do bioinseticida Bt (pó molhável- WP) e fungicida AB (grânulo dispersível- WG), encontram-se muito diluídos na calda fitossanitária, em que sua maior parte é a água, e quebram ficando disponível no sistema, com a alta agitação da calda fitossanitária, esses dispersantes podem voltar a aglomerar, aumentando assim o tamanho de partículas dispersas, principalmente quando combinados com outros tipos de formulações e dispersantes como no caso da mistura de tanque (Petter et al, 2013). Os fenômenos descritos podem apresentar interações com efeitos aditivos, antagônicos ou sinérgicos nos ativos utilizados na mistura (Petter et al., 2013; Della Vechia et al, 2019).). O incremento de Dv90 ao longo do tempo nos tratamentos Bt + LA e Bt + MO, reforça a ocorrência da interação dos dispersantes das formulações com os dispersantes adicionados a mistura (LA e MO) no fenômeno da maturidade Ostwald, em que há a difusão de partículas menores para as maiores, resultando em incompatibilidades e menor estabilidades entre partículas dispersas (Park, 2023).

5.5. Estabilidade/Compatibilidade físico-química de caldas

Foram observadas incompatibilidades na análise físico-química das caldas, em todos os tratamentos avaliados. As incompatibilidades físicas encontradas incluíram sedimento, separação de fases, suspensão em óleo, cristais, creme e espuma, nas avaliações de 0, 2, 6 e 24 horas após o preparo das caldas (HAP).

Ocorreu sedimentação em todos os preparos de caldas nas observações de 0, 2, 6 e 24 HAP, com redispersão após agitação, exceto para os tratamentos contendo o fungicida multissítio AB na avaliação de 24 HAP. Separação de fases foi observada na calda do bioinseticida Bt nas avaliações de 6 e 24 HAP. Houve suspensão em óleo nas caldas: bioinseticida Bt + LA e bioinseticida Bt + AB + LA + MO, nas avaliações de 2, 6 e 24 HAP. A formação de cristais foi observada em praticamente todas as caldas, em pelo menos um HAP, exceto no tratamento bioinseticida Bt + AB + MO, onde cristais foram observados apenas em 24 HAP. Houve formação de creme em todas as caldas até as 24 HAP. A formação de espuma foi observada apenas nos tratamentos: bioinseticida Bt + LA e bioinseticida Bt + MO, na avaliação de 0 HAP.

Foi observada as seguintes frequências de ocorrências de instabilidade: sedimentação - 28, separação de fases - 4, suspensão em óleo - 9, formação de cristais - 12, formação de creme - 7 e formação de espuma -2. Os tratamentos bioinseticida Bt + LA e bioinseticida Bt + AB + LA + MO apresentaram o maior número de ocorrências de instabilidade, representando 18% e 17% do total, respectivamente, requerendo atenção (Figura 16). Houve menos ocorrências para os tratamentos bioinseticida Bt, bioinseticida Bt + MO e bioinseticida Bt + AB + LA. Já os tratamentos Bt + AB e Bt + AB + MO obtiveram maior compatibilidade.

Sobre a compatibilidade físico-química do preparo das caldas de produtos fitossanitários, bioinseticida Bt associado ao fungicida multissítio AB e dois adjuvantes LA e MO, observa-se incompatibilidades entre as combinações. Essas incompatibilidades dentro do tanque do pulverizador são resultado de uma mistura fisicamente heterogênea, podendo comprometer todo o circuito hidráulico, obstruindo componentes, incluindo filtros e bicos, o último responsável pela distribuição da calda pela área tratada, resultando em ineficiência dos produtos utilizados no controle da praga-alvo (Petter, et al, 2013).

A produção de espuma durante a agitação das caldas (Bt + LA e Bt + MO) no pulverizador pode expandir o líquido de pulverização ao ponto de resultar em derramamentos, afetando a concentração final do produto fitossanitário no tanque, que interfere na eficiência de ação dos esporos, além de significar desperdício e eventuais riscos de contaminação. Portanto, é recomendado seguir corretamente o procedimento de preparo e agitação contínua dessas caldas para garantir uma homogeneização adequada e evitar incompatibilidades. É essencial compreender as implicações físicas e químicas que podem comprometer a qualidade, a eficiência e a segurança dos tratamentos realizados.

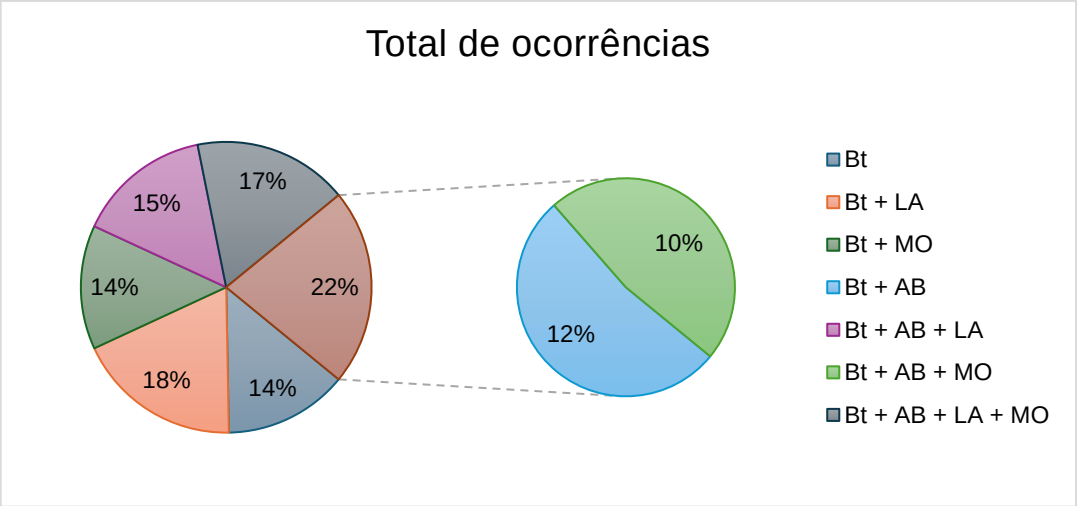


Figura 16- Gráficos de total de ocorrência de incompatibilidades na mistura de produtos fitossanitários em tanque aos 0, 2, 6 e 24 horas após o preparo.

5.6. Potencial Hidrogeniônico

Quanto ao pH, houve diferença entre as caldas fitossanitárias em todos os horários de avaliação (Tabela 5). O tratamento bioinseticida Bt (testemunha), apresentou valores de pH de 5,54 a 5,8. Ao adicionar o adjuvante LA, observou-se uma redução do pH que variou em uma faixa de 3,23 a 3,16. A adição do adjuvante MO resultou em uma diferença, pouco menor que a testemunha, mantendo o pH em uma faixa de 5,28 a 5,25.

Ao adicionar o fungicida multissítio AB ao bioinseticida Bt, houve elevação do pH para a faixa de 7,73 a 7,64, diferindo da testemunha. Já a interação do bioinseticida Bt + AB + LA, reduziu os valores de pH. Quando o adjuvante foi trocado pelo MO, no tratamento Bt + AB + MO, a faixa de pH foi elevada para faixas de alcalinidade moderada, variando de 7,53 a 7,91. A interação com todos os adjuvantes, Bt + AB + LA + MO, manteve o pH próximo à faixa ideal de 5,54 a 5,81, para a preservação do complexo esporo-cristal da bactéria, para a ação adequada da toxina sobre os insetos (Santos, 2021).

Tabela 5- Caracterização das caldas fitossanitárias quanto ao pH até 24 horas após o preparo.

	Tempo			
Tratamentos	**0H**	**2H**	**6H**	**24H**
Bt	5,54 ± 0,6 ABb	5,49 ± 0,6 Bb	5,84 ± 0,6 Ab	5,81 ± 0,6 ABb
Bt + LA	3,23 ± 0,6Bd	3,56 ± 0,6 Ad	3,18 ± 0,6 Bd	3,16 ± 0,6Be
Bt + MO	5,28 ± 0,6Abc	5,35 ± 0,6 Ab	5,40 ± 0,6 Ac	5,25 ± 0,6 Ac
Bt + AB	7,73 ± 0,6 Aa	7,69 ± 0,6 Aa	7,88 ± 0,6 Aa	7,64 ± 0,6 Aa
Bt + AB + LA	4,96 ± 0,6Ac	4,85 ± 0,6 Ac	5,07 ± 0,6 Ac	5,02 ± 0,6 Acd
Bt + AB + MO	7,53 ± 0,6 Ba	7,56 ± 0,6 Ba	7,85 ± 0,6 ABa	7,91 ± 0,6 Aa
Bt + AB + LA + MO	5,00 ± 0,6 ABc	4,95 ± 0,6 ABc	5,24 ± 0,6 Ac	4,78± 0,6 Bd
CV (%)	3,4			

*Letras minúsculas entre tratamentos e maiúsculas entre tempos. Letras diferentes diferem entre si estatisticamente.

O pH é considerado um fator importante relacionado a compatibilidade e estabilidade físico-química, interferindo na degradação dos ingredientes ativos da formulação e eficiência dos produtos associados em tanque (Rajasekar e Mallapus, 2017).

Houve uma variação de pH entre caldas em relação ao bioinseticida Bt isolado (5,54 - 5,81), para a faixa ideal para a preservação do complexo esporo-cristal, para a ação adequada da toxina da bactéria ao atingir os insetos. Entretanto para as caldas Bt + MO (5,28 - 5,25), Bt + AB + LA (4,96 -5,02) e Bt + AB + LA + MO (5,00 - 4,78), os valores mantiveram-se próximos da faixa esperada para o controle bioinseticida Bt, porém apresentaram diferença, com a calda ácida, assim como para a calda Bt + LA (3,23-3,16). A associação ao adjuvante LA, reduziu o pH da calda de pulverização, o que pode impactar a eficácia do bioinseticida Bt e do fungicida AB aplicados, devido sua importância para a eficiência dos produtos fitossanitários (Petroff, 2005).

Apesar de o pH não ser o principal fator para o crescimento e esporulação das colônias do bioinseticida Bt, possui seu modo de ação potencializado em condições específicas de pH (Kominek e Halvorson, 1995). Há aumento no crescimento vegetativo e na esporulação após o tratamento com uma mistura de biopesticida Bt e LA (lecitina e ácido propiônico), em pH em torno de 3,5, sugerindo que pH mais ácido não afeta o crescimento vegetativo das colônias e o número de esporos (Santos, 2021). Durante o crescimento vegetativo, a bactéria excreta acetato e piruvato, e que em muitas espécies de *Bacillus*, são derivados da fermentação de carboidratos e

atuam como reserva de carbono e energia intracelular para esporulação (Chen et al., 2012). A adição do adjuvante LI pode ser a fonte de energia na forma de lecitina e ácido propiônico, para maior produção de esporos, através da esporulação bacteriana do Bt (Gong et al, 2012). Para que se inicie a esporulação, é necessário que haja a máxima síntese de poli-β-hidroxibutirato, estimulado pelo valor mínimo de pH da calda devido a presença da lecitina e ácido propiônico (Gong et al, 2012).

Já as caldas combinadas ao fungicida AB e adjuvante MO, Bt + AB (7,73 - 7,64) e Bt + AB + MO (7,53 - 7,91) os valores alteraram bastante em relação a faixa esperada tanto do tratamento controle Bt (5,54 - 5,81) quanto para atuação de inseticidas, o qual a faixa recomendada varia de 3,5 a 6,0 (Hirata, 2003).

Por outro lado, a elevação do pH com a adição do fungicida multissítio AB para faixas mais altas (7,73 - 7,64) é limítrofe dada a leve alcalinidade da calda. Em meios de pH maior que 8, a germinação de esporos é inibida devido à solubilização das proteínas (Wilson e Benoit, 1993). A ação do *Bacillus thuringiensis* no inseto alvo se inicia com a ingestão do complexo esporo-cristal e a posterior dissociação do cristal no intestino médio devido ao pH alcalino nesse meio, formando pró-toxinas que serão convertidas em polipeptídios menores e estáveis (toxinas ativadas), que se ligam a receptores específicos nas microvilosidades apicais das células colunares, permitindo que as proteínas penetrem à membrana e formem poros que resultam no rompimento das células do intestino médio, levando à lise celular (Jurat-Fuentes e Crickmore, 2017). Desta forma, sugere-se evitar pH mais elevado na combinação do bioinseticida Bt com outros produtos fitossanitários em tanque, evitando mimetizar as condições alcalinas do intestino dos insetos, promovendo a liberação antecipada das toxinas e, portanto, resultando em degradação do bioinseticida, antes de atingir o alvo.

5.7. Viscosidade

A análise de viscosidade indicou variação entre as caldas compostas pela mistura dos produtos fitossanitários em tanque, quando comparadas ao padrão com água, apresentando aumento em todas as associações (Figura 17). Observou-se que as caldas contendo a combinação dos adjuvantes LA e MO (Bt + AB + LA + MO) resultaram nos maiores valores de viscosidade (Figura 17).

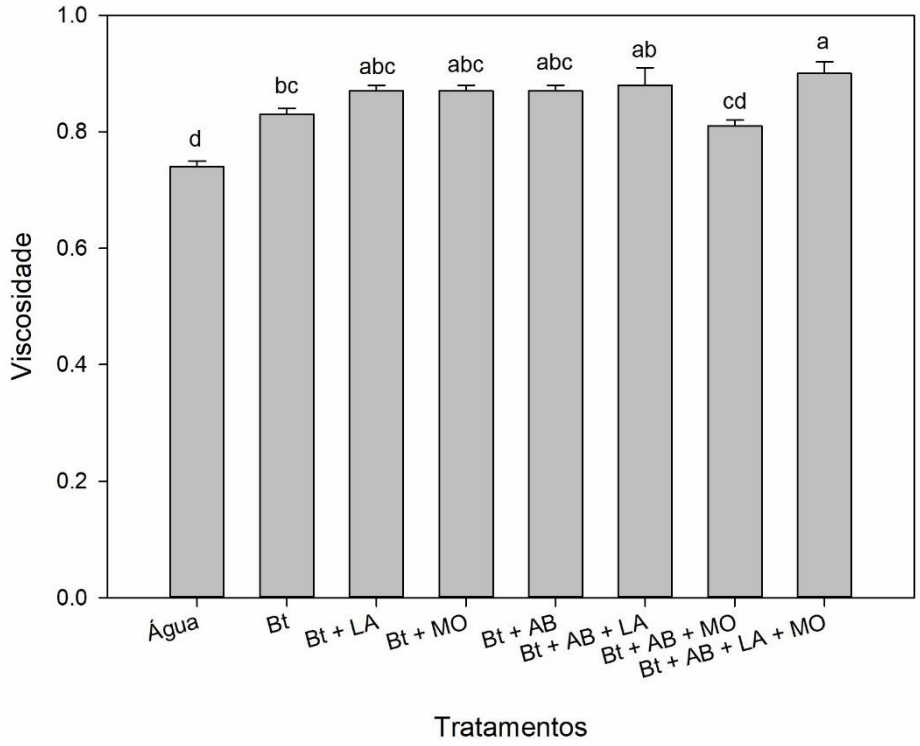


Figura 17- Valores de viscosidade média das caldas em misturas de tanque.

O aumento da viscosidade nas caldas fitossanitárias, como observado em todas as misturas e com destaque para Bt + AB + LA + MO, está associado a uma maior estabilidade das partículas suspensas na calda preparada e consequentemente uma maios compatibilidade entre os produtos na mistura, pois, a viscosidade mais elevada tende a reduzir a sedimentação de partículas, aumentando a homogeneidade da calda ao longo do tempo (Nsamela et al., 2021). A estabilidade das partículas suspensas melhora a dispersão dos ingredientes ativos, garantindo uma aplicação mais uniforme ao longo da área tratada.

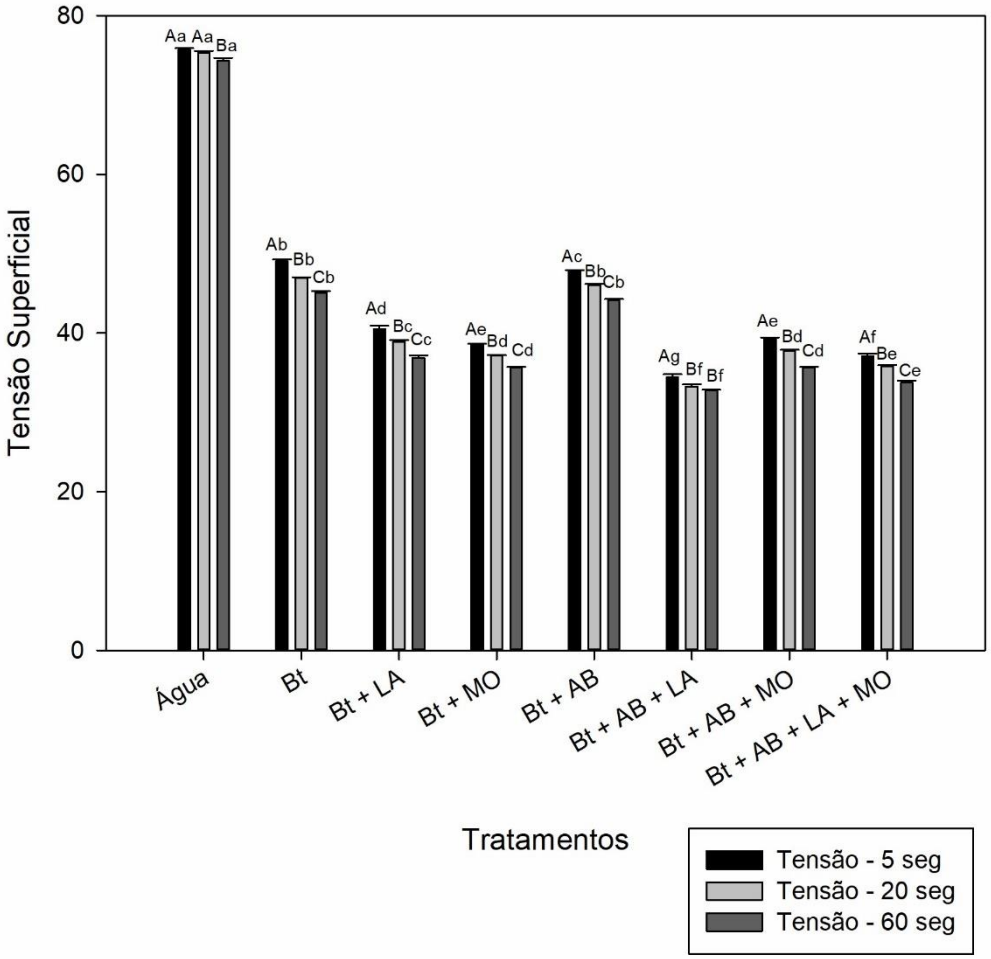
Entretanto, o aumento na viscosidade também pode alterar características físicas da calda fitossanitária, e impactar o processo de pulverização, como aumentar o tamanho de gotas formadas e reduzir a abertura do jato de pulverização, impactando a cobertura e padrão de distribuição da pulverização, potencialmente reduzindo a eficácia do tratamento (Christofoletti, 1999). Portanto, o equilíbrio na viscosidade é fundamental para garantir a eficácia e a segurança da aplicação.

5.8. Tensão superficial dinâmica e Ângulo de contato.

A análise de tensão superficial apresenta diferenças significativas entre as caldas fitossanitárias ao longo do tempo (5, 20 e 60 segundos). O tratamento controle, água, apresentou a maior tensão superficial em todos os tempos analisados, com valores próximos a 75 mN/m, sem variações ao longo do tempo de avaliação. O tratamento com o bioinseticida Bt isolado reduziu a tensão superficial para cerca de 60 mN/m, com uma leve redução ao longo do tempo (Figura 18).

A combinação de Bt com o adjuvante LA (Bt + LA) resultou em uma redução significativa da tensão superficial, com valores próximos a 50 mN/m, e comportamento semelhante foi observado para o tratamento Bt + MO, que apresentou tensão superficial entre 45 e 50 mN/m. Ambos os tratamentos mostraram uma leve redução ao longo do tempo (Figura 18)

O tratamento Bt + AB aumentou a tensão superficial, com valores próximos ao bioinseticida Bt isolado, e uma redução contínua foi observada com o passar do tempo. As combinações Bt + AB + LA e Bt + AB + MO apresentaram resultados semelhantes, com tensões superficiais ainda mais baixas, na faixa de 35 a 50 mN/m, e leves reduções ao longo do tempo, sendo Bt + AB + LA o que apresentou a menor tensão superficial entre todos os tratamentos, com valores ao redor de 30 a 35 mN/m. Esse resultado destaca o potencial da mistura em reduzir a tensão superficial. (Figura 18). Por fim, o tratamento Bt + AB + LA + MO apresentou tensão superficial entre 35 a 40 mN/m, e uma redução leve e constante com o aumento do tempo.



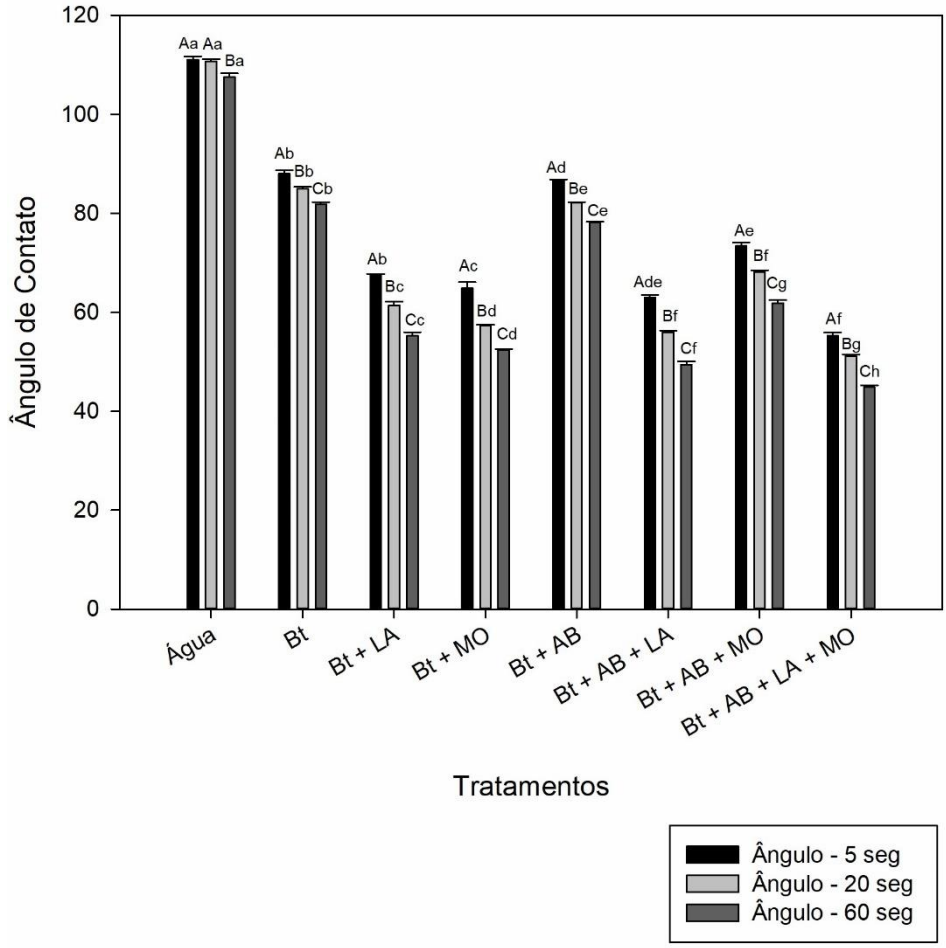
*Letras minúsculas entre tratamentos e maiúsculas entre tempos. Letras diferentes diferem entre si estatisticamente.

Figura 18- Caracterização da calda sobre a tensão superficial (mN m-1) em caldas fitossanitárias em misturas de tanque.

O tratamento Bt isolado já demonstrou uma redução significativa em relação à água, indicando que o produto possui propriedades que afetam a tensão superficial. No entanto, a adição do adjuvante LA, especialmente na combinação como Bt + AB + LA, resultou em reduções expressivas da tensão superficial, alcançando valores mínimos ao redor de 30-35 mN/m. Isso indica que o adjuvante LA e componentes das formulações do bioinseticida Bt e fungicida AB apresentam sinergia, otimizando as propriedades físico-químicas da calda. A maior redução da tensão superficial, indica também maior eficiência do tratamento, o que pode ser vantajoso em aplicações que demandam maior cobertura de gotas (Iost; Raetano, 2010). Esses resultados reforçam

que a escolha adequada de adjuvantes em caldas fitossanitárias, otimizam a eficiência das aplicações no manejo da cultura.

Complementar a tensão superficial, os resultados de ângulo de contato também apresentam diferenças significativas entre os tratamentos ao longo do tempo. A água apresentou os maiores ângulos de contato em todos os tempos analisados (5, 20 e 60 segundos), com valores superiores a 100 graus e pouca variação entre os tempos, indicando baixo espalhamento. O tratamento bioinseticida Bt isolado, reduziu os valores de ângulo de contato em comparação à água, com valores entre 80 e 90 graus, também com pouca variação ao longo do tempo (Figura 19).



*Letras minúsculas entre tratamentos e maiúsculas entre tempos. Letras diferentes diferem entre si estatisticamente.

Figura 19- Caracterização da calda sobre a ângulo de contato (graus) em caldas fitossanitárias em misturas de tanque.

Quando combinada ao adjuvante LA (Bt + LA) e ao adjuvante MO (Bt + MO), os tratamentos reduziram o ângulo de contato para 60-70 graus, com leve variação ao longo do tempo da análise.

O tratamento Bt + AB apresentou um aumento dos valores de ângulo de contato, com redução continua ao longo dos tempos analisados. As combinações Bt + AB + LA e Bt + AB + MO apresentou valores de ângulo de contato de 40-50 graus, evidenciando maior espalhamento da calda fitossanitária.

Por fim, a formulação Bt + AB + LA + MO foi a mais eficiente, apresentando o menor ângulo de contato (30-40 graus) entre todos os tratamentos, com leve redução ao longo do tempo, indicando alta capacidade de espalhamento e interação com a superfície.

A tensão superficial desempenha um papel essencial na eficiência das aplicações dos produtos fitossanitários, pois está diretamente relacionada à capacidade de espalhamento e adesão das caldas fitossanitárias nas superfícies das plantas. A água, que apresentou a maior tensão superficial entre todos os tratamentos, reflete sua natureza pura, que dificulta o espalhamento eficiente. A redução da tensão superficial observada nos tratamentos contendo adjuvantes evidencia a importância dessas substâncias na formulação das caldas de pulverização.

Os resultados reforçam o papel fundamental dos adjuvantes na redução do ângulo de contato, o que impacta diretamente na capacidade de espalhamento da solução sobre a superfície (Decaro Junior et al., 2014). O uso de múltiplos adjuvantes pode atuar de forma complementar, melhorando propriedades físico-químicas como a redução da tensão superficial e ângulo de contato da calda fitossanitária à superfície aplicada (Iost e Raetano, 2010). A redução contínua do ângulo de contato ao longo do tempo em todos os tratamentos indica que as soluções mantêm a interação com a superfície, possivelmente devido à absorção ou rearranjo molecular. Esse comportamento aumenta o tempo de ação e a eficácia dos produtos fitossanitários (Gimenez et al, 2013).

5.9. Contagem de esporos Bt

Em relação contagem de esporos foi observado diferença significativa entre as caldas fitossanitárias e terços da planta (GLM:p> 0,001). Observa-se que o tratamento testemunha (T1), que não incluiu Bt ou adjuvantes, apresentou a menor deposição de esporos em todos os terços da planta, servindo como referência para comparação. O uso do Bt isolado (T2) resultou em um pequeno aumento na deposição de esporos, especialmente nos terços médio e superior (Figura 20). Quando combinados com os adjuvantes LA e MO e o fungicida AB, os tratamentos mostraram uma melhora considerável na deposição de esporos, com diferenças importantes entre as combinações.

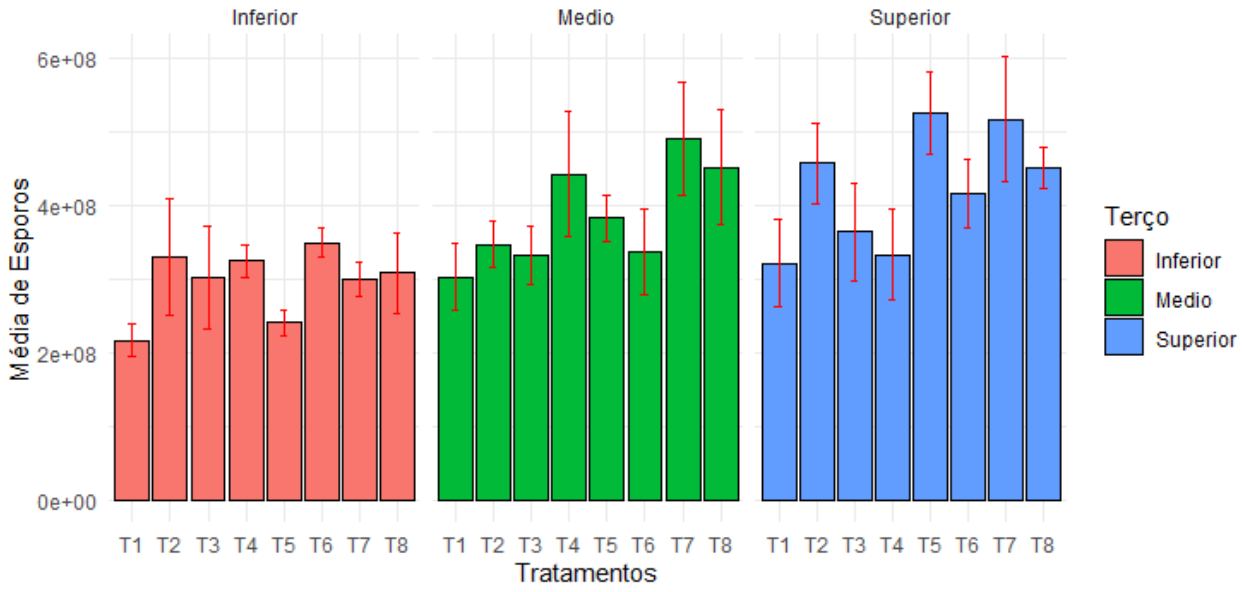


Figura 20- Deposição de esporos de *Bacillus thuringiensis* nos terços inferior, médio e superior da planta em função de diferentes tratamentos (T1: Testemunha; T2: Bt; T3: Bt + LA; T4: Bt + MO; T5: Bt + AB; T6: Bt + AB + LA; T7: Bt + AB + MO; T8: Bt + AB + LA + MO).

Os tratamentos com adjuvantes, como o LA (T3) apresentaram pequena tendência de redução na deposição de esporos nos terços médio e superior, já a associação do adjuvante MO (T4), proporcionou um incremento na deposição de esporos, especialmente no terço médio. A combinação com o fungicida AB (T5), apresentou maior aumentando nos valores médios de esporos no terço superior.

A matriz de correlação apresentou uma relação mais forte entre os terços médio e superior (correlação de 0,45), sugerindo que a deposição de esporos nesses terços está mais relacionada. Por outro lado, o terço inferior apresentou correlações muito baixas (0,24 - terço médio e 0,04- terço superior), indicando menor depósito de esporos nessa região (Figura 21). Esse padrão pode ser atribuído à arquitetura da planta e à maior retenção de pulverização pelas folhas superiores.

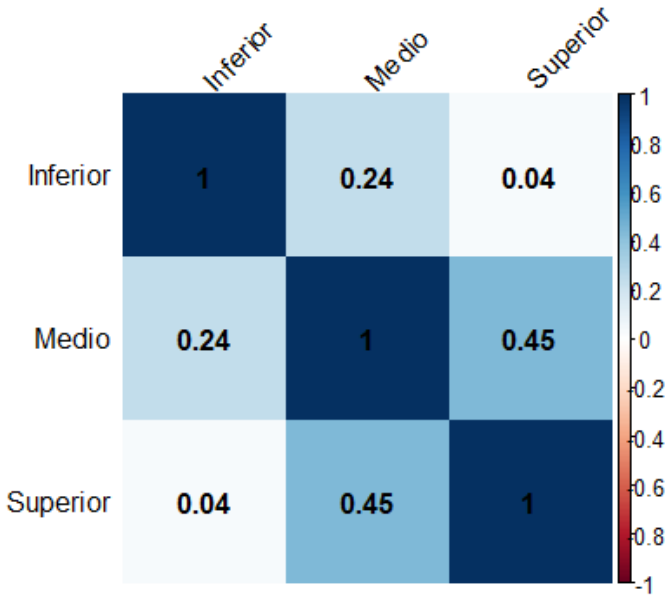


Figura 21- Matriz de correlação entre os terços inferior, médio e superior da planta em relação à deposição de esporos de *Bacillus thuringiensis* considerando os diferentes tratamentos (T1: Testemunha; T2: Bt; T3: Bt + LA; T4: Bt + MO; T5: Bt + AB; T6: Bt + AB + LA; T7: Bt + AB + MO; T8: Bt + AB + LA + MO).

De forma geral, os resultados sugerem a importância do uso de adjuvantes, para otimizar a deposição de esporos. No entanto, os baixos níveis de deposição de esporos no terço inferior destacam a necessidade de ajustes técnicos na aplicação para garantir uma cobertura mais uniforme em todas as partes da planta.

5.10. Eficiência larvicida de misturas contendo *Bacillus thurigiensis*.

A eficiência larvicida foi testada em lagartas de *C. includens* submetidas a diferentes tratamentos com *B. thuringiensis* (Bt), tanto isolado quanto em mistura com

o fungicida AB e adjuvantes LA e MO. O tratamento controle (testemunha), que não recebeu aplicação de Bt ou adjuvantes, apresentou a menor taxa de mortalidade, indicando baixa mortalidade natural ou ausência de efeito letal. O tratamento com Bt isolado resultou em alta taxa de mortalidade, evidenciando sua eficiência como bioinseticida. As combinações de Bt com o fungicida AB e os adjuvantes, como LA e MO, mantiveram taxas de mortalidade elevadas e semelhantes às do Bt isolado, com variações não significativas entre os tratamentos.

Os resultados indicam que a adição de adjuvantes, seja isoladamente ou em misturas, não comprometem a eficácia do bioinseticida Bt, o que demonstra seu potencial para uso em misturas no manejo integrado de pragas (MIP).

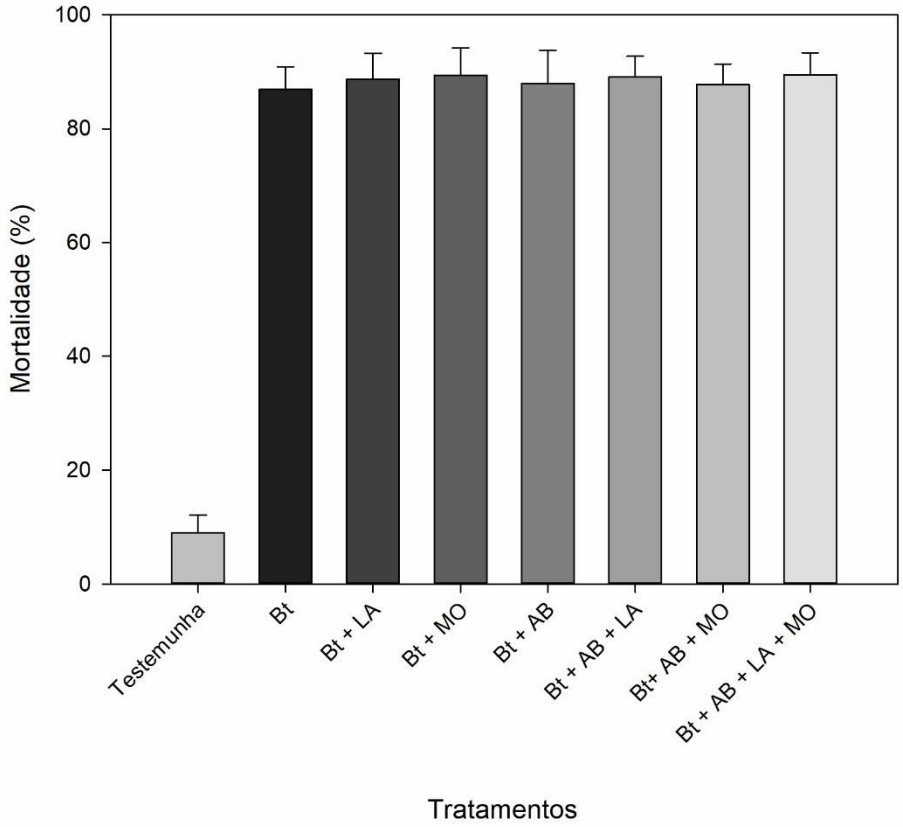


Figura 22- Mortalidade de *Chrysodeixis includens* em misturas com *Bacillus thuringiensis* (Bt), fungicida e adjuvantes.

Os dados de mortalidade de *C. includens* confirmam a contagem de esporos para a eficiência de controle. A concentração acima de 3 x 10^8 esporos, conforme

observado por Santos (2021) em estudo com *Spodoptera frugiperda*, onde houve a mistura com o adjuvante LI alcançou mais de 90% de controle, enquanto a concentração 10^6 não atingiu mortalidade desejada.

Estudos com diversos produtos fitossanitários adicionados à calda de bioinseticida Bt podem inibir o crescimento vegetativo e a esporulação da bactéria (Morris, 1977; Dougherty et al., 1971). O efeito pode estar relacionado à dose dos produtos químicos, em que concentrações elevadas comprometem o desenvolvimento vegetativo do Bt (Lozano et al., 2018; Agostini et al., 2013; Pinto et al., 2012), reduzindo sua eficácia no campo.

6. CONCLUSÕES

A adição do adjuvante LA às caldas resultou em um aumento no tamanho de partículas prejudicando a estabilidade da calda.

A associação do fungicida AB e o adjuvantes MO ao bioinseticida Bt isolado e em mistura com adjuvante LA, reduziu o tamanho das partículas dispersas, contribuindo para a estabilidade física da calda.

A inclusão dos adjuvantes contribuiu para a estabilidade das caldas, com efeito mais relevante para MO.

Todas as caldas apresentaram algum tipo de incompatibilidade física, sendo Bt + AB e Bt + AB + MO os tratamentos mais estáveis.

O adjuvante LA, reduziu o pH para níveis ácidos (<4), enquanto o fungicida AB elevou o pH para faixas alcalinas (>7,5), impactando a estabilidade e eficácia do Bt, que (>8) pode antecipar a liberação das toxinas do Bt.

O aumento da viscosidade foi observado em todas as misturas, com destaque para Bt + AB + LA + MO,sugerindo uma maior estabilidade de partículas e homoeinidade da calda de pulverização.

Os adjuvantes LA e MO reduziram a tensão superficial e o ângulo de contato, melhorando o espalhamento e a adesão das caldas. A mistura Bt + AB + LA + MO apresentou o melhor desempenho.

A deposição de esporos variou significativamente entre os tratamentos e os terços da planta, com menor deposição no terço inferior devido à arquitetura da planta.

Tratamentos com adjuvantes e fungicida AB melhoraram a distribuição, destacando-se o MO no terço médio e o AB no terço superior.

O Bt manteve alta eficácia larvicida contra *Chrysodeixis includens*, mesmo em misturas, reforçando seu potencial no manejo integrado de pragas (MIP) e sugere a necessidade de ajustes nas formulações para maximizar a eficiência prática.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Agrofit (2025). Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - CoordenaçãoGeral de Agrotóxicos e Afins/DFIA/DAS.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1997). NBR 13074: Agrotóxicos – Preparação de água-padrão para ensaios. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2010). NBR NM ISSO 33101: Peneiras de ensaio – Requisitos técnicos e verificação. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2014). NBR 13875: Agrotóxico - Avaliação de compatibilidade físico-química. Rio de Janeiro.

ÁVILA, C. J.; ROESE, A. D.; CONCENÇO, G.; RICHETTI, A.; GOULART, A. C. P. Manejo fitossanitário integrado na cultura da soja: uma solução sustentável. Dourados: Embrapa Agropecuária Oeste, 2013. 36 p.

Bergamasco VB, Mendes DRP, Fernandes OA, Desidério JA, Lemos MVF (2013) Bacillus thuringiensis Cry1Ia10 and Vip3Aa protein interactions and their toxicity in Spodoptera spp. (Lepidoptera). Journal of Invertebrate Pathology 112:152- 158.

Blanco CA, Gould F, Groot AT, Abel CA, Hernandez G, Perera OP, Teran-Vargas AP (2010) Offspring from sequential matings between Bacillus thuringiensisresistant and Bacillus thuringiensis-susceptible Heliothis virescens Moths (Lepidoptera: Noctuidae). Journal of Economic Entomology 103:861-868.

BRASIL. (2018) Instrução Normativa nº 40, de 11 de outubro de 2018. Instrução Normativa Nº 40.

Bravo A, Gómez I, Porta H, García-Gómez BI, Almazan CR, Pardo L, Soberón M (2012) Evolution of Bacillus thuringiensis Cry toxins insecticidal activity. Microbial Biotechnology 6:17–26.

Bueno, RCOF; Parra, JRP; Bueno, AF; Moscardi, F; Oliveira, JRG; Camillo, MF (2007). Sem barreira. Revista Cultivar, v. 93, p. 12-15.

Calabrese, E.J. (1991). Multiple Chemical Interactions. Lewis Publishers, Chelsea, USA. 13 p.

Chakroun, M., Banyuls, N., Bel, Y., Escriche, B. & Ferré, J (2016). Bacterial vegetative insecticidal proteins (Vip) from entomopathogenic bacteria. Microbiol. Mol. Biol. Rev. 80, 329-350.

Chen, D. et al (2012). Proteomic analysis of Bacillus thuringiensis ΔphaC mutant BMB171/PHB-1 reveala that the PHB synthetic pathway warrants normals carbon metabolism. J. Proteomics, In press, DOI: 10.1016.

Chow, P. N. P (1993). Adjuvants in spray formulation in relation to foliar application of herbicides. In: Matthews, G. A.; Hislop, E. C. (Ed.). Application technology for crop protection. Wallingford: CAB. p. 291-304.

Christofoletti, J. C. Considerações sobre a deriva nas pulverizações agrícolas e seu controle. São Paulo: Teejet South América, 1999. 15

Collier FA, Elliot SL, Ellis RJ (2005) Spatial variation in Bacillus thuringiensis/cereus populations within the phyllosphere of broad-leaved dock (Rumex obtusifolius) and surrounding habitats. FEMS Microbiology Ecology 54:417–425.

Conab – Companhia Nacional de Abastecimento (2024) Acompanhamento da safra brasileira de grãos. v. 8 Safra 2023/24 – nono levantamento, Brasília, p. 1-121.

Costa, L.L.; Carneiro, A. L. C. G.; Souza, A. D. V.; Almeida, D. P.; Ferreira, M. C (2017). Caracterização da aplicação com diferentes inseticidas e pontas de pulverização na cultura da soja. **Engenharia na Agricultura**, v.25, n.2, p. 116-123.

Crickmore, N (2006). Beyond the spore – past and future developments of Bacillus thuringiensis as a biopesticide. J. Appl. Microbiol. 101, 616-619.

Cunha J. P. A. R.; Alves G. S; Marques R.S (2017). Surface tension, hydrogen-ion potential and electrical conductivity in spray solutions of plant protection products and adjuvants. Revista Ciência Agronômica, v. 48 n.2, p.1-10.

Cunha, J. P. A. R., Chueca, P., Garcerá, C., & Moltó, E. (2012). Caracterização do espectro de gotas de pulverização de diferentes bicos e pressões de trabalho. *Engenharia Agrícola*, 32(5), 954-960.

Cunha, J. P. A. R.; Bueno, M. R; Ferreira, M.C (2010).Espectro de gotas de pontas de pulverização com adjuvantes de uso agrícola. Planta Daninha, v. 28, p.1153-1158.

Della Vechia, J.F (2017). Interação entre produtos fitossanitários no manejo de Brevipalpus yothersi e Diaphorina citri na cultura dos citros. 104 f. (Dissertação Mestrado) - Curso de Entomologia Agrícola, Universidade Estadual Paulista – Unesp CÂmpus de Jaboticabal.

Della Vechia, J.F.; Andrade, D.J; Azevedo, R.G; Ferreira, M.C.(2019). Effects of insecticide and acaricide mixtures on Diaphorina citri control. REVISTA BRASILEIRA DE FRUTICULTURA, v. 41, p. 1-7.

Della Vechia, J.F; Ferreira, M.C; Andrade, D.J (2018) Interaction of spirodiclofen with insecticides for the control of Brevipalpus yothersi in citrus. Pest Management Science, Jaboticabal, v. 74, n. 11, p.1-19.

Ferreira, M. C. (2018). *Classificação de máquinas e métodos de aplicação de produtos fitossanitários*. Universidade Estadual Paulista (UNESP).

Gazziero, D.L.P (2015). Misturas de agrotóxicos em tanque nas propriedades agrícolas do Brasil. Planta Daninha, v.33, n.1, p83-92.

Gimenes, M. J., Zhu, H., Raetano, C. G. & Oliveira, R. B (2013). Dispersion and evaporation of droplets amended with adjuvants on soybeans. Crop Prot. 44, 84-90.

Glare T, Caradus J, Gelernter W, Jackson T, Keyhani N, Köhl J, Marrone P, Morin L, Stewart A (2012) Have biopesticides come of age? Trends in Biotechnology 30:250–258.

Glare, T. R.; O'Callaghan, M (2000). Bacillus thuringiensis: biology, ecology and safety. Chichester: John Wiley, 350.

Gong, Y., Li, M., Xu, D., Wang, H., He, J., Wu, D., Chen, D., Qiu, N., Bao, Q., Sun, M., Yu, Z. (2012). Comparative proteomic analysis revealed metabolic changes and the translational regulation of Cry protein synthesis in Bacillus thuringiensis. J. Proteomics. 75, 1235-1246.

GUEDES, J. V. C. et al. Lagartas da soja: das lições do passado ao manejo do futuro. Revista Plantio Direto, v. 144, p. 6-18, 2015.

GUEDES, J. V. C.; ZAMBOLIM, L.; SOUZA, M. L. de; CARVALHO, R. A.; GERALDI, D.; PAES, J. L. Uso de fungicidas e inseticidas no manejo integrado de doenças e pragas da soja. *Scientia Plena*, v. 16, n. 2, p. 1-8, 2020.

Guedes, JVC (2011). Nova dinâmica de lagartas na soja. Revista Cultivar Grandes Culturas, Pelotas, v. 139, p. 24-26.

Guimarães, G.L (2014). Principais fatores comerciais condicionantes da disponibilidade de produtos isolados e em misturas. In: Congresso Brasileiro da Ciência das Plantas Daninhas, 29, Gramado. Palestra Gramado: CD RO.

Hazra, D.K; Purkait, A. Role of pesticide formulations for sustainable crop protection and environment management: A review. Journal Of Pharmacognosy And Phytochemistry, v. 2, n. 8, p. 686-693, fev. 2019.

He, Kai et al (2015). Evaluation of surfactant performance in fracturing fluids for enhanced well productivity in unconventional reservoirs using Rock-on-a-Chip approach. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 135, n. January 2018, p. 531–541.

Herzog, DC; Todd, JH (1980). Sampling velvetbean caterpillar on soybean. In: Kogan, M; Herzog, DC (Ed.). Sampling methods in soybean entomology. Ney York: Spring-Verlag, p. 107-140.

HIRATA, R.; SKORTZARU, B.; NARCISO, E.s (2003). AVALIAÇÃO DA DEGRADAÇÃO DE INSETICIDAS, EM FUNÇÃO DO PH, UTILIZANDO

DROSOPHILA MELANOGASTER E TESTE DE INIBIÇÃO ENZIMÁTICA. **Arquivos do Instituto Biológico**, [S.L.], v. 70, n. 3, p. 359-365.

Hyun, H.K; Christoferson, C.K; Pfeifer, C.S; Felix, C; Ferracane, J.L (2017). Effect of shade, opacity and layer thickness on light transmission through a nano-hybrid dental composite during curing. **Journal Of Esthetic And Restorative Dentistry**. v. 29, n. 5, p. 362-367.

Ikeda F. S (2013). Resistência de plantas daninhas em soja resistente ao glifosato. Informe Agropecuário, v.34, n.276.

Iost, C. A. R. & Raetano, C. G (2010). Tensão superficial dinâmica e ângulo de contato de soluções aquosas com surfactants em superfícies artificiais e naturais. Eng. Agríc. 30, 670-680.

Iost, CAR.; Raetano, CG (2010). Tensão superficial dinâmica e ângulo de contato de soluções aquosas com surfatantes em superfícies artificiais e naturais. **Engenharia Agrícola**, [S.L.], v. 30, n. 4, p. 670-680, ago.http://dx.doi.org/10.1590/s0100-69162010000400011.

Jurat-Fuentes JL, Crickmore N (2017) Specificity determinants for Cry insecticidal proteins: Insights from their mode of action. Journal of Invertebrate Pathology 142: 5 - 10.

Jurat-Fuentes, J. L. & Crickmore, N (2017). Specificity determinants for Cry insecticidal proteins: Insights from their mode of action. J. Invertebr. Pathol. 142, 5 -10.

Kissmann, K.G. (1997) Adjuvantes para caldas de produtos agrotóxicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DAS PLANTAS DANINHAS, 21., Caxambu. Palestras e mesas redondas... Viçosa: Sociedade Brasileira da Ciência das Plantas Daninhas, p. 61-77.

Knowles, A (2009). Global Trends in Pesticide Formulation Technology: the development of safer formulations in china. **Outlooks On Pest Management**, v. 20, n. 4, p. 165-170.

Kominek, L.; Halvorson, H (1965). Metabolism of poli-β-hydroxybutyrate and acetoin in Bacillus cereus. J. Bacteriol. 90, 1252-1259.

Lacey LA, Grzywacz D, Shapiro-Ilan DI, Frutos R, Brownbridge M, Goettel MS (2015) Insect pathogens as biological control agents: Back to the future. Journal of Invertebrate Pathology 132:1–41.

Lerche, D (2018). Comprehensive characterization of nano-and microparticles by in-situ visualization of particle movement using advanced sedimentation techniques. KONA Powder and Particle Journal, v. 36, n. July, p. 156186.

Liu, F.; Wang, D.; Sun, C.; Gao, Y. (2016). Influence of Polysaccharides on the Physicochemical Properties of Lactoferrin-Polyphenol Conjugates Coated β-Carotene Emulsions. Food Hydrocolloids 52: 661–69.

Lu, Z; Zhang, C; Gao, Y; Wang, W; Lin, J; Du, F (2021). Simple, Effective, and Energy-Efficient Strategy to Construct a Stable Pesticide Nanodispersion. Acs Agricultural Science & Technology, v. 1, n. 4, p. 329-337.

Luckham, P. F (1989). The physical stability of suspension concentrates with particular reference to pharmaceutical and pesticide formulations. **Pesticide Science**, v. 25, n. 1, p. 25-34.

Ma, P. C. et al (2010). Dispersion and functionalization of carbon nanotubes for polymer-based nanocomposites: A review. **Applied Science and Manufacturing**, v. 41, n. 10, p. 1345–1367.

Matuo, T. (1990) Técnicas de aplicação de defensivos agrícolas. Jaboticabal: FUNEP, 139p.

Mendonça, C.G; Raetano, C. G; Mendonça, C.G (2007). TENSÃO SUPERFICIAL ESTÁTICA DE SOLUÇÕES AQUOSAS COM ÓLEOS MINERAIS E VEGETAIS UTILIZADOS NA AGRICULTURA. Engenharia Agrícola, Jaboticabal, n. 7, p. 16-23.

Moraes, H.M.F; Costa, J.O; Pereira, G.A.M; Souza, W.M; Silva, A.A; Paixão, G.P (2019). Physical Compatibility and Stability of Pesticide Mixtures at Different Spray Volumes. Planta Daninha: Planta Daninha, v. 37, n. 3, p. 1-8.

Moscardi, F (2012). Soja: manejo integrado de insetos e outros artrópodes-praga. Brasília: Embrapa. p. 213-334.

Nsamela A, Sharan P, Garcia-Zintzun A, Heckel S, Chattopadhyay P, Wang L, Wittmann M, Gemming T, Saenz J, Simmchen J (2021). Effect of Viscosity on Microswimmers: A Comparative Study. Chemnanomat 7: 1042-1050. doi.org/10.1002/cnma.202100119.

Oerke, EC (2005). Crop losses to pests. The Journal of Agricultural Science, v. 144, n. 1, p. 31–43.

Oliveira, G. M; Canteri, M. G; Saab, O. J. G. A (2016). Meta-analysis of scientific studies related to pesticide application techniques - air assistance and adjuvant addition. Ciência Rural, v. 46, n. 12, p. 2122-2128.

Palma, L., Muñoz, D., Berry, C., Murillo, J., Caballero, P.(2014). Bacillus thuringiensis toxins: an overview of their biocidal activity. Toxins 6, 3296-3325.

Park, W; Park, J; Im, S; Choi, S. J (2023). Influence of the type and concentration of hydrocolloids on Ostwald ripening of emulsions stabilized with small molecular and non-ionic surfactants. Food Chemistry, v. 411, p. 135504.

Patil, S. V., & Salunkhe, V. R. (2016). Sonication: Applications and Uses. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 8(4), 164-169.

Petroff, R (2005). Water quality and pesticide performance.

Petter, F. A.; Segate, D.; Almeida, F. A.; Alcântara Neto, F.; Pacheco, L. P. (2013) Incompatibilidade física de misturas entre inseticidas e fungicidas. Comunicata Scientiae, v. 4, p. 129-138.

Petter, F. A.; Segate, D.; Pacheco, L. P.; Almeida, F. A.; Alcântara Neto F. (2012) Incompatibilidade física de misturas entre herbicidas e inseticidas. Planta Daninha, v. 30, p. 449-457.

Petter, F. A.; Segate, D.; Pacheco, L. P.; Almeida, F. A.; Alcântara Neto F. (2012) Incompatibilidade física de misturas entre herbicidas e inseticidas. Planta Daninha, v. 30, p. 449-457.

Polanczyk RA (2015) Interação entre Bacillus thuringiensis (Bacillales: Bacillaceae) e Trichogramma pretiosum (Hymenoptera: Trichogrammatidae) visando ao controle de

Anticarsia gemmatalis (Lepidoptera: Erebidae), Helicoverpa zea (Lepidoptera: Noctuidae) e Spodoptera frugiperda (Lepidoptera: Noctuidae) 97 f. Tese de Livre-Docência – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal.

Polanczyk, R. A., Van Frankenhuyzen, K., Pauli, G., 2017. The American Bacillus thuringiensis based biopesticides market. In: Fiuza, L. M.; Polanczyk, R. A.; Crickmore, N. (Ed.), Bacillus thuringiensis and Lysinibacillus sphaericus: Characterization and use in the field of control. Switzerland: Gewerbestrasse, 2017. p. 173 - 184.

Queiroz, A. A; Martins, J. A. S; Cunha, J. P. A. R (2008). ADJUVANTES E QUALIDADE DA ÁGUA NA APLICAÇÃO DE AGROTÓXICOS. Biosciense Journal, Uberlândia, v. 4, n. 24, p. 8-19.

Rajasekar, B., & Mallapur, C. P. (2017). Physical compatibility of agro-chemicals in laboratory. Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry, 6(3), 273-275.

Ramsdale BK, Messersmith CG (2001) Nozzle, spray volume, and adjuvant effects on carfentrazone and imazamox efficacy. *Weed Technol. 15*: 485-491.

Raymond B, Lijek RS, Griffiths RI Bonsall MB (2008) Quantifying the reproduction of Bacillus thuringiensis HD1 in cadavers and live larvae of Plutella xylostella. Journal of Invertebrate Pathology 98: 307-313.

Rosas-Garcia NM (2009) Biopesticide Production from Bacillus thuringiensis: An environmentally friendly alternative. Recent Patents on Biotechnology 3:28- 36.

Sanchis V (2011) De sprays microbianos a plantas transgênicas resistentes a insetos: história do bio-pesticida Bacillus thuringiensis. Uma revisão. Agronomia para o desenvolvimento sustentável 31:217-231.

Santos, C.A.M.; Nascimento, J; Gonçalves, K.C; Smaniotto, G; Zechin, L.F; Ferreira, M.C; Polanczyk, R.A. (2021). Compatibility of Bt biopesticides and adjuvants for *Spodoptera frugiperda* control. SCIENTIFIC REPORTS. v. 41, p. 1-6.

Schünemann R, Knaak N, Fiuza LM (2014) Mode of action and specificity of Bacillus thuringiensis toxins in the control of caterpillars and stink bugs in soybean culture. ISRN Microbiology 2014:1-12.

SILVA, J. F. et al. Tolerância da soja (Glycine max (l.) merrill) ao herbicida lactofen. Ceres, v. 42, n. 239, 1995.

Specht A, Silva EJE, Link D (2004) Noctuídeos (Lepidoptera, Noctuidae) do Museu Entomológico Ceslau Biezanko, Departamento de Fitossanidade, Faculdade de Agronomia “Eliseu Maciel”, Universidade Federal de Pelotas RS. Revista Brasileira Agrociência 10: 389-409.

Specht, A; Paula-Moraes, SV; Sosa-Gómez, D R (2015). Host plants of Chrysodeixis includens (Walker) (Lepidoptera, Noctuidae, Plusiinae). Revista Brasileira de Entomologia, Curitiba, v. 59, p. 343-345.

Tomquelski, GV; Martins, G L M; Dias, TS (2015). Características e manejo de pragas da cultura da soja. Pesquisa, Tecnologia e Produtividade, Chapadão do SulMS, v. 2, n. 9, p. 61-82.

Van Frankenhuyzen K (2013) Cross-order and cross-phylum activity of Bacillus thuringiensis pesticidal proteins. Journal of Invertebrate Pathology 114:76-85.

VARGAS, L.; ROMAN, E. S. Conceitos e aplicações dos adjuvantes. Passo Fundo: Embrapa Trigo, 2006.

Wang, J; Román-pérez, G; Soler, J.M; Artacho, E; Fernández-serra, M.V (2011). Density, structure, and dynamics of water: the effect of van der waals interactions. **The Journal Of Chemical Physics**. v. 134, n. 2, p. 024516.

Wei, Z.; Gao, Y. (2016). Physicochemical Properties of β-Carotene Bilayer Emulsions Coated by Milk Proteins and Chitosan-EGCG Conjugates. Food Hydrocolloids 52: 590–99.

Wilson, G.R., Benoit, T.G., 1993. Alkaline pH activates Bacillus thuringiensis spores. J. Invertebr. Pathol. 62, 87-89.

Yusoff, S.N.M., Kamari, A. & Aljafree, N.F.A (2016). A review of materials used as carrier agents in pesticide formulations. *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 13, 2977–2994.

Zhao, J.; Wei, T.; Wei, Z.; Yuan, F.; Gao, Y. (2015). Influence of Soybean Soluble Polysaccharides and Beet Pectin on the Physicochemical Properties of LactoferrinCoated Orange Oil Emulsion. Food Hydrocolloids 44: 443–52.

Zulin, D; Ávila, CJ.; Schlick-Souza, EC (2018). Population fluctuation and vertical distribution of the soybean looper (Chrysodeixis includens) in soybean culture. American Journal of Plant Sciences, v. 9, n. 7, p. 1544-1556.

Morris, O.N (1977). Compatibility of 27 chemical insecticides with Bacillus thuringiensis var. kurstaki. Can. Entomol. 109, 855-864.

Dougherty, E.M., Richelderfer, C.F., Faust, R.M (1971). Sensitivity of Bacillus thuringiensis var. thuringiensis to various insecticides and herbicides. J. Invertebr. Pathol. 17, 292-293

Lozano, E.R., Neves, P.M.O.J., Alves, L.F.A., Potrich, M., Vilas-Bôas, G.F.L.T., Monnerat, R.G (2018). Action of natural phytosanitary products on Bacillus thuringiensis subsp. Kurstaki S-1905. Bull. Entomol. Res. 108, 223–231.

Agostini LT et al. (2013) Compatibility of products based on Bacillus thuringiensis (Berliner, 1911) with glyphosate in various strengths, used in soybean (Glycine max (L.) Merrill). Ciência et Praxis 6: 37-40.

Pinto LMN et al (2012) Bacillus thuringiensis monogenic strains: screening and interactions with insecticides used against rice pests. Brazilian Journal of Microbiology 43: 618-626.