



Ministério da Educação  
**Universidade Tecnológica Federal do Paraná**  
Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de  
Processos Químicos e Bioquímicos



**MARIANE CAROLINA PESENTI**

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO EXTRATO PIROLENHOSO OBTIDO A PARTIR  
DE *Eucalyptus grandis* E TESTES ALELOPÁTICOS DA FRAÇÃO DESTILADA**

**DISSERTAÇÃO**

**PATO BRANCO  
2021**

**MARIANE CAROLINA PESENTI**

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO EXTRATO PIROLENHOSO OBTIDO A PARTIR  
DE *Eucalyptus grandis* E TESTES ALELOPÁTICOS DA FRAÇÃO DESTILADA**

**Chemical characterization of the pyroligneous extract obtained from  
*Eucalyptus grandis* and allelopathic tests of the distilled fraction**

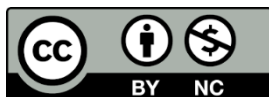
Dissertação apresentada como requisito para obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientadora: Dra. Sirlei Dias Teixeira

Coorientador: Dr. Edimir Andrade Pereira

Coorientador: Dr. Michelangelo Muzell Trezzi

**Pato Branco  
2021**



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

Atribuição – Uso Não Comercial (CC BY-NC) - Permite que outros remixem, adaptem e criem obras derivadas sobre a obra licenciada, sendo vedado o uso com fins comerciais. As novas obras devem conter menção ao autor nos créditos e também não podem ser usadas com fins comerciais. Porém as obras derivadas não precisam ser licenciadas sob os mesmos termos desta licença.



MARIANE CAROLINA PESENTI

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO EXTRATO PIROLENHOSO OBTIDO A PARTIR DE  
EUCALYPTUSGRANDIS E TESTES ALELOPÁTICOS DA FRAÇÃO DESTILADA.**

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestra Em Tecnologia De Processos Químicos E Bioquímicos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Tecnologia De Processos Químicos E Bioquímicos.

Data de aprovação: 29 de novembro de 2021

Prof.a Sirlei Dias Teixeira, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR)

Prof.a Ana Paula Palaro Klein Hendges, Doutorado - Universidade Federal do Paraná (UFPR)

Prof Edimir Andrade Pereira, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR)

Prof Michelangelo Muzell Trezzi, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR)

Prof.a Tatiane Luiza Cadorin Oldoni, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR)

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 02/12/2021.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a minha orientadora Profa. Dra. Sirlei Dias Teixeira por todo o suporte, ensinamentos, zelo, cuidado e amizade de todos esses anos, obrigada por ser presente em todas as situações, obrigada por ser a melhor referência de rigor científico e ética que eu poderia ter, você é minha maior inspiração de Mestre.

Agradeço meus coorientadores Prof. Dr. Edimir Pereira Andrade e Prof. Dr. Michelangelo Muzell Trezzi pelo apoio necessário e imprescindível para alcançar os objetivos propostos neste trabalho.

Agradeço a minha mãe Itelvina, que nunca mediu esforços para proporcionar a melhor educação que podíamos ter. Mãe, você é sinônimo de força, caráter e generosidade, tenho imenso orgulho de ser sua filha.

Agradeço meus irmãos Sandra, Ivan, Paula e meu sobrinho Théo por todo suporte e carinho, vocês são minha base e sou grata pela vida de vocês.

Agradeço ao meu companheiro Yuri, por me apoiar completamente em todos os momentos, principalmente nos de dúvidas e incertezas, crescemos e evoluímos juntos a cada dia, sou grata por ter alguém tão parceiro ao meu lado, amo você.

Às minhas amigas e colegas de caminhada desde 2014, Beatriz e Cleidiane, sem vocês com certeza essa jornada seria muito mais difícil, obrigada por todos os conselhos, risadas e infinitas ajudas, ao lado de vocês passei os melhores e mais difíceis momentos, tenho orgulho da nossa trajetória.

Aos meus amigos e colegas de trabalho por todo o apoio oferecido a mim sempre, o dia a dia ao lado de vocês me deu forças para continuar.

À Kamyra e Julia pela ajuda nas análises alelopáticas e Ana Paula pelo suporte na interpretação dos resultados. À Inaiara e Rafael pelo apoio nas análises cromatográficas.

Agradeço à UTFPR *Campus* Pato Branco pela estrutura e oportunidade para realização desta pesquisa.

À Citromax pela parceria firmada neste trabalho e pela disponibilidade dos extratos.

Agradeço a todos que me apoiaram e me ajudaram direta e indiretamente, afinal uma pesquisa não se faz individualmente, e tenho a certeza de que tive e tenho os melhores ao meu lado!

*“O que sabemos é uma gota, o que ignoramos é um oceano”*

***Isaac Newton***

## RESUMO

O extrato pirolenhoso é um subproduto da indústria carvoeira, obtido através da condensação da fumaça liberada através dos fornos de produção de carvão vegetal, que, se beneficiado corretamente pode revelar diversas aplicações. O objetivo deste trabalho foi avaliar as características físico-químicas do extrato pirolenhoso bruto (EB), decantado (ED) e destilado (EDS), obtidos em escala industrial a partir de madeira da espécie *Eucalyptus grandis*, bem como determinar a composição química de cada amostra por meio da técnica de cromatografia gasosa, além de realizar testes alelopáticos de germinação da fração EDS, frente às plantas receptoras *Bidens pilosa* e *Eragrostis plana* Nees (Capim Annoni-2), que são consideradas plantas daninhas das classes dicotiledônea e monocotiledônea, respectivamente. Foi possível identificar mais de 100 compostos nas três frações de extrato pirolenhoso estudadas, dentre esses compostos, diferentes ácidos como benzoico, fumárico, acético, butanoico e vanílico, além de guaiacol, siringol e cresol, que são compostos característicos de serem encontrados em extratos pirolenhosos, sendo os majoritários o 2,6-dimetóxi-fenol (34,67%), 3,5-dimetóxi-4-hidróxi-tolueno (23,28%), 5-*tert*-butil-pirolgalol (12,94%), tetrapentacontano (11,14%), tetratetracontano (12,71%), 4,5-dimetil-1H-imidazol (26,64%) e o fenol (19,41%). O EB apresentou em sua composição muitos compostos de alta toxicidade, como por exemplo fenólicos, derivados do furfural, entre outros, seguido do ED. Quanto à composição do EDS, esses compostos estão presentes em menores concentrações e/ou elas são inexistentes, por esse motivo foi o selecionado para a utilização nos testes alelopáticos. Os testes de germinação foram conduzidos com água destilada como controle negativo, EDS a 10; 12,5; 15; 17,5 e 20% e glifosato como controle positivo. Os resultados apresentaram inibição da germinação de 100% para BP utilizando EDS a 17,5% e 87,5% para CA utilizando EDS a 20%. Os resultados obtidos são promissores e apontam eficácia para o controle de germinação das plantas estudadas, além de indicar que o processo de destilação realiza a purificação do extrato pirolenhoso bruto.

**Palavras-chave:** ácido pirolenhoso; subproduto agroindustrial; purificação; cromatografia gasosa; alelopatia.

## ABSTRACT

The pyroligneous extract is a by-product of the charcoal industry, obtained through the condensation of smoke released through charcoal production ovens, which, if properly processed, can reveal several applications. The objective of this work was to evaluate the physicochemical characteristics of crude pyroligneous extract (CE), decanted (DE) and distilled (DSE) obtained on an industrial scale from *Eucalyptus grandis* wood, as well as to determine the chemical composition of each sample by means of the gas chromatography technique, in addition to performing allelopathic germination and growth tests, of the EDS fraction against recipient plants *Bidens pilosa* and *Eragrostis plana* Nees (Capim Annoni-2) which are considered weeds of the dicotyledonous and monocotyledonous classes, respectively. It was possible to identify more than 100 compounds in the three studied pyroligneous extract fractions, including different acids such as benzoic, fumaric, acetic, butanoic and vanillic, in addition to guaiacol, syringol and cresol, which are characteristic compounds to be found in pyroligneous extracts, being the majority 2,6-dimethoxy-phenol (34.67%), 3,5-dimethoxy-4-hydroxy-toluene (23.28%), 5-tert-butyl-pirogalol (12.94%), tetrapentacontane (11.14%), tetratetracontane (12.71%), 4,5-dimethyl-1H-imidazole (26.64%) and phenol (19.41%). CE had in its composition many highly toxic compounds, such as phenolics, furfural delivery, among others, followed by DE. As for the composition of the DSE, those selected are composed in existing ones and/or they are tested, for this reason it was for allelopathic use. The germination tests were carried out with distilled water as a negative control, DSE at 10; 12,5; 15; 17,5 and 20% and glyphosate as a positive control. The results showed a germination inhibition of 100% for BP using 17.5% DSE and 87.5% for CA using 20% DSE. The results obtained are promising and indicate efficacy for the control of germination of the studied plants, besides indicating that the distillation process performs the purification of the crude pyroligneous extract.

**Keywords:** pyroligneous acid; agro-industrial by-product; purification; gas chromatography; allelopathy.

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Resultados dos rendimentos gravimétricos da carbonização da madeira <i>Eucalyptus grandis</i> .....	30
<b>Tabela 2</b> – Resultados das análises físico-químicas obtidos para os extratos EB, ED e EDS.....	31
<b>Tabela 3</b> – Compostos químicos identificados nos extratos bruto (EB), decantado (ED) e destilado (EDS) particionados com <i>n</i> -Hexano e Clorofórmio. ....	33



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Coleta do extrato pirolenhoso, utilizando tubos de aço inox, em uma carvoaria.....	16
<b>Figura 2</b> - Coleta do Extrato Pirolenhoso. ....	17
<b>Figura 3</b> - Processo de obtenção do extrato pirolenhoso.....	18
<b>Figura 4</b> - Frações do extrato pirolenhoso bruto (EB), extrato decantado (ED) e extrato destilado (EDS). ....	19
<b>Figura 5</b> – Cromatograma do EB particionado com <i>n</i> -hexano (EB - HEXANO). .....	37
<b>Figura 6</b> – Cromatograma do EB particionado com clorofórmio (EB – CLOROFÓRMIO). ....	38
<b>Figura 7</b> – ED particionado com <i>n</i> -hexano (ED - HEXANO). ....	38
<b>Figura 8</b> – ED particionado com clorofórmio (ED – CLOROFÓRMIO).....	39
<b>Figura 9</b> – EDS particionado com com <i>n</i> -hexano (EDS - HEXANO).....	40
<b>Figura 10</b> – Cromatograma EDS particionado com clorofórmio (EDS – CLOROFÓRMIO). ....	41
<b>Figura 11</b> – Médias obtidas das variáveis para Capim Annoni-2. ....	43
<b>Figura 12</b> – Médias obtidas das variáveis para <i>Bidens pilosa</i> .....	45
<b>Figura 13</b> – Média da variável PG frente às duas espécies receptoras CA e BP. .....	47
<b>Figura 14</b> – Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Porcentagem de Germinação (PG). ....	47
<b>Figura 15</b> - Média da variável IVG frente as duas espécies receptoras CA e BP. .....	49
<b>Figura 16</b> - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Índice de Velocidade de Germinação (IVG).....	49
<b>Figura 17</b> - Média da variável TMG frente as duas espécies receptoras CA e BP .....	51
<b>Figura 18</b> - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Tempo Médio de Germinação (TMG). ....	51
<b>Figura 19</b> - Média da variável VMG frente as duas espécies receptoras CA e BP. .....	52

<b>Figura 20</b> - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Velocidade Média de Germinação (VMG). .....	53
<b>Figura 21</b> - Média da variável PM frente as duas espécies receptoras CA e BP. ....	53
<b>Figura 22</b> - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Porcentagem de Sementes Mortas (PM). .....	54
<b>Figura 23</b> - Média da variável Comprimento de Radícula (CR) frente as duas espécies receptoras CA e BP.....	54
<b>Figura 24</b> - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Comprimento de Radícula (CR).....	55
<b>Figura 25</b> - Média da variável Comprimento de Hipocótilo (CH) frente as duas espécies receptoras CA e BP.....	56
<b>Figura 26</b> - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Comprimento de Hipocótilo (CH). .....	57

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

BOD	Demanda bioquímica de oxigênio
BP	<i>Bidens pilosa</i>
CA	Capim Annoni-2
CH	Comprimento de Hipocótilo
CR	Comprimento de Radícula
CG-EM	Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas
EB	Extrato pirolenhoso bruto
ED	Extrato pirolenhoso decantado
EDS	Extrato pirolenhoso destilado
IVG	Índice de velocidade de germinação
MLG	Modelos Lineares Generalizados
NaOH	Hidróxido de sódio
nm	Nanômetro
PEAD	Polietileno de Alta Densidade
PG	Porcentagem de germinação
pH	Potencial Hidrogeniônico
PM	Porcentagem de plântulas mortas
RGC	Rendimento gravimétrico de carvão vegetal
RGNC	Rendimento gravimétrico de gases não-condensáveis
RLP	Rendimento gravimétrico de líquido pirolenhoso
TMG	Tempo médio de germinação
UV	Ultravioleta
VMG	Velocidade média de germinação

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>12</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>14</b>
2.1	OBJETIVO GERAL	14
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
<b>3</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO</b>	<b>15</b>
3.1	PRODUÇÃO DE CARVÃO VEGETAL	15
3.1.1	<i>Eucalyptus grandis</i> e o reaproveitamento de subprodutos	15
3.1.2	Obtenção e características do extrato pirolenhoso	16
3.1.3	Aplicações do extrato pirolenhoso	19
3.2	HERBICIDAS CONVENCIONAIS E SUA FITOTOXICIDADE	21
3.3	<i>ERAGROSTIS PLANA</i> NEES	21
3.4	<i>BIDENS PILOSA</i>	22
<b>4</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b>	<b>23</b>
4.1	OBTENÇÃO DO EXTRATO E RENDIMENTO GRAVIMÉTRICO	23
4.2	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	24
4.2.1	Acidez total	24
4.2.2	pH	24
4.2.3	Condutividade elétrica	25
4.2.4	Densidade específica	25
4.2.5	Taxa de alcatrão dissolvido	25
4.3	CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS	25
4.3.1	Preparação da amostra	25
4.3.2	Condições do CG-EM	26

4.3.3	Identificação dos compostos	26
4.4	ANÁLISES ALELOPÁTICAS	27
4.4.1	Bioensaio de germinação e crescimento de sementes	27
4.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA	29
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>30</b>
5.1	RENDIMENTO GRAVIMÉTRICO	30
5.2	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	30
5.3	ANÁLISE CROMATOGRÁFICA	32
5.4	TESTES ALELOPÁTICOS	42
5.4.1	<i>E. plana</i> - Capim Annoni-2	43
5.4.2	<i>Bidens Pilosa</i>	45
5.5	INTERAÇÕES ESPÉCIE VS. TRATAMENTO	46
5.5.1	Influência dos tratamentos frente a variável PG	46
5.5.2	Influência dos tratamentos frente a variável IVG	48
5.5.3	Influência dos tratamentos frente a variável TMG	50
5.5.4	Influência dos tratamentos frente a variável VMG	52
5.5.5	Influência dos tratamentos frente a variável PM	53
5.5.6	Influência dos tratamentos frente a variável CR	54
5.5.7	Influência dos tratamentos frente a variável CH	56
5.6	CONCLUSÃO	59
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>60</b>

## 1 Introdução

O Brasil é um grande produtor de carvão vegetal, gerando milhões de toneladas ao ano. Os subprodutos desta prática, se não beneficiados, causam um grande dano ambiental, pois a maior parte são gases e vapores que seguem instantaneamente para a atmosfera.

Uma forma de aproveitar tais subprodutos ocorre por meio do reaproveitamento desses gases e vapores, uma vez que, após a condensação, obtém-se um líquido castanho avermelhado, comumente chamado de extrato pirolenhoso, mas também conhecido como ácido pirolenhoso, licor pirolenhoso ou vinagre de madeira. Sua composição inclui mais de 200 compostos orgânicos e água, variando conforme o tipo de madeira utilizada e o processo de obtenção. Apresenta diversas aplicações industriais, sendo considerado uma interessante opção para uso como fungicida, bactericida, inseticida, aditivo para herbicida e/ou potencializador de crescimento de raízes (FLORESTAL, 2014; SCHNITZER et al. 2010; ARAÚJO et al. 2018; ZEFERINO et al. 2018).

Em função das muitas opções de aplicação do extrato pirolenhoso, é de grande importância sua caracterização, a fim de compreender e avaliar de forma mais eficaz onde o mesmo pode ser aplicado (SCHNITZER et al. 2015). Dentre as diferentes aplicações do extrato pirolenhoso, destaca-se o uso no controle de germinação de plantas daninhas, como um produto alternativo ao uso do glifosato (ZEFERINO et al. 2018).

O uso indiscriminado desse controverso herbicida (glifosato), além de causar danos ao meio ambiente, pode também afetar a saúde do trabalhador e da sociedade em geral, que consome produtos cultivados que necessitam da aplicação desse e de outros herbicidas. Por outro lado, ingredientes ativos para uso agrícola podem se originar de substâncias naturais, que podem ser constituídas de estruturas químicas isoladas, ou de uma mistura de compostos orgânicos não purificados, os extratos brutos, ou ainda de extratos brutos parcialmente purificados ou fracionados.

Utilizando-se desses pressupostos, pesquisadores têm buscado produtos naturais que possam competir com produtos químicos que são considerados nocivos, fortalecendo o interesse por produtos de menor impacto negativo ao produtor, ao

consumidor e ao meio ambiente, fazendo com que a demanda por esse tipo de produto cresça no Brasil e no mundo.

Tendo em vista a grande empregabilidade dos produtos obtidos neste processo e a importância de um extrato de qualidade, faz-se necessário conhecer as características desse material. Uma forma de caracterizá-lo consiste em obter valores de acidez total, densidade, pH e teor de alcatrão, além da análise química por meio de técnicas de análise instrumental (SPOKAS et al. 2011; MARTINS et al. 2007).

Nesse contexto, o presente estudo propõe a caracterização desse promissor extrato em três formas diferentes de apresentação (bruto, decantado e destilado), quanto à composição química por meio de Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas e avaliação da capacidade alelopática do extrato pirolenhoso destilado frente às plantas daninhas *Bidens Pilosa* e *Eragrostis plana* Nees.

## 2 Objetivos

### 2.1 Objetivo Geral

Caracterizar a composição química do extrato pirolenhoso bruto, decantado e destilado, bem como avaliar o potencial alelopático do extrato frente às plantas daninhas *B. Pilosa* e *E. plana* Nees.

### 2.2 Objetivos específicos

- Realizar os processos de decantação e destilação do extrato pirolenhoso bruto;
- Caracterizar os extratos obtidos por meio das análises físico-químicas de acidez total, pH, densidade, condutividade elétrica e taxa de alcatrão dissolvido;
- Definir o perfil químico das amostras via Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas;
- Selecionar a amostra que apresentar o perfil com menor toxicidade para realizar os testes alelopáticos;
- Realizar análise de inibição de germinação e de crescimento das sementes das plantas daninhas *B. Pilosa* e *E. plana* Nees, submetidas a tratamentos com a amostra de extrato pirolenhoso selecionada, tendo herbicida glifosato como referência.



### 3 Referencial Teórico

#### 3.1 Produção de carvão vegetal

O Brasil é o maior produtor de carvão vegetal do mundo, produziu 6.182.837 toneladas no ano de 2020 (IBGE, 2020). Entre os produtos madeireiros da silvicultura, houve registro de crescimento do valor da produção em todos os grupos, sendo mais acentuado no carvão vegetal (37,8%) em relação ao ano anterior. Esse aumento deve-se quase que exclusivamente ao aumento dos preços, já que a produção cresceu apenas 2,7% (PARANÁ, 2021). Em todo o território brasileiro, a produção de carvão se dá por meio de carvoarias rudimentares que não levam em consideração questões como a tecnologia empregada (BRITO, 2018).

Em sua grande maioria, a produção acontece de forma primitiva, visando apenas o carvão comercial sem dar importância a controles operacionais de temperatura, rendimento ou recuperação dos gases e demais componentes emitidos (VIEIRA et al. 2014).

A evolução e maturação do mercado brasileiro, juntamente com uma maior fiscalização das condições de trabalho, tem feito com que a produção de carvão vegetal, até então considerada uma atividade marginal, entre numa rota de desenvolvimento que ficou adormecida durante décadas. O carvão, como matéria-prima, é um produto de baixo valor agregado. As empresas têm percebido que produzir carvão dentro de padrões de qualidade e segurança é uma tarefa cara (ALBUQUERQUE, 2019).

##### 3.1.1 *Eucalyptus grandis* e o reaproveitamento de subprodutos

O eucalipto é largamente utilizado para fins de queima e produção de carvão vegetal, além de ser precursor de diversos produtos como papel, celulose e móveis de madeira em geral (AMORIM et al. 2021). Durante a carbonização do *Eucalyptus grandis*, além da produção de carvão, frações de gases e vapores são emitidas para a atmosfera, o que contribui para a poluição ambiental.

O beneficiamento de subprodutos acontece em vários segmentos de

indústrias, como forma de agregação de valor ao mesmo, e conseqüentemente, diminuição dos resíduos gerados. No processo de carbonização da madeira, o beneficiamento pode ser empregado através de processos simples, como a condensação. Esse reaproveitamento gera um líquido conhecido por vinagre de madeira, ácido pirolenhoso ou extrato pirolenhoso (CAMPOS, 2007; SENA et al. 2015).

### 3.1.2 Obtenção e características do extrato pirolenhoso

Ao iniciar a pirólise da madeira, a fumaça liberada possui coloração clara, indicando alta quantidade de água, a coleta do extrato pirolenhoso deve ser evitada. Quando o forno atingir de 80 a 85 °C e a cor da fumaça alterar para vermelho acinzentado, a coleta deve iniciar. A fumaça é coletada através de um tubo de aço inoxidável ou cano de PVC, como é possível visualizar na Figura 1 (CAMPOS, 2018).

**Figura 1** - Coleta do extrato pirolenhoso, utilizando tubos de aço inox, em uma carvoaria.



Fonte: (Autoria própria, 2020).

A diferença de temperatura entre a fumaça e o material (tubo de aço inoxidável ou cano de PVC), faz a mesma condensar, esse líquido condensado é o extrato pirolenhoso que é coletado no recipiente indicado na Figura 2. A coleta deve ser interrompida entre 120 e 150 °C pois acima desta temperatura começa a liberação de altas concentrações de alcatrão, que é um produto oleoso de coloração preta e odor intenso e possui composição complexa de hidrocarbonetos aromáticos, alguns tóxicos à saúde humana (ALVES, 2003), o que evidencia a grande importância no controle de temperatura nesse processo (CAMPOS, 2018).

**Figura 2** - Coleta do Extrato Pirolenhoso.



Fonte: (Autoria própria, 2020).

O extrato pirolenhoso é um líquido castanho avermelhado e sua composição é complexa, contendo mais de 200 compostos, a composição química e as concentrações desses componentes dependem da biomassa carbonizada e, desse modo, pode variar de ácidos fórmico, acético, propiônico a valérico; de álcoois como metanol, butanol a amílico; compostos fenólicos, aldeídos, cetonas, furanos, piranos, e derivados de guaiacóis e siringóis, (ARAÚJO et al. 2018; PIMENTA et al. 2018; VIEIRA et al. 2014).

As características do extrato pirolenhoso obtido estão diretamente ligadas à espécie vegetal utilizada, alguns exemplos são bambu, eucaliptos e pinus; à temperatura de extração, que pode ativar ou inibir compostos bioativos e também aos diferentes equipamentos utilizados. São esses os três principais parâmetros que refletirão na qualidade no produto (ENCARNAÇÃO, 2001; da SILVEIRA, 2010).

É possível submeter o extrato pirolenhoso bruto a processos físicos a fim de purificá-lo, como a filtração, decantação e destilação. Na Figura 3 é apresentado o processo da carbonização da madeira e obtenção do extrato.

**Figura 3** - Processo de obtenção do extrato pirolenhoso.



Fonte: (Adaptado de MIYASAKA, 1999).

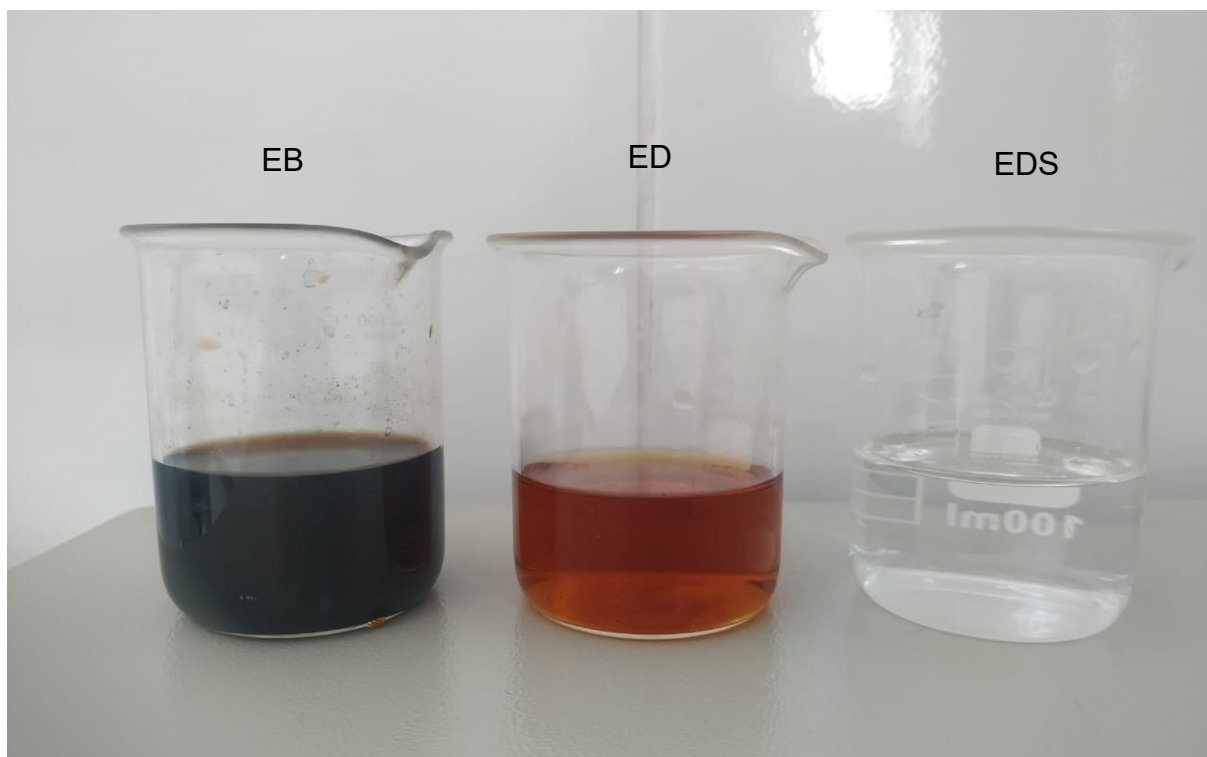
Após a condensação e obtenção do extrato pirolenhoso bruto, reações de polimerização continuam acontecendo, necessitando que o líquido se mantenha em repouso por um período de 3 a 6 meses, a fim de separar a fase de alcatrão insolúvel. Após a decantação, o extrato pode ser subdividido em três fases, sendo elas: alcatrão

insolúvel (hidrocarbonetos aromáticos de 20 a 30%); fase oleosa (10%) que se encontra em suspensão e fase ácida (extrato pirolenhoso de 60 a 75%) (CAMPOS, 2018).

Para maior purificação do extrato pirolenhoso, é necessário realizar a destilação a vácuo, visando remover o alcatrão solúvel e qualquer vestígio de óleos que possam ter ficado. Esse processo é importante pois gera um produto purificado, o que aumenta suas possíveis aplicações tecnológicas (ARAÚJO et al. 2018).

Na Figura 4 estão apresentadas as frações do extrato pirolenhoso.

**Figura 4** - Frações do extrato pirolenhoso bruto (EB), extrato decantado (ED) e extrato destilado (EDS).



Fonte: (Autoria própria, 2020).

### 3.1.3 Aplicações do extrato pirolenhoso

O extrato pirolenhoso possui larga aplicação na agricultura, atuando como desinfetante de solo, esterilizante, inseticida e nematicida, também pode ser utilizado na composição de adubos orgânicos e na compostagem (FLORESTAL, 2014).

Campos (2007), ressalta a eficiência do extrato pirolenhoso na potencialização de produtos fitossanitários convencionais, que através de

pulverizações aumentam a absorção de nutrientes pelas plantas.

Schnitzer et al. (2010), realizaram estudo da aplicação do extrato pirolenhoso no cultivo de orquídeas brasileiras e concluíram que o mesmo incrementou o desenvolvimento vegetativo e radicular das espécies. O melhor resultado alcançado foi em combinação do extrato com casca de pinus, fibra de coco, casca de arroz carbonizada e carvão vegetal.

Araújo et al. (2018), estudaram a atividade bactericida e antifúngica de dois tipos de extratos pirolenhosos, advindos das espécies de madeiras *Mimosa tenuiflora* e do híbrido *E. urophylla* x *E. grandis* e obtiveram resultados positivos para ambas as atividades, utilizando extratos com 20% de concentração frente às cepas de *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853) e *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923).

Em um estudo sobre a atividade do extrato pirolenhoso contra lagartas *Spodoptera frugiperda*, Predes et al. (2014), aplicaram soluções a 2,0, 4,0, e 6,0% de extrato com 10 repetições. O melhor resultado para a fase larval foi a solução de maior concentração, com média de 11,9 dias de duração larval em relação a 19,1 dias da testemunha, indicando que o extrato pirolenhoso é uma alternativa interessante e com excelente ação sobre a lagarta-do-cartucho.

O extrato pirolenhoso também demonstra bons resultados quando utilizado como adjuvante de herbicidas, Zeferino et al. (2018), comprovaram a eficácia por meio de testes germinativos das plantas daninhas *Brachiaria decumbens*, *B. pilosa* e *Amaranthus viridis*. Foram testadas as seguintes concentrações de extrato pirolenhoso com o herbicida Oxifluorfen, T1: testemunha (100% água destilada), T2: dose comercial de herbicida (4 L ha<sup>-1</sup> a 240 g L<sup>-1</sup>), T3: meia dose comercial de herbicida e extrato pirolenhoso (2 L ha<sup>-1</sup> a 240 g L<sup>-1</sup> + 498 L ha<sup>-1</sup>), T4: extrato pirolenhoso (100% - 500 L ha<sup>-1</sup>) e T5: meia dose comercial de herbicida, extrato pirolenhoso e água destilada (2 L ha<sup>-1</sup> a 240 g L<sup>-1</sup> + 2 L ha<sup>-1</sup> + 296 L de água). Os tratamentos T3, T4 e T5 apresentaram inibição total de germinação de todas as espécies. Já T2 demonstrou pouca eficiência do herbicida puro em dose comercial. Ressaltando que foi obtido resultado de 100% de inibição de germinação das sementes, quando se utilizou a dose mais alta do extrato pirolenhoso.

De Souza Silva et al. (2020), estudaram a aplicação do extrato pirolenhoso destilado na inibição da germinação, emergência e desenvolvimento inicial de Leucena (*Leucaena leucocephala* Lam. de Wit), com aplicações de 0,0, 0,4, 0,8, 1,2

e 1,6% na água de irrigação, com diferentes substratos (areia e vermiculita). Obteve-se inibição da germinação em todas as concentrações quando utilizada a areia como substrato e sugere aumento da concentração de extrato quando utilizada a vermiculita. Esse estudo evidencia a utilização do Extrato Pirolenhoso (EP) como inibidor de germinação, emergência e desenvolvimento inicial dessa planta.

### **3.2 Herbicidas convencionais e sua fitotoxicidade**

Herbicidas são substâncias químicas que possuem a capacidade de inibir o crescimento de determinadas plantas. Segundo Roman et al. (2005), para um herbicida ser eficaz, primeiramente deve ser retido pela folhagem, penetrar a cutícula da planta, entrar nas células e atingir o local de ação de crescimento, que geralmente são enzimas alvos. É essa inibição da enzima alvo que reflete no não crescimento e morte da planta. Um herbicida seletivo muito usado e que pode ser fitotóxico é o glifosato. Esse produto atua dessecando a planta, uma vez que altera os processos fisiológicos da mesma, por meio da inibição da fotossíntese.

Os herbicidas seletivos controlam as plantas daninhas sem causar fitotoxicidade à cultura de interesse. Já os herbicidas não seletivos, além de controlar as plantas daninhas podem causar efeitos como danos ou até mesmo morte à cultura (CARVALHO, 2013).

Esse é um problema que vem sendo enfrentado, pois não é de interesse que a plantação sofra danos, dessa forma, há grande preferência pela utilização de produtos menos agressivos, bem como interesse em intensificar pesquisas direcionadas na obtenção de fontes alternativas de controle de plantas daninhas.

### **3.3 *Eragrostis plana* Nees**

*E. plana* Nees, também conhecida como Capim Annoni-2, é uma gramínea perene, que foi inserida na Região Sul do Brasil de forma acidental, na forma de contaminante de outras sementes na década de 50 (GOULART et al. 2012).

Essa espécie é considerada a planta invasora mais agressiva da Região Sul, por vários fatores que dificultam seu controle como baixa qualidade nutricional, agressividade em relação a outras plantas, rápido crescimento, baixa palatabilidade

pelos animais e efeitos alelopáticos (GOULART et al. 2009). A alelopatia é uma característica muito forte dessa planta, pois impede a germinação de outras espécies nativas e exóticas que encontram-se ao redor, através da liberação de substâncias no ambiente, que apresentam ação direta ou indireta sobre elas (FERREIRA, DE MEDEIROS e SOARES, 2008).

A similaridade genética do Capim Annoni 2 com espécies forrageiras nativas e cultivadas, dificulta o uso de controle químico, pois os herbicidas acabam causando fitotoxicidade às demais plantas. O herbicida que se mostra eficaz no combate a essa planta é o glifosato, porém este produto químico afeta as plantas da família Poaceae, no qual o gênero *Eragrostis* pertence (GOULART et al. 2012).

### **3.4 *Bidens pilosa***

A espécie *B. pilosa* pertence à família Asteraceae, popularmente conhecida como picão preto, picão ou carrapicho. Originária da América do Sul, encontra-se em regiões tropicais e subtropicais, a *B. pilosa* se caracteriza como sendo uma das principais plantas daninhas presentes no território brasileiro, justificada através de algumas características como a alta produção de sementes, rápido e espontâneo desenvolvimento e vantagem na competição com culturas pela elevada extração de nutrientes (ANVISA, 2015; SANTOS e CURY, 2011).

Por ser uma planta daninha de fácil propagação, pode causar prejuízos na agricultura, diminuindo a qualidade dos produtos oriundos do plantio e causar interferência na produtividade, uma vez que compete com as culturas por recursos como água, nutrientes e ainda, pela liberação de aleloquímicos (DALMOLIN 2012).



## 4 Material e Métodos

### 4.1 Obtenção do extrato e rendimento gravimétrico

A queima da madeira e a coleta do extrato pirolenhoso bruto aconteceu na Carvoaria Belvedere, localizada em São Lourenço do Oeste, Santa Catarina (26°33'31.6"S 52°53'20.0"W). A madeira *E. grandis* foi lascada em pedaços de aproximadamente 20 a 25 cm de diâmetro e armazenada por 60 dias para secagem. Foram inseridos nos fornos, 11 m<sup>3</sup> de madeira seca, iniciando-se a queima e somente após 13 horas deu-se início à coleta do extrato.

Quando o forno atingiu a temperatura de 52 a 54 °C, o líquido iniciou o processo de condensação, porém só começou a ser coletado quando a temperatura atingiu 86 °C, quando o fluxo se tornou contínuo e a coloração passou de amarelado esbranquiçado para vermelho castanho. A coleta foi interrompida após 6 dias quando a temperatura do forno atingiu 160 °C.

O líquido coletado através do cano de aço inoxidável foi armazenado em recipientes de polietileno de alta densidade (PEAD) e ao abrigo da luz até o momento das análises e foi denominado de extrato bruto (EB). Um terço da quantidade total do EB foi decantado por 3 meses e foi denominado extrato decantado (ED). Esses processos aconteceram na carvoaria citada anteriormente e realizados pelos colaboradores da indústria.

A fração que passou por processo de destilação foi denominada de extrato destilado (EDS). A destilação aconteceu na Central de Análises da UTFPR, campus Pato Branco, utilizando-se rotaevaporador, à temperatura de 70 °C, pressão de 200 mBar e 100 rpm.

O rendimento gravimétrico em carvão vegetal (RGC), em líquido pirolenhoso (RLP) e gases não condensáveis (RGNC) foram obtidos em relação à massa seca de madeira, a partir das equações 1, 2 e 3, respectivamente.

$$RGC = \frac{CV}{MS} \cdot 100 \quad (1)$$

$$RLP = \frac{CV}{LP} \cdot 100 \quad (2)$$

$$RGNC = (RGC + RLP) - 100 \quad (3)$$

Onde:

CV = Carvão vegetal obtido;

LP = Líquido pirolenhoso obtido;

MS = Massa seca de madeira disposta para carbonização.

## 4.2 Análises físico-químicas

As amostras EB, ED e EDS foram analisadas por meio dos ensaios físico-químicos determinados inicialmente pela APAN (Associação de Produtores de Agricultura Natural), uma sociedade civil sem fins lucrativos fundada em 1990 com o objetivo de disseminar técnicas e práticas agrícolas sem o uso de agrotóxicos, que visa melhorar a qualidade do produto em questão para o mercado consumidor.

### 4.2.1 Acidez total

A determinação da acidez total foi feita considerando que toda a acidez do extrato seja de ácido acético. Adicionou-se 1 mL de amostra em um erlenmeyer e completou-se com água destilada até 100 mL, em seguida adicionou-se algumas gotas de solução alcoólica fenolftaleína 1% e realizou-se titulação com NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup> padronizado, até chegar ao ponto de equilíbrio (Norma APAN, n.d.).

### 4.2.2 pH

O pH é o potencial hidrogeniônico de uma amostra, que indica através de uma escala logarítmica se a mesma é ácida, básica ou neutra. O pH foi mensurado através de medidor de pH de bolso AKSO – AK90, devidamente calibrado com soluções padrões de pH 4,0, 7,0 e 10,0 em temperatura ambiente (Norma APAN, n.d.).

#### 4.2.3 Condutividade elétrica

A condutividade elétrica de uma amostra representa a facilidade ou dificuldade de passagem da eletricidade por ela. Compostos orgânicos, inorgânicos, catiônicos e aniônicos podem interferir ou contribuir para a condutividade, dessa forma quando se mensura a condutividade elétrica de uma amostra, quantifica-se uma grande variedade de compostos nela contidos. A condutividade elétrica das amostras de extrato pirolenhoso, foi determinada utilizando-se um condutivímetro (*Norma APAN*, n.d.; VILLAS; BANDERALI, 2013).

#### 4.2.4 Densidade específica

A densidade específica das amostras foi determinada por meio de densímetro Incoterm à temperatura de 20 °C, na qual o mesmo é calibrado. O resultado é expresso em g mL<sup>-1</sup> (*Norma APAN*, n.d.).

#### 4.2.5 Taxa de alcatrão dissolvido

A taxa de alcatrão dissolvido foi estabelecida por meio da destilação de 100 mL de extrato pirolenhoso em rotaevaporador, à temperatura de 70 °C, pressão de 200 mBar e 100 rpm. Ao final da destilação, quantificou-se a massa restante no balão, realizando-se em seguida o cálculo de porcentagem (*Norma APAN*, n.d.).

### 4.3 Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas

A composição química das amostras EB, ED e EDS foi analisada através da técnica de Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (CG-EM), bem como posterior comparação dos perfis das mesmas. A análise foi realizada no Centro Politécnico da Universidade Federal do Paraná – UFPR, campus Curitiba.

#### 4.3.1 Preparação da amostra

Para a preparação da amostra, realizou-se um teste preliminar com vários

solventes de polaridades diferentes. Os solventes selecionados foram os que apresentaram extração completa dos extratos EB, ED e EDS, sendo um solvente apolar (hexano) e um solvente de média polaridade (clorofórmio). Adicionou-se em um funil de decantação 10 mL do extrato bruto (EB) e realizou-se uma partição líquido-líquido com 10 mL de hexano grau espectroscópico. Após vigorosa agitação a mistura permaneceu estática para decantação. A fase orgânica foi coletada em um béquer e a fase aquosa foi particionada com clorofórmio grau espectroscópico. Ambas as fases foram extraídas duas vezes com os solventes. O processo foi o mesmo para os extratos decantado (ED) e destilado (EDS).

Em seguida o pH das amostras foi ajustado para 5,0 utilizando-se hidróxido de amônio concentrado. As 6 amostras (EB particionado com hexano e com clorofórmio, ED particionado com hexano e com clorofórmio e EDS particionado com hexano e com clorofórmio), foram submetidas a tratamento com sulfato de sódio anidro a fim de retirar a água presente, sendo filtradas duas vezes com o agente secante. Foram coletados 1,5 mL para injeção no cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (CG-EM).

#### 4.3.2 Condições do CG-EM

As amostras foram injetadas em um Cromatógrafo a Gás acoplado ao Espectrômetro de Massas. A separação foi realizada através da coluna SH-Rtx-5MS (30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro e filme de 0,25  $\mu\text{m}$  de espessura), com temperatura de injeção de 250 °C. As amostras (1  $\mu\text{L}$ ) foram injetadas em modo split 1:10, e a temperatura do forno foi de 50 °C por 2 min, com taxa de aquecimento de 2 °C  $\text{min}^{-1}$  de 50 a 240 °C. Gás hélio foi usado como gás de arraste a uma taxa de fluxo constante de 1 mL  $\text{min}^{-1}$ .

#### 4.3.3 Identificação dos compostos

A identificação dos compostos foi realizada utilizando a função Postrun Analysis do software CGMSsolution, versão 4.20, da Shimadzu Corporation. Os cromatogramas gerados para cada amostra foram analisados e os compostos foram identificados com base em seus espectros de massas, comparando-os com a

biblioteca NIST disponível no software, utilizando o parâmetro de similaridade acima de 75%.

#### 4.4 Análises alelopáticas

As análises alelopáticas foram desenvolvidas, seguindo protocolo específico, utilizando duas espécies receptoras (*B. Pilosa* e *E. plana* Nees).

##### 4.4.1 Bioensaio de germinação e crescimento de sementes

O bioensaio realizado, foi adaptado de Menin (2020). Inicialmente as sementes foram selecionadas, descartando as que apresentavam sinais de ressecamento ou envelhecimento, em seguida foram adicionadas em placas de petri previamente esterilizadas, para higienização. As sementes foram submetidas a tratamento por 30 minutos expostas à luz UV (254 nm), e posteriormente armazenadas ao abrigo de luz e calor.

Foram adicionadas 10 sementes de cada espécie, em cada placa de petri previamente esterilizada e “fornada” com papel filtro. As sementes foram submetidas a tratamentos com água destilada (controle positivo), glifosato a 333,3  $\mu\text{mol L}^{-1}$  (controle negativo), concentração essa já relatada em estudos preliminares (HENDGES, 2020), e extrato pirolenhoso destilado (EDS) a 25, 50, 75 e 100% sem adição dos solventes hexano e clorofórmio. Esses valores de concentrações foram selecionados com base em relato da literatura (Da SILVA et al. 2020), sendo adicionado 3 mL de cada tratamento em cada placa de petri. As análises foram feitas em quadruplicata.

Em seguida, as placas de petri foram acondicionadas em uma câmara incubadora de Demanda Bioquímica de Oxigênio (BOD) e monitoradas por 7 dias, com  $T_{\text{noite}}$  a 25 °C e  $T_{\text{dia}}$  a 30 °C e fotoperíodo de 12 horas. Diariamente foram coletados dados das sementes que germinaram e no sétimo dia foram realizadas as medidas das partes germinadas da radícula (CR) e hipocótilo (CH).

Calculou-se por meio dessa análise, a porcentagem de germinação (PG), o índice de velocidade de germinação (IVG), o tempo médio de germinação (TMG), a velocidade média de germinação (VMG) e a porcentagem de sementes mortas (PM).

Os dados coletados por meio das análises foram tratados conforme equações 4, 5, 6, 7 e 8.

$$IVG = \frac{G1}{N1} + \frac{G2}{N2} + \dots + \frac{Gn}{Nn} \quad (4)$$

Onde:

IVG = índice de velocidade de germinação;

Gn = número de plântulas normais computadas da primeira até a última contagem;

Nn = número de dias decorridos da semeadura da primeira até a última contagem.

$$TMG = \frac{\sum ni \times ti}{\sum ni} \quad (5)$$

Onde:

TMG = tempo médio de germinação;

ni = número de sementes germinadas no tempo i;

ti = tempo em dias após o início do bioensaio;

Unidade: dias.

$$VMG = \frac{1}{t} \quad (6)$$

Onde:

VMG = velocidade média de germinação;

t = tempo médio de germinação (TMG)

Unidade: sementes/dia.

$$PG = \frac{N}{T} \times 100 \quad (7)$$

Onde:

PG = porcentagem de germinação;

N = número de sementes germinadas (contagem do último dia);

T = número total de sementes dispostas para germinar;

Unidade: %.

$$PM = \frac{M}{T} \times 100 \quad (8)$$

Onde:

PM = porcentagem de plântulas mortas;

M = número de plântulas mortas;

T = número total de sementes dispostas para germinar;

Unidade: %.

#### **4.5 Análise estatística**

Os resultados foram submetidos a análise estatística por Modelos Lineares Generalizados (MLG), utilizando o software SPSS Statistics, versão 20, da IBM Corporation.

## 5 Resultados e Discussão

### 5.1 Rendimento gravimétrico

Por meio da carbonização do *E. grandis* (11 m<sup>3</sup>), foi possível produzir cerca de 100 kg de carvão para cada m<sup>3</sup> de madeira, gerando 1100 kg de carvão ao total. A mesma quantidade de madeira gerou aproximadamente 250 L de extrato pirolenhoso. Os resultados estão apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1** – Resultados dos rendimentos gravimétricos da carbonização da madeira *E. grandis*.

<b>RGV (%)</b>	<b>RLP (%)</b>	<b>RGNC (%)</b>
18,10	4,19	77,71

RGV: Rendimento gravimétrico em carvão vegetal; RLP: Rendimento gravimétrico de líquido pirolenhoso; RGNC: Rendimento gravimétrico de gases não-condensáveis.

Valores maiores foram obtidos por Zanuncio et al. (2014), que relataram rendimentos gravimétricos com base em massa seca acima de 30% para 10 diferentes espécies de madeira, evidenciando boa empregabilidade para indústrias.

Trugilho e Silva (2001), relatam que valores de baixos rendimentos podem ser explicados pela degradação térmica incompleta do material, sendo esta hipótese reforçada pelos altos teores de materiais voláteis observados neste trabalho.

Os fatores climáticos são decisivos durante os dias de queima e produção de carvão, pois interferem diretamente no rendimento da reação e características do extrato pirolenhoso. Durante os 6 dias de queima, o clima da região apresentou ventos fortes, o que impediu que o fogo dentro dos fornos se espalhasse uniformemente em toda a madeira, essa característica contribuiu para o baixo rendimento de carvão vegetal e alto rendimento de gases não-condensáveis.

### 5.2 Análises físico-químicas

Na Tabela 2 são apresentados os valores obtidos para as análises físico-químicas para os extratos EB, ED e EDS.



**Tabela 2** – Resultados das análises físico-químicas obtidos para os extratos EB, ED e EDS.

	Acidez total	pH	Densidade a 20 °C (g cm <sup>-3</sup> )	Condutividade elétrica (uS)	Taxa de alcatrão dissolvido (%)
<b>Extrato Bruto (EB)</b>	-	3,4 ± 0,05 <sup>c</sup>	1,015 ± 0,00 <sup>b</sup>	2491,33 ± 15,57 <sup>a</sup>	0,42
<b>Extrato decantado (ED)</b>	0,48 ± 0,03 <sup>b</sup>	2,9 ± 0,06 <sup>b</sup>	1,005 ± 0,00 <sup>c</sup>	1014,33 ± 5,51 <sup>b</sup>	-
<b>Extrato destilado (EDS)</b>	0,28 ± 0,02 <sup>a</sup>	2,2 ± 0,00 <sup>a</sup>	1,000 ± 0,00 <sup>a</sup>	445,66 ± 7,64 <sup>c</sup>	-

Letras diferentes na mesma coluna indicam que houve diferença estatística significativa ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

Observa-se que a acidez total, o pH, a densidade e a condutividade elétrica das amostras são parâmetros que diminuem conforme a purificação do extrato vai aumentando, isso acontece devido às partículas serem retiradas do meio com os processos de purificação, sendo que o extrato destilado apresentou densidade igual à da água (1,000 g cm<sup>-3</sup>).

Pelo teste de Tukey é possível observar que houve diferença estatística significativa entre todas as amostras, de todos os parâmetros analisados. Almeida (2012) obteve valores próximos aos encontrados neste trabalho para o pH, entre 2,2 e 2,7 para extratos pirolenhosos brutos, obtidos em escala laboratorial e industrial, respectivamente, observando diferença significativa entre as amostras.

Vieira et al. (2014) estudando a caracterização química do extrato pirolenhoso destilado, obtiveram valor de pH de 3,2 e acidez total de 3,13%, valores maiores do que os descritos neste trabalho.

A análise da taxa de alcatrão dissolvido apresentou resultado de 0,42%, valor menor que o encontrado por Vieira et al. (2014), que estudaram a caracterização química do EP obtido em escala laboratorial e verificaram o valor de 0,72%.

Vale ressaltar, que a análise de acidez total do EB não foi possível ser realizada, pelo fato de que esse extrato possui coloração intensa, impossibilitando visualizar o ponto de viragem na titulação. Já a taxa de alcatrão dissolvido é realizada apenas para o EB, uma vez que nas amostras ED e EDS o alcatrão já é removido pela decantação e destilação, respectivamente.

Os resultados das análises físico-químicas são muito particulares para cada tipo de extrato, pois vários fatores podem influenciar nos resultados, como

metodologia de coleta do extrato, tipo de madeira utilizada, clima característico e processo de carbonização da madeira.

### **5.3 Análise cromatográfica**

Sabe-se que a composição química dos extratos obtidos a partir do processo de pirólise é dependente de características dos materiais de origem bem, como das condições de carbonização (MA et al., 2013). Materiais lenhosos – ricos em lignina e celulose – quando submetidos a reações pirolíticas, são termicamente degradados em cetonas, álcoois, e derivados de furano e pireno, podendo também ser convertidos em compostos fenólicos (WEI, MA e DONG, 2010; SOUZA et al. 2012).

No presente trabalho, o material utilizado como fonte para o preparo do extrato, é decorrente do eucalipto, apresentando altas concentrações de lignina. Ao degradar, esse material forma produtos pirolíticos típicos, tais como: guaiacol, siringol, pirocatecol e outros derivados (VIEIRA, 2014).

Os compostos foram obtidos por comparação com espectros de massas encontrados na Biblioteca NIST, sendo considerados os componentes com grau de similaridade igual ou superior a 73%, apresentados na Tabela 3.

**Tabela 3 – Compostos químicos identificados nos extratos bruto (EB), decantado (ED) e destilado (EDS) particionados com *n*-hexano e clorofórmio.**

(continua)

Composto	Fórmula Molecular	EB - HEXANO			EB - CLOROFÓRMIO			ED - HEXANO			ED - CLOROFÓRMIO			EDS - HEXANO			EDS - CLOROFÓRMIO				
		Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)		
Ácido Butanóico	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>																	81	5.060	4.10	
Ácido Pentanóico; Ácido Valérico	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	89	4.941	0.06																	
Ciclotrisiloxano	C <sub>6</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> Si <sub>3</sub>																	90	5.847	1.51	
1-acetaldeído-2-oxo-3-Ciclopenteno	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>				84	6.502	1.00														
Furfural; 2-Furancarboxaldeído	C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	95	6.520	0.21																	
4,5-dimetil-1H-Imidazol	C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub>											81	6.530	0.21					88	6.531	26.64
6,10-dimetil-5,9-Dodecadien-2-ona	C <sub>14</sub> H <sub>24</sub> O											88	7.323	0.04					85	7.379	1.79
1,2-propanodiol-3-(Diethylamina)	C <sub>7</sub> H <sub>17</sub> NO <sub>2</sub>											80	7.697	0.09							
2-metil-2-Ciclopenten-1-ona	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O	89	9.381	0.04															81	9.431	1.38
1-(3H-Imidazol-4-il)-ethanona	C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O	93	9.590	0.02																	
2-etil-2-metil-Oxazolidino	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> NO				82	9.602	0.60														
Ácido 4-hidróxi-Butanóico	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>				95	9.687	0.61														
2,5-Hexanodiona	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>				92	10.332	0.57														
(1R)-2,6,6-trimetilbicyclo[3.1.1]-Hept-2-eno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>													92	10.759	0.36			85	10.779	2.02
5-metil-2(5H)-Furanona	C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>				94	10.829	0.10														
Dihidro-5-pentil-2(3H)-Furanona	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>				91	11.650	0.03														
5-metil-2-Furancarboxaldeído	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	95	12.225	0.20	90	12.211	0.18												80	12.295	1.85
3-metil-2-Ciclopenten-1-ona	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O	91	12.406	0.05	97	12.303	0.84					92	12.352	1.16					85	12.464	3.35
(R)-(+)-3-Metil-Ciclopentanona	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>				92	12.808	0.36					88	12.826	0.60							
Fenol, Ácido carbólico	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	97	13.309	0.24	98	13.339	2.04					98	13.304	5.09					97	13.319	19.41
4-oxo-metil éster do Ácido Pentanóico	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	81	13.666	0.01	84	13.634	0.20					80	13.656	0.26							
2,5-dihidro-3,5-dimetil-2-Furanona	C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub>				94	14.204	0.47					91	14.219	0.41							
2,5-dimetil-Ciclopentanona	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O	88	14.220	0.09																	
2-Furanona	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>																		81	14.314	1.49
2,5-dimetil-4-nitro-3-Hexanona	C <sub>8</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>3</sub>											86	14.707	0.25							
2-hidróxi-3-metil-2-Ciclopenten-1-ona	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	91	15.833	0.52	97	16.032	7.93					97	15.894	5.54							
2,3-dimetil-2-Ciclopenten-1-ona	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O	90	16.556	0.41																	
Spiro[2-2]heptan-4-ona	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O											82	16.579	0.17							
Spiro[2-2]heptan-4-ona	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O											86	16.599	0.13							
3-metil-1,2-Ciclopentanodiona	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>																		81	15.909	1.67
(E)-3-Hepteno	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>											87	16.871	0.15							
4-metil-5H-Furan-2-ona	C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>				95	16.814	0.53														
4-metilpentil-3-hidróxi-Butanoato de 2-metileno	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O <sub>3</sub>				79	17.245	0.12														
3-etil-2-hidróxi-2-Ciclopenten-1-ona	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	91	21.790	0.12	87	17.666	0.33					86	17.656	0.26							
2-metil-Fenol; <i>o</i> -Cresol	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	96	17.813	0.43	90	17.839	0.29					95	17.824	0.92	85	17.887	0.56	83	17.929	1.85	
(2E)-5-metil-2-Undeceno	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub>				87	18.965	0.70														
3-metil-Ciclohexanona	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>				89	19.133	0.77														
3-metil-Fenol; <i>m</i> -Cresol	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	93	19.281	0.80															82	19.472	1.92
<i>p</i> -Cresol; 4-metil-Fenol; hidróxi-Tolueno	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O											94	19.286	4.06							



(continuação)

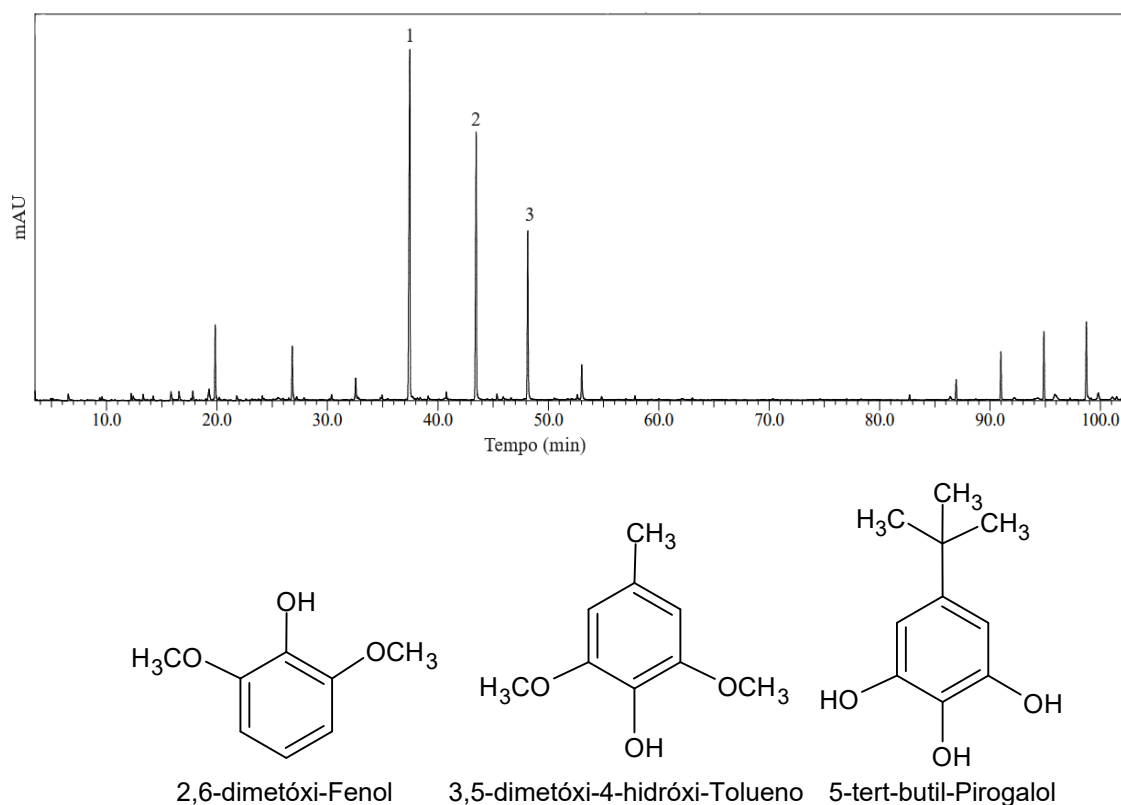
Composto	Fórmula Molecular	EB - HEXANO			EB - CLOROFÓRMIO			ED - HEXANO			ED - CLOROFÓRMIO			EDS - HEXANO			EDS - CLOROFÓRMIO		
		Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)
Apocinina	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	90	45.904	0.09										94	45.856	1.34			
[4aR-(4α,7α,8β)]-decahidro-4a-metil-1-metileno-7-(1-metiletetil)-Naftaleno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>																83	46.251	1.28
Ácido 4-hidróxi-3-metóxi-Benzóico; Ácido vanílico	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>				84	47.768	0.08												
5-tert-butil-Pirogalol	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	87	48.142	12.94	86	48.125	1.18	86	48.129	16.45	85	48.132	2.56	83	48.222	1.65			
1-(4-metóxi-fenil)-2-Propanona; Guaiacilacetona	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>										92	48.339	1.34						
Acetato de 2-(tert-butil)-4-metóxi-fenil	C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub>				79	50.558	0.53												
3,5-Dimetóxi-Acetofenona	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>										81	50.570	2.12						
Butirovanilona	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>				87	51.821	0.16												
2,6-dimetóxi-4-(2-propenil)-Fenol	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	86	52.615	0.15				88	52.635	1.05	85	58.363	0.49						
Ácido 2,4-Hexadienodióico	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> O <sub>4</sub>	81	53.027	2.37				81	53.032	4.59									
Tetradecametil-Hexasiloxano	C <sub>14</sub> H <sub>42</sub> O <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>	83	54.831	0.14	84	54.820	1.64	88	54.823	2.71				87	54.820	4.66	83	54.824	3.38
4-hidróxi-3-metóxi-Benzenopropanol	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>				89	55.282	0.13												
4-hidróxi-3,5-dimetóxi,-Benzaldeido; Galaldeido	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>				92	55.850	2.20				92	55.858	4.28						
1-(ciclohexilmetil)-2-metil-Ciclohexano	C <sub>14</sub> H <sub>26</sub>	73	57.846	0.16															
1-(4-hidróxi-3,5-metóxi-fenil)-Etanona; Acetofeno	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub>				95	59.794	3.22				93	59.806	2.96						
Desaspidinol	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>										80	61.659	1.31						
4-hidróxi-3,5-dimetóxi-Benzoato de metila	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>5</sub>				92	61.937	0.48				87	61.982	0.70						
hexadecametil-Hexasiloxano	C <sub>14</sub> H <sub>42</sub> O <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>				82	63.029	1.29												
dibutil Ftalato; Ácido 1,2-benzenodicarboxílico	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>										88	66.642	0.41						
4-Fenilpropiofenona	C <sub>15</sub> H <sub>14</sub> O				77	64.663	0.80												
Ácido 1,2'-Benzenodicarboxílico	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>				92	66.629	0.19												
Éster-bis(2-methylpropyl)-ácido-1,2-benzenodicarboxílico	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>							88	66.665	0.25									
Hexadecametil-heptasiloxano	C <sub>16</sub> H <sub>48</sub> O <sub>6</sub> Si <sub>7</sub>				83	70.330	1.32	86	63.034	2.04				86	63.032	3.18	82	63.038	2.55
Octasiloxano	C <sub>16</sub> H <sub>50</sub> O <sub>7</sub> Si <sub>8</sub>							78	70.338	1.98				77	70.333	3.67	77	70.336	1.68
Hexadecametil-ciclooctasiloxano	C <sub>16</sub> H <sub>48</sub> O <sub>8</sub> Si <sub>8</sub>				79	77.006	1.20	73	94.014	2.64									
Eicosano	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub>	90	82.711	0.27															
Octadecametil-ciclononasiloxano	C <sub>18</sub> H <sub>54</sub> O <sub>9</sub> Si <sub>9</sub>				75	83.085	0.99	77	77.018	1.89				76	83.091	3.52			
Dotriacontano de bicetila	C <sub>32</sub> H <sub>66</sub>	92	86.930	0.96	91	86.913	0.66	89	86.953	0.25				87	74.571	0.39			
Eicosametíl-ciclodecasiloxano	C <sub>20</sub> H <sub>60</sub> O <sub>10</sub> Si <sub>10</sub>													73	88.718	3.61			
Pentatriacontano	C <sub>35</sub> H <sub>72</sub>							88	92.186	4.09				87	101.059	3.61			
Tetracontano	C <sub>40</sub> H <sub>82</sub>	90	94.878	4.28	90	90.969	1.58							90	86.935	2.60			
Octacosano	C <sub>28</sub> H <sub>58</sub>	90	90.980	3.27										90	82.720	0.70			
Hexatriacontano	C <sub>36</sub> H <sub>74</sub>													89	90.981	6.92			

(conclusão)

Composto	Fórmula Molecular	EB - HEXANO			EB - CLOROFÓRMIO			ED - HEXANO			ED - CLOROFÓRMIO			EDS - HEXANO			EDS - CLOROFÓRMIO		
		Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)	Similaridade (%)	RT (min)	Área (%)
Tetrapentacontano	C <sub>54</sub> H <sub>110</sub>	89	98.718	4.99	90	94.864	2.17	86	98.721	1.44				90	94.872	11.14			
Tetratetracontano	C <sub>44</sub> H <sub>90</sub>													88	98.719	12.71			
Tetracosametil-ciclododeca-siloxano	C <sub>24</sub> H <sub>72</sub> O <sub>12</sub> Si <sub>12</sub>							73	99.147	3.68				73	94.010	4.69			
Hexacontano	C <sub>60</sub> H <sub>122</sub>	88	95.867	0.29				87	101.071	4.04				88	92.159	2.79			
Hexadecametil-ciclooctasiloxano	C <sub>16</sub> H <sub>48</sub> O <sub>8</sub> Si <sub>8</sub>													73	99.141	5.81			

O EB particionado com *n*-hexano (EB - HEXANO) (Figura 5) apresentou em sua composição os fenólicos 2,6-dimetóxi-fenol (34,67%) (pico 1), o 3,5-dimetóxi-4-hidróxi-tolueno (23,28%) (pico 2) e o 5-*tert*-butil-pirogalol (12,94%) (pico 3), como majoritários, de um total de 41 compostos identificados. É possível visualizar as estruturas químicas dos compostos majoritários abaixo dos cromatogramas.

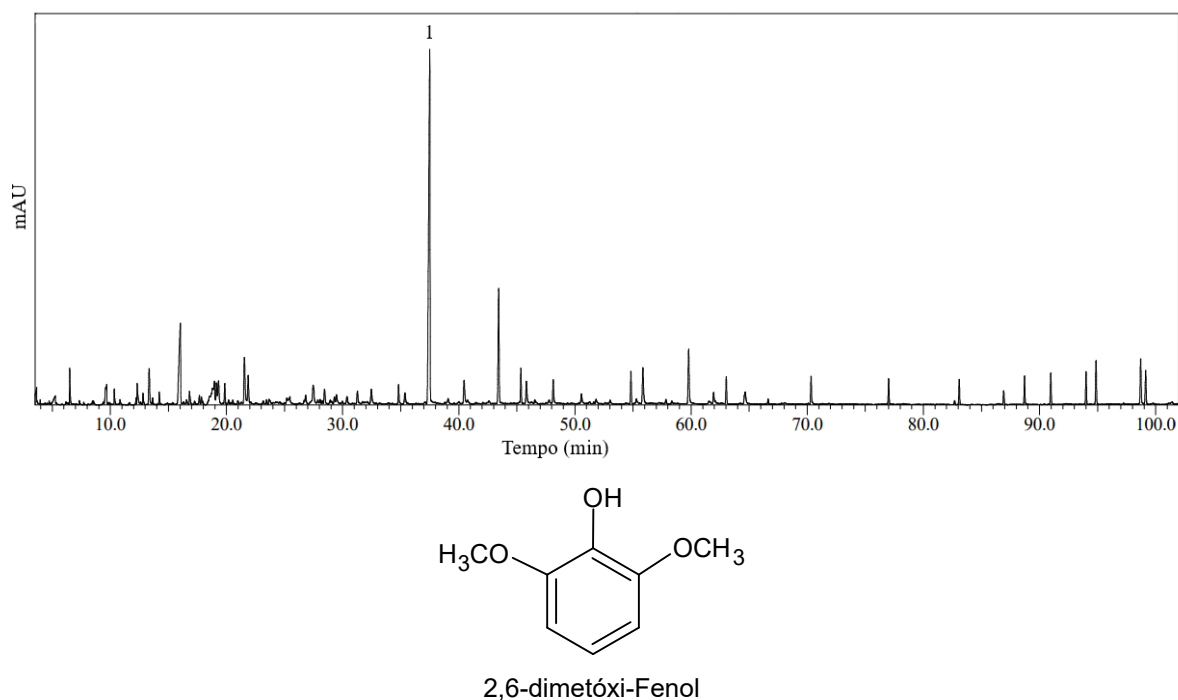
**Figura 5** – Cromatograma do EB particionado com *n*-hexano (EB - HEXANO).



Fonte: Autoria própria

O EB particionado com clorofórmio (EB - CLOROFÓRMIO) está apresentado na Figura 6. Um número maior de compostos (61) foi verificado para essa amostra, destacando-se como majoritário o fenólico, 2,6-dimetóxi-fenol (29,93%) (pico 1).

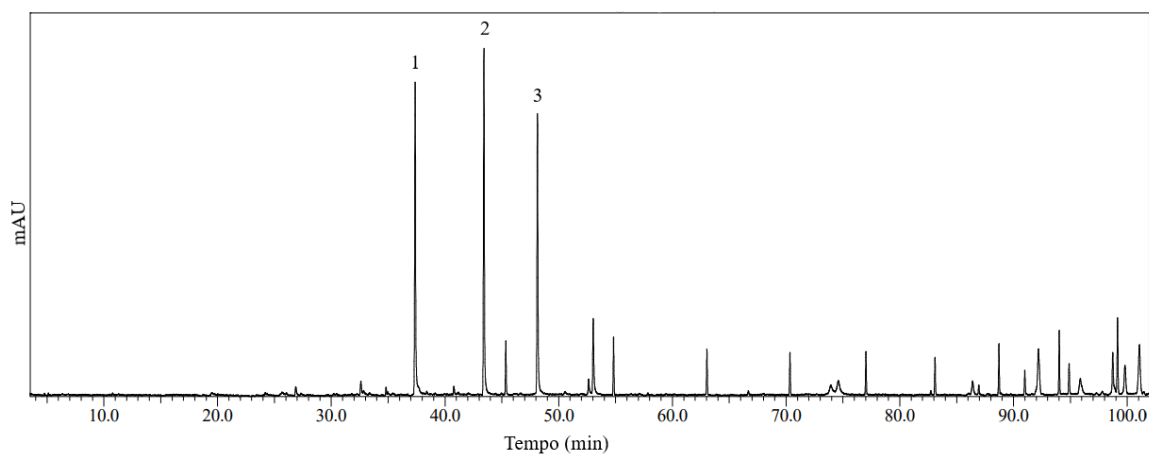
**Figura 6** – Cromatograma do EB particionado com clorofórmio (EB – CLOROFÓRMIO).



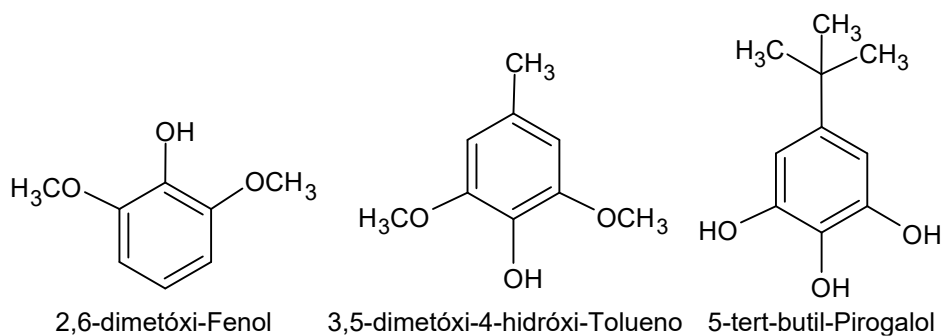
Fonte: Autoria própria

Foram identificados 21 componentes no ED particionado com *n*-hexano (ED - HEXANO) (Figura 7) e como majoritários os fenólicos, 2,6-dimetóxi-fenol (18,16%) (pico 1), 3,5-dimetóxi-4-hidróxi-tolueno (18,94%) (pico 2) e 5-*tert*-butil-pirogalol (16,45%) (pico 3).

**Figura 7** – ED particionado com *n*-hexano (ED - HEXANO).



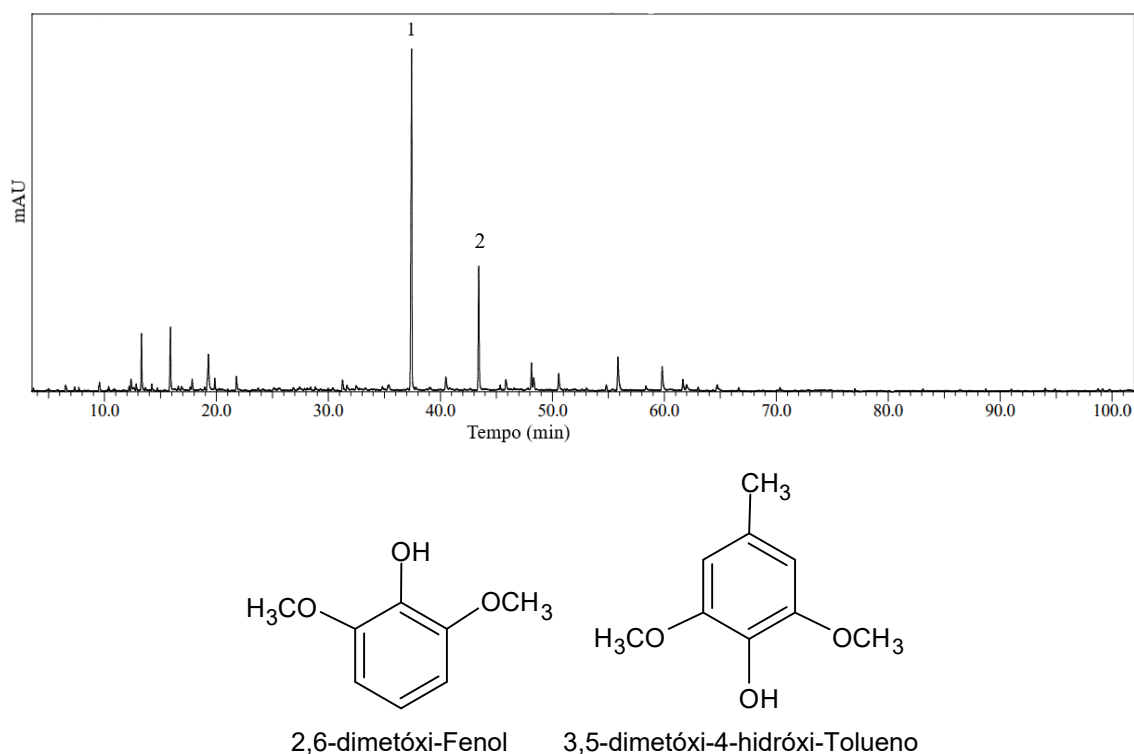




Fonte: Autoria própria

Em se tratando do ED particionado com clorofórmio (ED - CLOROFÓRMIO), foram identificados 33 compostos, sendo os majoritários os fenólicos, 2,6-dimetóxi-fenol (38,53%) (pico 1) e 3,5-dimetóxi-4-hidróxi-tolueno (12,30%) (pico 2), visualizados na Figura 8.

**Figura 8** – ED particionado com clorofórmio (ED – CLOROFÓRMIO).



Fonte: Autoria própria

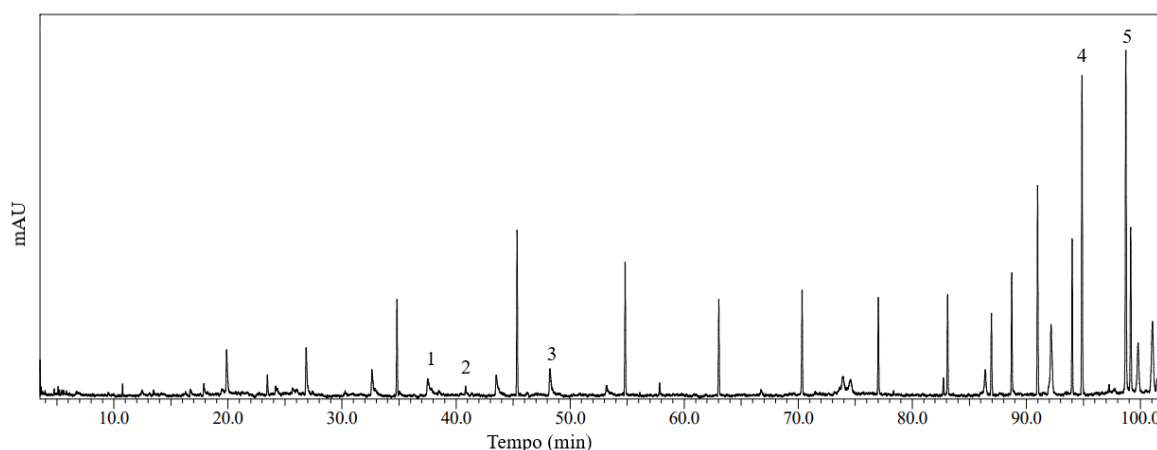
Souza et al. (2012) estudaram a caracterização química do extrato pirolenhoso decantado da carbonização da madeira *E. sp.* obtido em escala laboratorial, e verificaram a presença de 5-*tert*-butil-pirolgalol (10,8%), siringol (35%), *o*-guaiacol

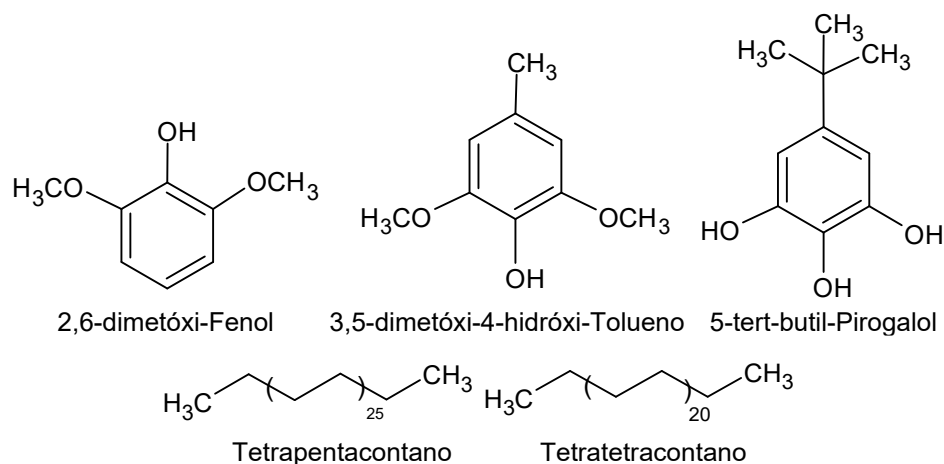
(14,4%) como compostos majoritários, esses compostos também foram observados nos extratos EB e ED deste trabalho.

Segundo Macías (2019), os fenólicos se constituem em um grupo diversificado de produtos naturais que estão presentes na maioria das espécies de plantas. Os fenólicos têm diferentes graus de complexidade estrutural que variam de ácidos benzóicos a cumarinas e flavonoides. Li et al. (2010) relatam que aleloquímicos fenólicos observados em ecossistemas naturais, são causadores de uma série de problemas ecológicos e econômicos, como diminuição no rendimento da safra devido a doenças do solo, falha na regeneração de florestas naturais e problemas de replantio em pomares. Sabe-se da toxicidade inerente à estrutura dos fenólicos.

Em função das observações relatadas, vale destacar que, comparando a composição das amostras de extrato pirolenhoso destilado EDS - HEXANO e EDS - CLOROFÓRMIO, observa-se que todos os derivados fenólicos identificados nos extratos brutos e decantados são também identificados, mas em concentrações muito reduzidas no EDS - HEXANO (Figura 9): 2,6-dimetóxi-fenol (0,78%) (pico 1), 3,5-dimetóxi-4-hidróxi-tolueno (0,79%) (pico 2), 5-*tert*-butil-pirolgalol (1,65%) (pico 3). Dessa forma, pode-se destacar que o processo de destilação do extrato pirolenhoso resultou em purificação, principalmente em termos de diminuição na concentração dos compostos fenólicos.

**Figura 9** – EDS particionado com com *n*-hexano (EDS - HEXANO).



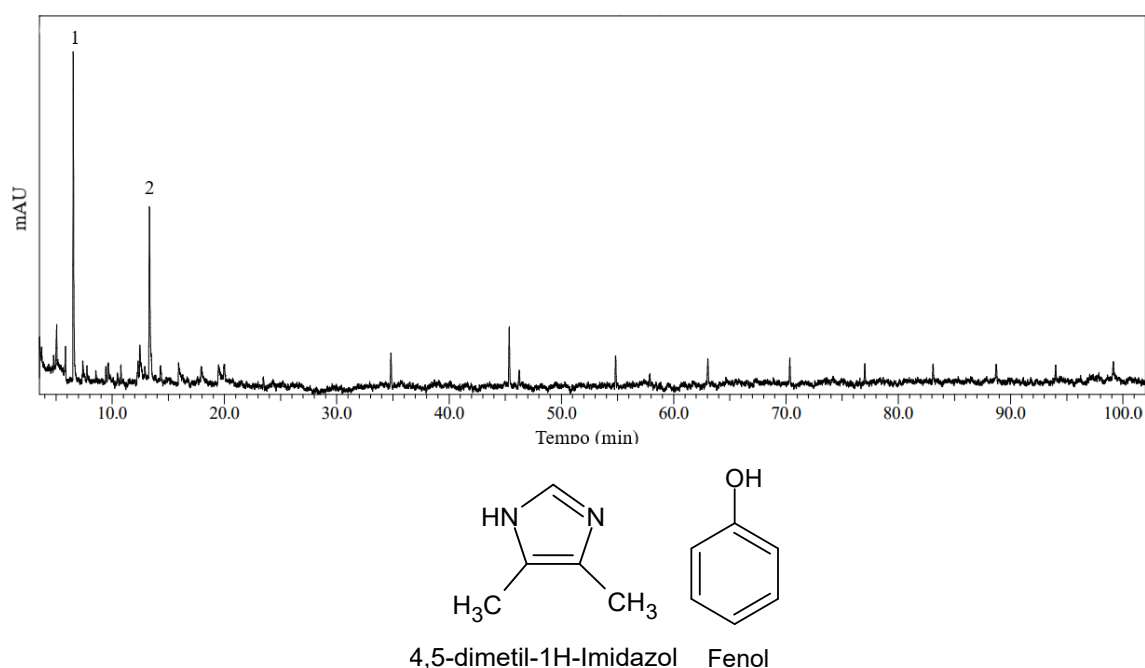


Fonte: Autoria própria

Em relação ao do (EDS – HEXANO), foram identificados 28 compostos, sendo os majoritários o Tetrapentacontano (11,14%) (pico 4) e o Tetratetracontano (12,71%) (pico 5), visualizados na Figura 9.

Já no (EDS – CLOROFÓRMIO) (Figura 10), o 4,5-dimetil-1H-imidazol (26,64%) (pico 1) e o fenol (19,41%) (pico 2) são os majoritários de 20 compostos identificados.

**Figura 10** – Cromatograma EDS particionado com clorofórmio (EDS – CLOROFÓRMIO).



Fonte: Autoria própria

Vieira et al. (2014) observaram os compostos majoritários guaiacol, cresol e siringol para o extrato pirolenhoso destilado obtido por meio da carbonização de *E. grandis*, esses compostos são verificados no EDS, porém em menores concentrações.

No estudo relatado por Pimenta et al. (2018), foi realizada a caracterização da composição química do extrato pirolenhoso destilado da madeira clone *E. urophylla* x *E. grandis*, utilizando diferentes solventes (diclorometano, acetato de etila e éter dietílico). Foram identificados ao total, 93 compostos, número menor do observado neste trabalho (113 compostos), isso pode ser justificado pelos diferentes solventes utilizados na partição líquido-líquido. Os compostos majoritários encontrados por Pimenta et al. (2018) foram guaiacol, fenol, cresóis e furfural. Vale ressaltar, que o furfural só foi verificado neste trabalho para o EB, isso indica eficácia no processo de purificação realizada para o EDS, uma vez que compostos derivados de furanos possuem toxicidade considerável mesmo em concentrações muito baixas (De SOUSA, 2018).

Alcanos de cadeia longa identificados neste trabalho também foram relatados por Barbosa (2011), como constituinte da composição do extrato em diclorometano de folhas de *Curatella americana* L. (Lixeira), os quais apresentaram atividade inibitória da germinação de sementes de capim colonião (*Panicum maximum* Jacq.), evidenciando potencial atividade alelopática.

Pela purificação observada do EDS e por conter alcanos de cadeia longa em sua composição, optou-se por escolher essa fração para realizar os testes alelopáticos.

#### **5.4 Testes alelopáticos**

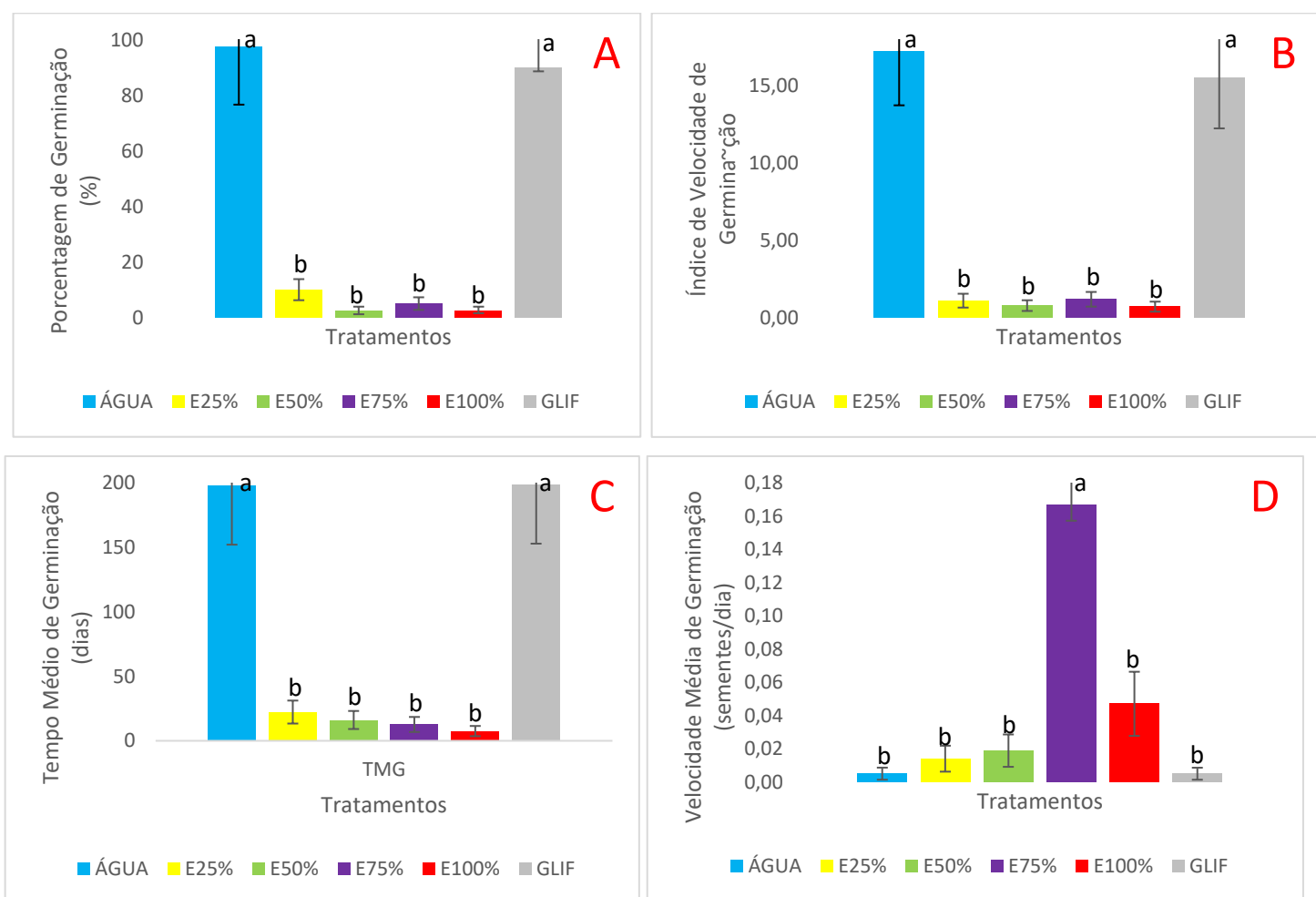
Inicialmente, os testes alelopáticos foram desenvolvidos utilizando soluções nas concentrações de 25, 50, 75 e 100% do EDS, e como testemunhas, água destilada (controle positivo) e glifosato a  $333,3 \mu\text{mol L}^{-1}$  (controle negativo). As variáveis dependentes testadas foram: porcentagem de germinação (PG), índice de velocidade de germinação (IVG), tempo médio de germinação (TMG), velocidade média de germinação (VMG) e porcentagem de sementes mortas (PM). O

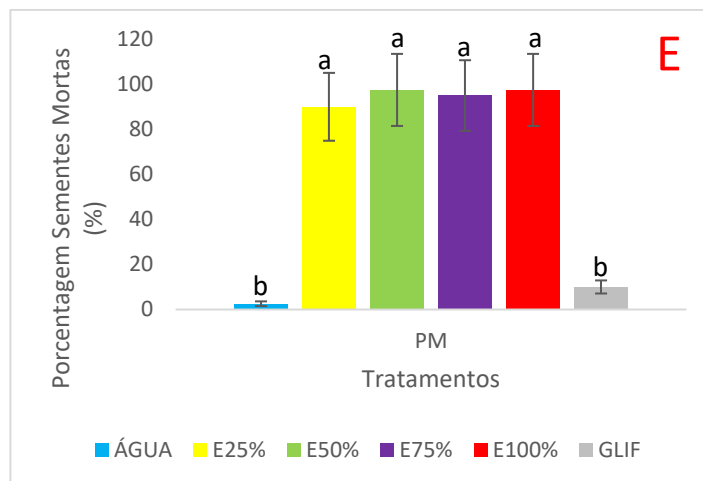
delineamento experimental foi analisado por modelos lineares generalizados (MLG), com tratamento bifatorial, sendo que os fatores considerados foram, a espécie da planta daninha e o tratamento aplicado.

As espécies receptoras utilizadas foram as plantas daninhas Capim Annoni-2 (CA) e *Bidens Pilosa* (BP). Os resultados encontram-se organizados de acordo com cada planta receptora.

#### 5.4.1 *E. plana* - Capim Annoni-2

**Figura 11** – Médias obtidas das variáveis para Capim Annoni-2.

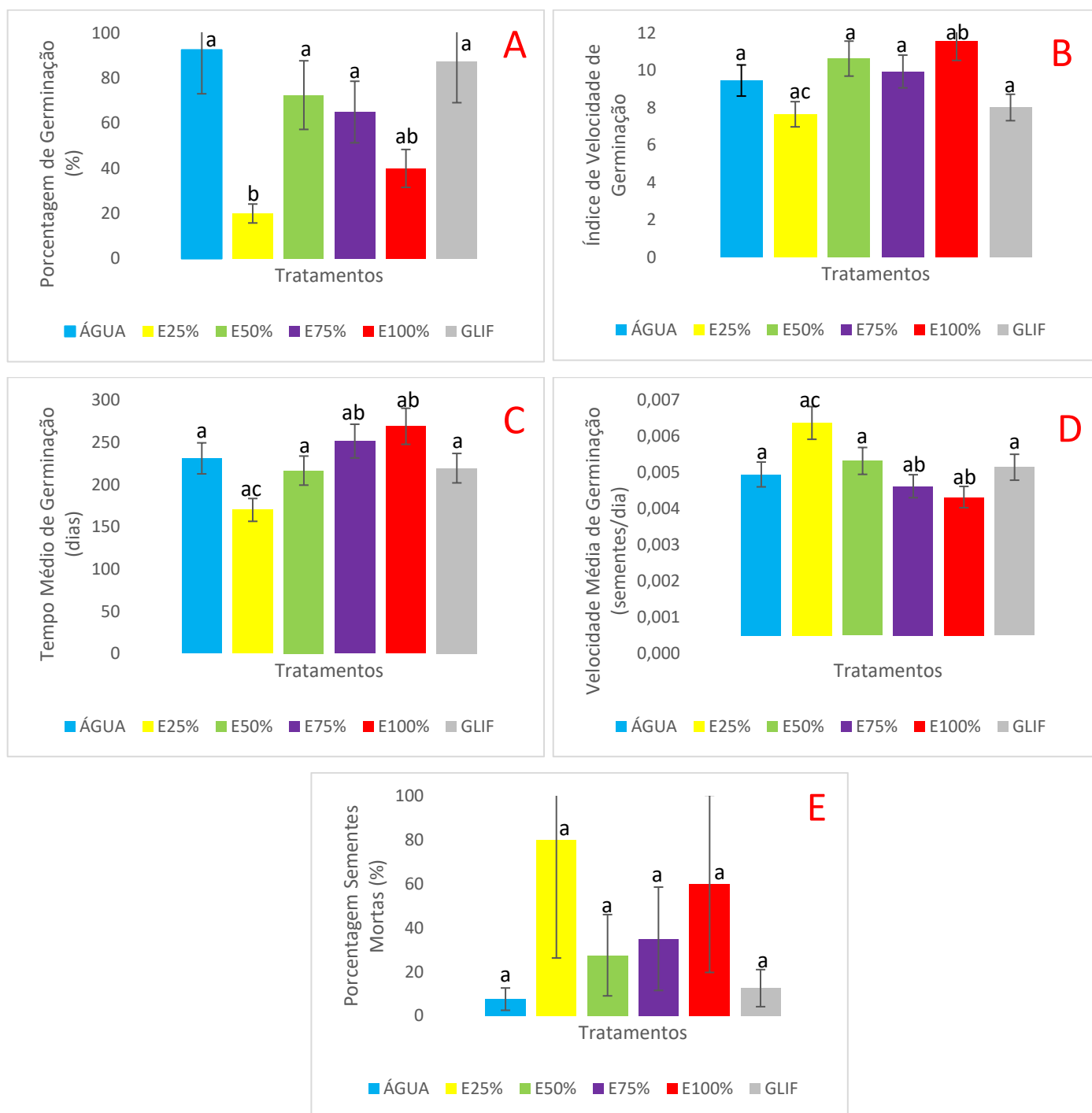




Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Considerando-se as variáveis descritas na Figura 11, PG (gráfico A), IVG (gráfico B), TMG (gráfico C) e PM (gráfico E) não foram observadas diferenças significativas quando da comparação entre as concentrações E25, E50, E75 e E100% do extrato pirolenhoso destilado. Observa-se apenas diferença quando compara-se a amostra tratada com água destilada e/ou a amostra de glifosato e as diferentes concentrações de extrato pirolenhoso, sendo que, as variáveis PG, IVG e TMG apresentaram os maiores valores para as amostras testemunhas, ou seja, água destilada e glifosato concentração  $333,3 \mu\text{mol L}^{-1}$  como é possível visualizar na Figura 5. O contrário foi observado para a variável PM, o que indica que os tratamentos com EDS apresentaram alta inibição de germinação, resultando na morte das sementes. O maior valor foi observado para o extrato E100%, com 97,5% de sementes mortas.

Em contrapartida, observa-se que, em se tratando da variável VMG (gráfico D), é possível observar variação significativa quando comparamos os tratamentos água destilada, glifosato  $333,3 \mu\text{mol L}^{-1}$ , E25%, E50% e E100% com a amostra E75%, sendo que, nessa concentração as sementes germinaram com maior velocidade média. Segundo Rugare et al. (2021), a atividade alelopática pode apresentar efeitos inibitórios ou estimuladores de uma espécie de planta sobre outra, portanto o aumento de velocidade média é considerado como efeito estimulador de germinação das sementes de capimannoni-2. E, neste trabalho, esse resultado não pode ser considerado interessante em função de que, a planta receptora é uma planta daninha.

5.4.2 *Bidens Pilosa*Figura 12 – Médias obtidas das variáveis para *B. pilosa*.

Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Para a variável PG (gráfico A), observou-se diferença significativa quando comparada a amostra E25% com as concentrações de E50%, E75%, glifosato 333,3  $\mu\text{mol L}^{-1}$  e água destilada. Isso revela que houve uma diminuição acentuada na

germinação das sementes quando utilizado o extrato pirolenhoso destilado na concentração de 25%, como é possível observar na Figura 12.

Já analisando a variável IVG (gráfico B), houve diferença significativa somente entre os tratamentos E25% e E100%. As demais amostras não apresentaram diferença entre si, sendo que, o maior índice de velocidade de germinação (IVG), foi apresentado pelo tratamento E100%.

Para ambas as variáveis TMG (gráfico C) e VMG (gráfico D), observou-se diferença significativa para o tratamento E25% quando comparados aos tratamentos de E75% e E100%. O maior valor observado para TMG foi da amostra E100%, e o maior valor de VMG foi da amostra E25%.

Não houve diferença significativa entre as amostras para a variável PM (gráfico E). O tratamento que apresentou maior mortalidade das sementes foi E25%.

A partir da análise e discussão dos dados relativos ao primeiro experimento de germinação, observou-se que a correlação concentração/efeito alelopático, não apresentou resultados satisfatórios, uma vez que, a maioria das sementes não germinaram em nenhuma das concentrações, ou seja, considerou-se que as diluições do EDS estavam muito acima do necessário para controle e observação das variáveis utilizadas. Portanto, optou-se por realizar um teste preliminar, utilizando soluções de extrato pirolenhoso destilado em concentrações menores, 2,5, 5, 10, 15 e 20%, onde foi possível observar que o EDS não apresentou resultados satisfatórios quando foram utilizadas soluções de concentração menor que 10%. A partir desse resultado, foi conduzido um novo experimento, nas mesmas condições, com as mesmas espécies receptoras, porém com as soluções preparadas nas concentrações 10, 12,5, 15, 17,5 e 20%.

Os resultados estão organizados conforme as variáveis PG, IVG, TMG, VMG, PM, CR e CH.

## **5.5 Interações Espécie vs. Tratamento**

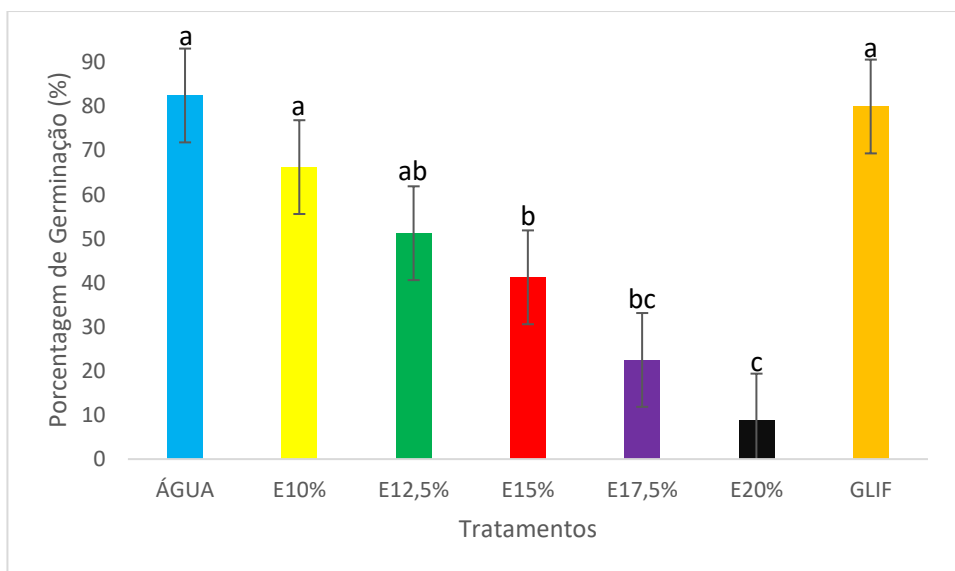
### **5.5.1 Influência dos tratamentos frente a variável PG**



Os resultados apresentados a seguir que tratam da média para cada variável (Figuras 7, 9, 11, 13, 15, 17 e 19), são representativos da média feita entre os resultados obtidos frente às duas plantas receptoras, *B. pilosa* (BP) e Capimannoni-2 (CA).

Como é possível visualizar na Figura 13, houve decréscimo acentuado na germinação das sementes quando se compara os tratamentos, ou seja, a porcentagem de germinação diminui na medida em que a concentração do EDS aplicado aumenta.

**Figura 13** – Média da variável PG frente às duas espécies receptoras CA e BP.



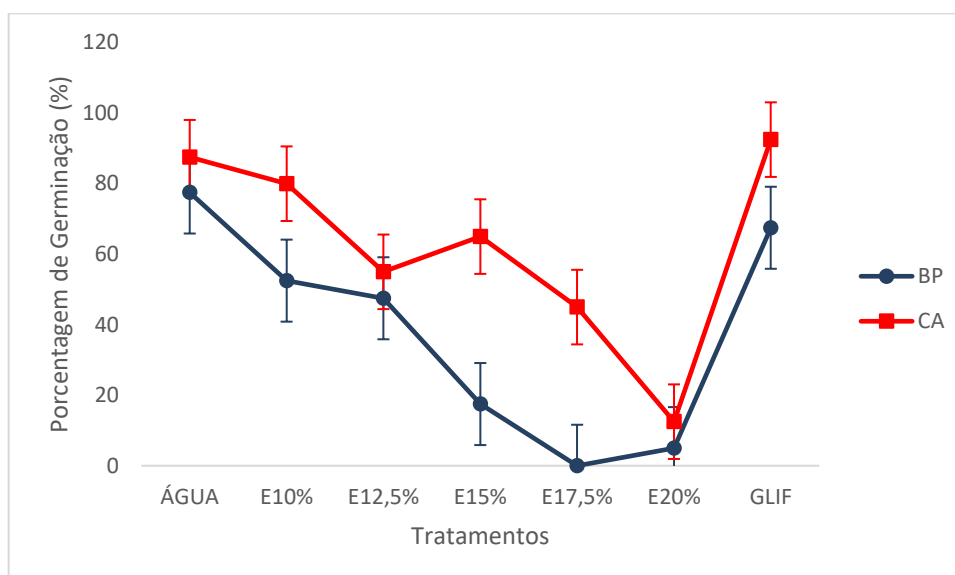
Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

O tratamento E20% apresentou diferença significativa quando comparado a todos os outros tratamentos, exceto com o E17,5%, isso evidencia importante resultado, pois esse tratamento apresenta inclusive, maior inibição que o glifosato. Destacam-se também os tratamentos E12,5%, E15% e E17,5% que apresentaram poder de inibição maior que o glifosato, para as espécies receptoras.

Na Figura 14 é apresentada a interação espécie vs tratamento, relatando a variável Porcentagem de Germinação frente às espécies receptoras.

**Figura 14** – Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Porcentagem de

## Germinação (PG).



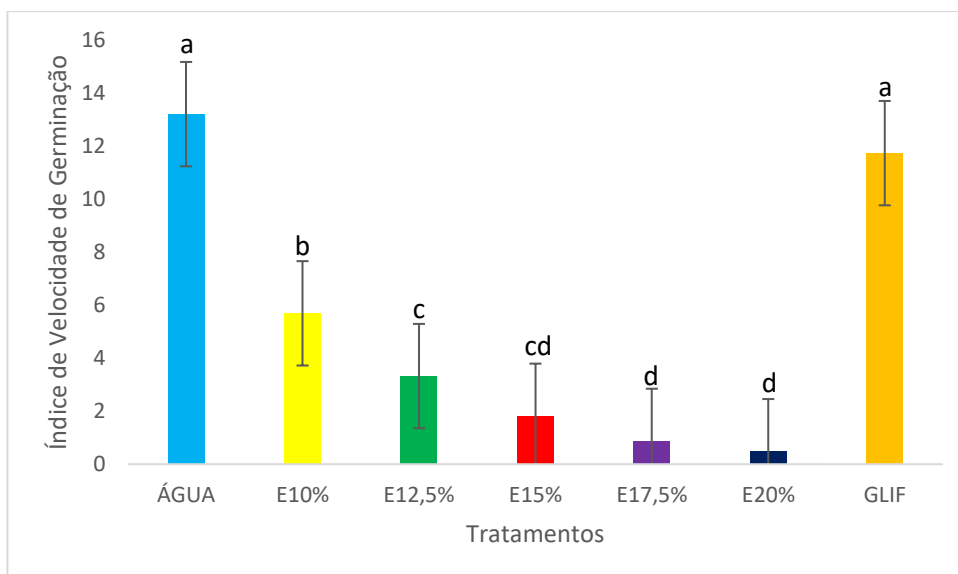
Para a espécie receptora BP, é possível visualizar que no tratamento E17,5% houve inibição total da germinação. Entre os tratamentos E15%, E17,5% e E20% não se observa diferença significativa, mas ao comparar-se essas concentrações com os tratamentos em E10%, E12,5%, água e glifosato observam-se diferença, sendo que os tratamentos E17,5% e E20% inibiram o crescimento em praticamente 100%.

Em relação à espécie receptora CA, o tratamento E20% apresentou diferença estatística significativa quando comparado a todos os demais tratamentos, evidenciando eficiência na inibição de germinação, uma vez que apenas 12,5% das sementes germinaram. Os demais tratamentos não apresentaram diferença estatística significativa entre si.

### 5.5.2 Influência dos tratamentos frente a variável IVG

Em relação ao IVG, observa-se na Figura 15 que todos os tratamentos com extrato pirolenhoso apresentaram diferença significativa apenas em relação à água e ao glifosato.

**Figura 15** - Média da variável IVG frente as duas espécies receptoras CA e BP.



Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

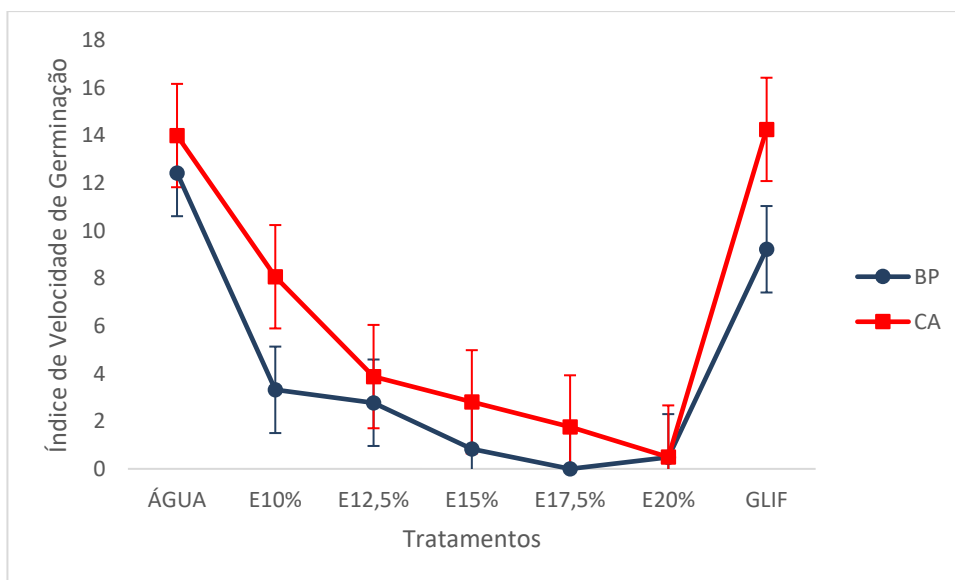
Observa-se também que todos os tratamentos foram eficientes na diminuição do índice de velocidade de germinação das espécies receptoras, sendo que há diferença significativa entre eles quando se compara o tratamento E10% com os demais, e entre os tratamentos E17,5%, E20% com o E12,5%.

O tratamento que apresentou maior redução no IVG foi o de maior concentração, E20%.

Na Figura 16 pode-se visualizar a interação entre as espécies receptoras e os diferentes tratamentos, para a variável Índice de Velocidade de Germinação.

**Figura 16** - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Índice de Velocidade

de Germinação (IVG).



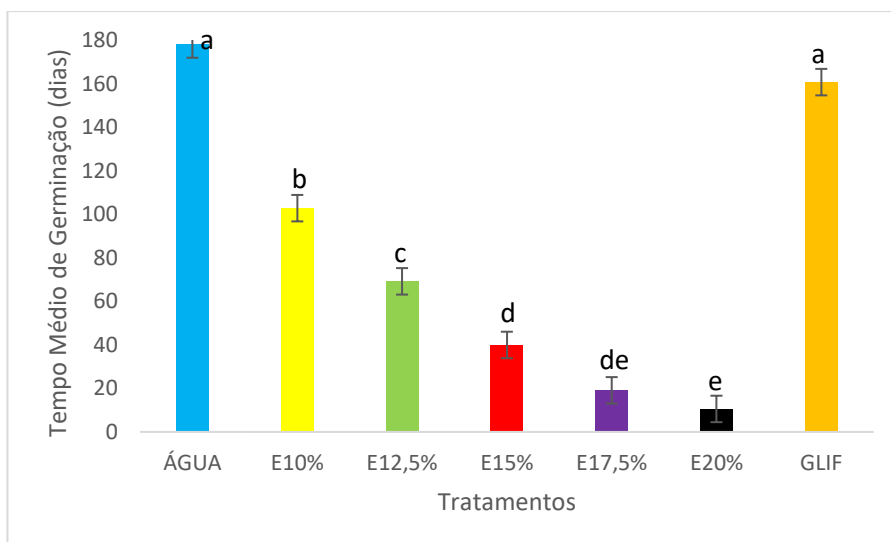
Ao observar a espécie receptora BP, há diferença significativa entre todos os tratamentos comparados à água e ao glifosato. Invariavelmente, observa-se que todas as concentrações foram eficientes para a diminuição do IVG das duas espécies receptoras.

Em relação ao CA, há diferença significativa quando se compara os tratamentos E10% com E15%, E17,5% e E20%, além disso, observa-se também diferença significativa entre o comportamento da água e do glifosato em relação a todos os tratamentos.

### 5.5.3 Influência dos tratamentos frente a variável TMG

Avaliando a Figura 17 das médias obtidas para a variável TMG, conclui-se que há diferença entre os tratamentos com água e glifosato em relação a todos os tratamentos com extrato pirolenhoso, evidenciando a característica do mesmo em diminuir consideravelmente o tempo médio de germinação. O tratamento que apresentou o menor valor de TMG foi o tratamento E20%.

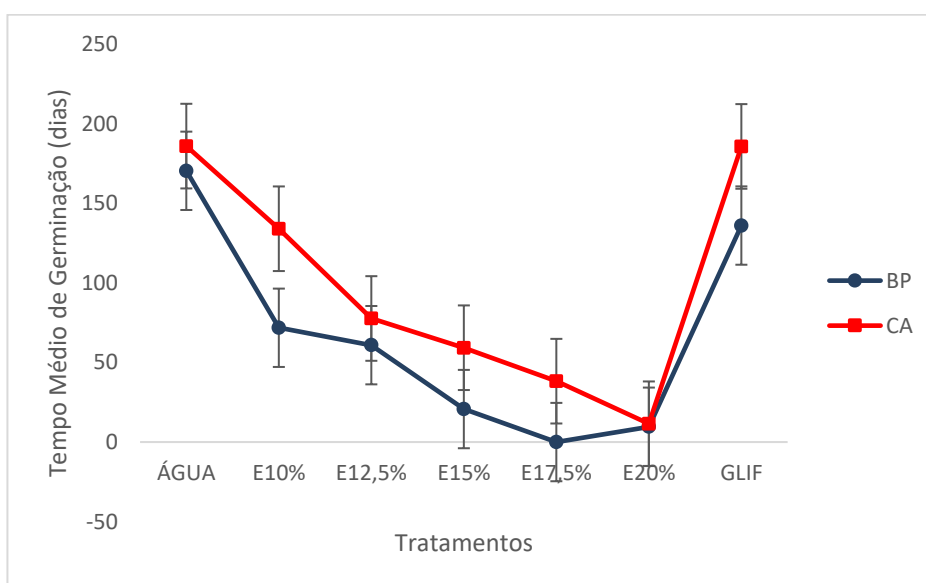
**Figura 17** - Média da variável TMG frente as duas espécies receptoras CA e BP



Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Observando a interação espécie vs. tratamento apresentada na Figura 18, percebe-se que, para a espécie receptora BP, todos os tratamentos com extrato pirolenhoso apresentaram diferença significativa quando comparados à água e glifosato. Já para a espécie receptora CA, observa-se diferença entre água, glifosato, E10% quando comparados ao E12,5, 15, 17,5 e 20%.

**Figura 18** - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Tempo Médio de Germinação (TMG).

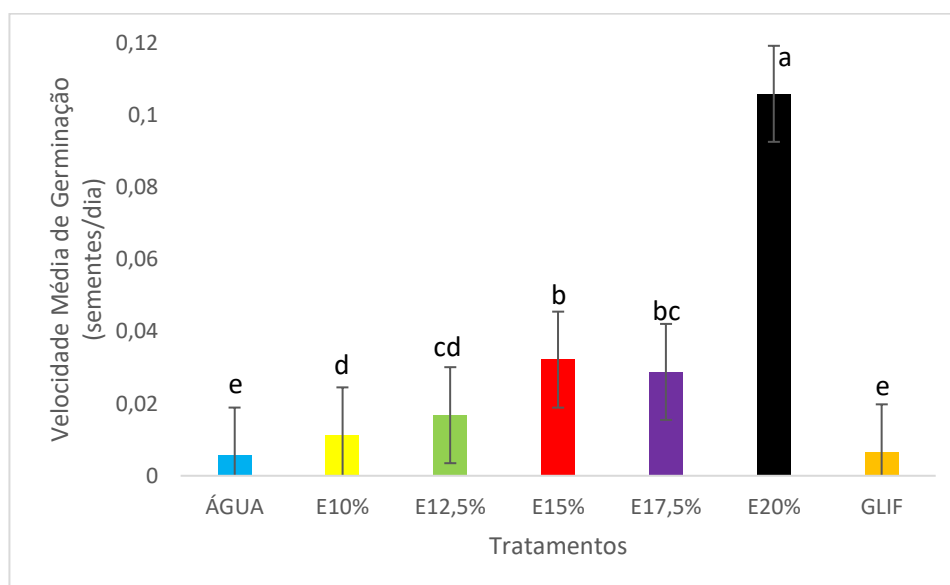


Novamente, percebe-se que o E20% foi o tratamento que mais afetou o tempo médio de germinação para ambas as espécies estudadas.

#### 5.5.4 Influência dos tratamentos frente a variável VMG

Analisando a variável VMG (Figura 19), observa-se diferença significativa entre o tratamento E20% comparado aos demais. Esse tratamento foi o que apresentou o maior valor para a variável Velocidade Média de Germinação (VMG). Esse resultado está coerente quando comparado com a variável Tempo Médio de Germinação (TMG), onde o tratamento E20% apresentou o menor valor. Ou seja, as poucas sementes que germinaram (baixo valor de PG), o fizeram em um tempo médio reduzido de germinação (baixo valor de TMG), consequentemente apresentando valor de Velocidade Média de Germinação superior aos demais tratamentos (maior valor de VMG).

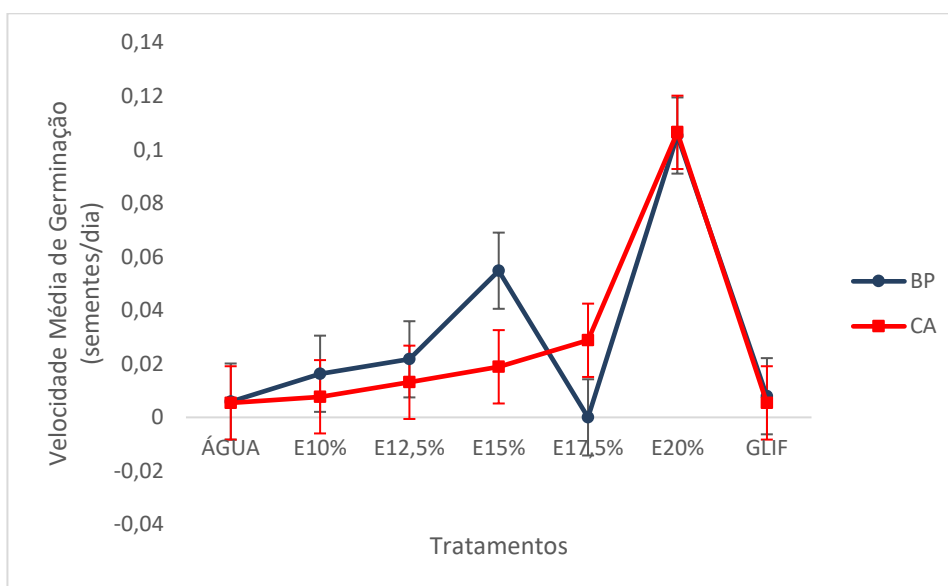
**Figura 19** - Média da variável VMG frente as duas espécies receptoras CA e BP.



Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Através da Figura 20 é possível visualizar o comportamento da variável para ambas as espécies receptoras. O tratamento E15% e E20% apresentaram diferença significativa quando comparado aos demais tratamentos para a espécie BP. Quanto a espécie CA somente E20% apresentou diferença significativa quando comparado aos demais tratamentos.

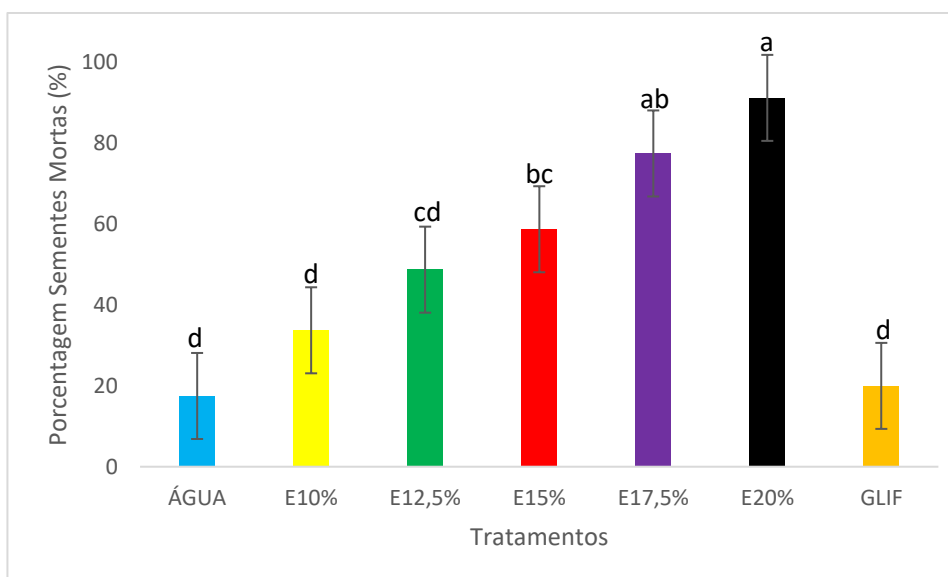
**Figura 20** - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Velocidade Média de Germinação (VMG).



#### 5.5.5 Influência dos tratamentos frente a variável PM

Observando a Figura 21 sobre a porcentagem de sementes mortas, fica evidente que os melhores tratamentos foram os de E17,5% e E20%, ambos de maiores concentrações.

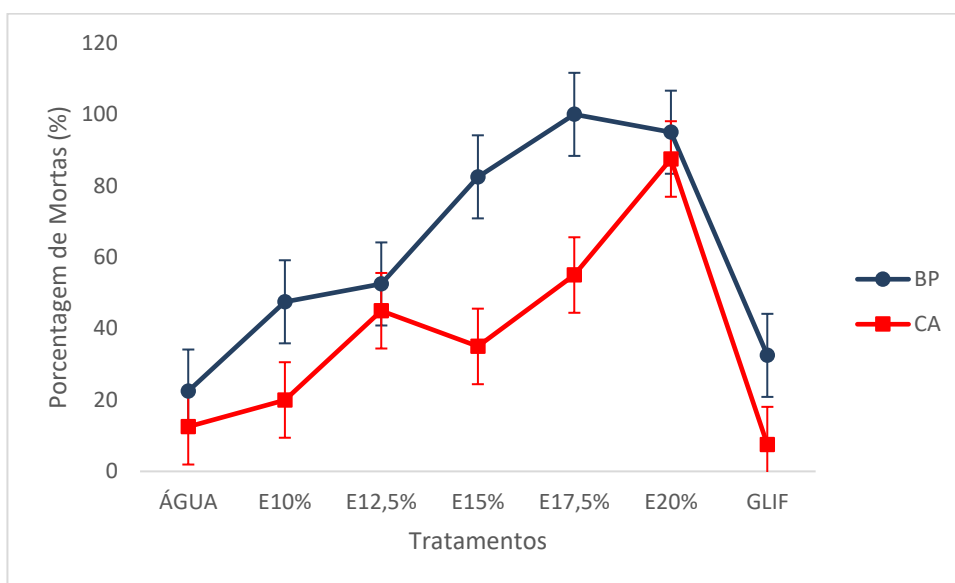
**Figura 21** - Média da variável PM frente as duas espécies receptoras CA e BP.



Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Percebe-se analisando a Figura 22, que o tratamento E20% foi o mais eficiente quando aplicado na espécie receptora CA, indicando que 87,5% das sementes foram mortas. Em relação a BP, o tratamento mais eficiente foi o E17,5%, o qual apresentou 100% de mortalidade.

**Figura 22** - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Porcentagem de Sementes Mortas (PM).



Para BP, houve diferença significativa entre os tratamentos E15, E17,5 e E20% quando comparados as concentrações menores de E10% e E12,5%, além da água e glifosato. Em relação a espécie CA, observa-se que o E20% (melhor tratamento para a variável PM), também é o único que se difere estatisticamente dos demais tratamentos.

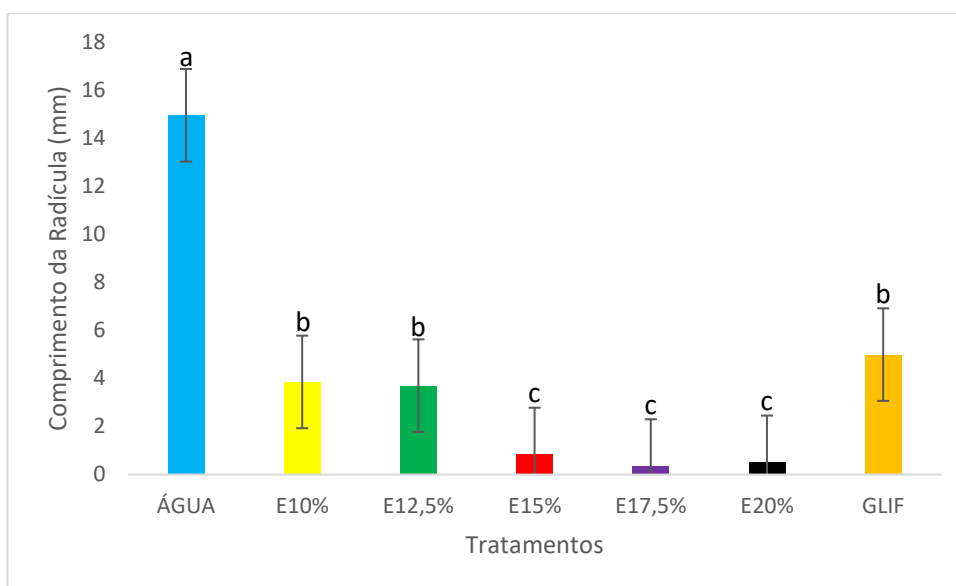
#### 5.5.6 Influência dos tratamentos frente a variável CR

A variável CR foi medida no sétimo dia do teste de germinação. Percebe-se por meio da Figura 23 que o tratamento com água apresentou diferença significativa quando comparado aos demais tratamentos.

**Figura 23** - Média da variável Comprimento de Radícula (CR) frente as duas



espécies receptoras CA e BP.

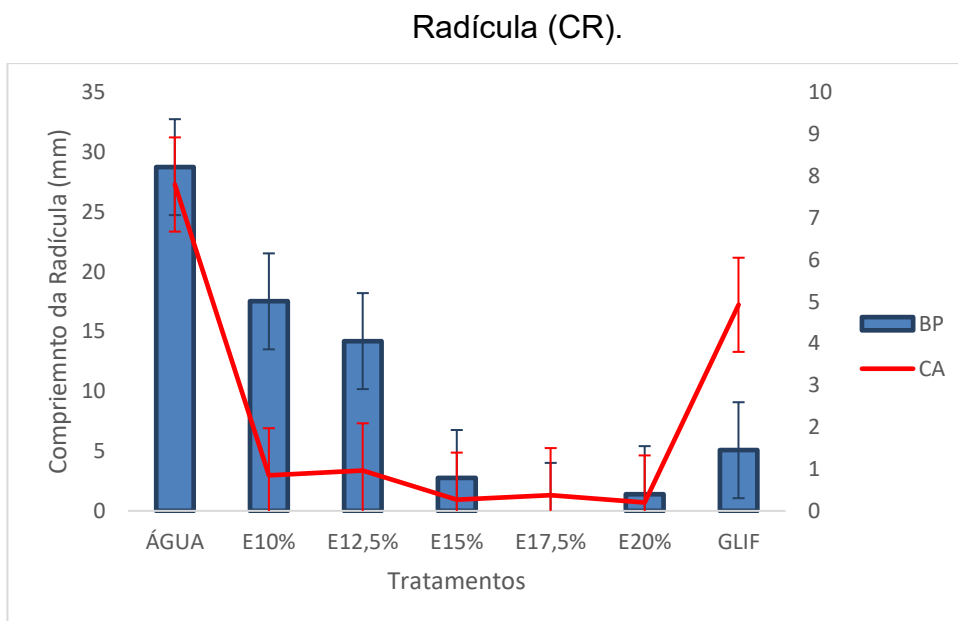


Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Observa-se um decaimento no comprimento da radícula conforme a concentração de extrato vai aumentando, mesma característica observada para as demais variáveis. Não houve diferença significativa entre os tratamentos E15%, E17,5% e E20%, porém apresentaram diferença quando comparados aos tratamentos E10%, E12,5% e glifosato.

Através do gráfico de interação (Figura 24), a queda acentuada do comprimento da radícula da espécie receptora BP fica em evidência, o tratamento de 17,5% apresentou maior atividade na inibição do crescimento da radícula.

**Figura 24** - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Comprimento de

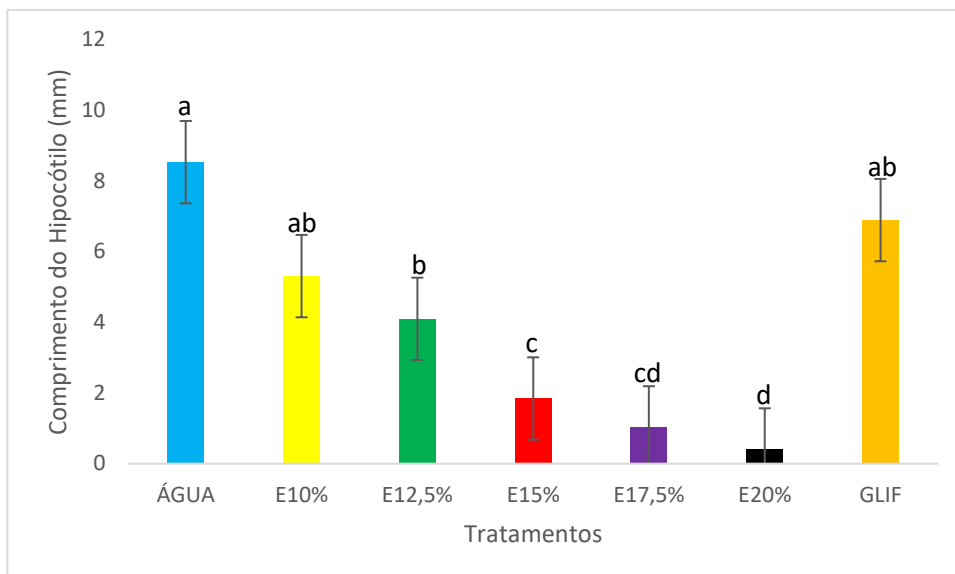


Avaliando a espécie receptora CA, observa-se que todos os tratamentos foram diferentes significativamente quando comparados à água e ao glifosato, porém não houve diferença entre eles, indicando também atividade de inibição. O tratamento que apresentou melhores resultados foi o E20%.

#### 5.5.7 Influência dos tratamentos frente a variável CH

O comprimento do hipocótilo também sofreu alterações diferenciadas conforme a aplicação dos tratamentos, percebe-se que houve diferença significativa das amostras E15, E17,5 e E20% em relação as demais (Figura 25).

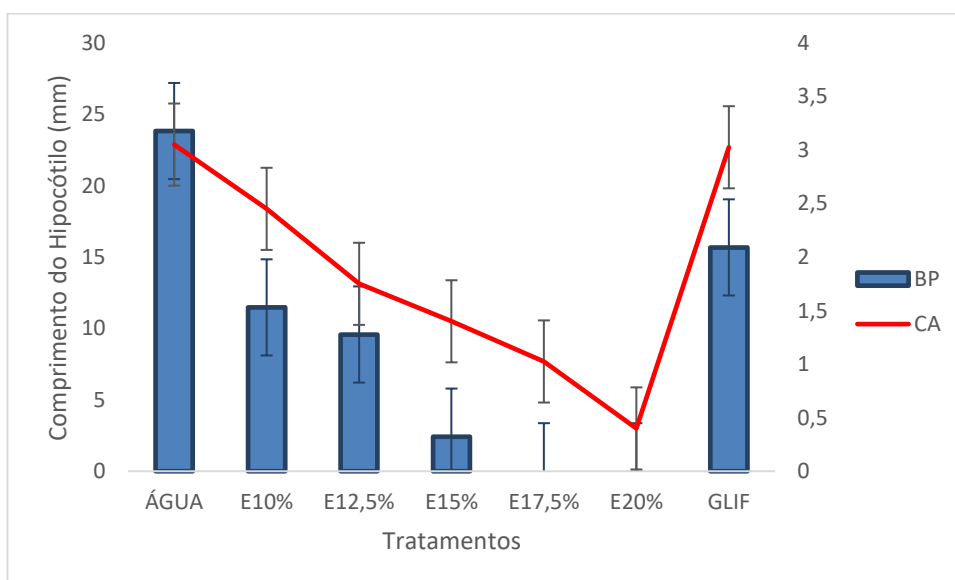
**Figura 25** - Média da variável Comprimento de Hipocótilo (CH) frente às duas espécies receptoras CA e BP.



Letras diferentes significam que as médias são diferentes com 95% de significância.

Ao avaliar a interação de cada espécie receptora na Figura 26, percebe-se um comportamento bem distinto entre ambas. Para a BP, o CH foi afetado pelos tratamentos E15, E17,5 e E20%, os quais se diferiram significativamente dos demais tratamentos.

**Figura 26** - Interação Espécie vs. Tratamento para a variável Comprimento de Hipocótilo (CH).



Em relação à espécie receptora CA, apesar do tratamento E20% ter sido o que mais apresentou inibição do crescimento do hipocótilo, as amostras de extrato pirolenhoso não apresentaram diferença estatística significativa.

Em uma revisão, Li et al. (2010), relatam que árvores de *Eucalyptus* apresentam compostos aleloquímicos em todas as suas partes, sendo identificados compostos alelopáticos nos lixiviados da casca, folhas frescas e serapilheira de *E. tereticornis*, *E. camaldulensis*, *E. polycarpa* e *E. microtheca*. Os compostos responsáveis pela atividade alelopática foram identificados como sendo fenólicos, entre eles, ácidos *p*-cumárico, gálico, gentísico, *p*-hidroxibenzóico, siríngico e vanílico, além do catecol (GHAFAR et al. 2000). É importante destacar que na análise cromatográfica dos extratos pirolenhosos foram identificados alguns desses compostos como o ácido vanílico e o catecol, fortalecendo a possibilidade de utilização desses extratos no controle de plantas daninhas.

Relatos na literatura também apontam derivados de Imidazol como compostos com atividade alelopática, como por exemplo, o ácido 2-[4,5-dihidro-4-metil-4-(1-metiletil)-5-oxo1H-imidazol-2-il]-5-etilpiridina carboxílico (CUSATI, 2015). Neste estudo, foi observado também a presença de um derivado de Imidazol, o 4,5-dimetil-1H-Imidazol (26,64%) no EDS - CLOROFÓRMIO, podendo ser um indicativo de composto envolvido na atividade alelopática. O outro composto a ser ressaltado, é o fenol identificado também no EDS - CLOROFÓRMIO como um dos componentes majoritários (19,41%) e, segundo Mácias (2019), fenólicos simples também têm funções alelopáticas relevantes como herbicidas e fungicidas. Além do fenol, derivados fenólicos foram identificados na composição do EDS - HEXANO, 2-metil-Fenol (0,56%), 2-metóxi-Fenol (2,48%), 3,4-dimetil-Fenol (0,46%), 2-metóxi-4-metil-Fenol (2,53%), *p*-Etil-Guaiacol (1,51%), Pirogalol (0,78%), 3,5-dimetóxi-4-hidróxi-Tolueno (0,79%), 5-tert-butil-Pirogalol (1,65%), e do EDS - CLOROFÓRMIO, 2-metil-Fenol (1,85%), 3-metil-Fenol (1,92%) e *o*-Guaiacol (0,83%), constituindo-se dessa forma, também em potenciais compostos com atividade alelopática.

## 5.6 Conclusão

O extrato pirolenhoso obtido a partir da queima da madeira *E. grandis*, apresentou rendimento gravimétrico de 4,19%. O EB foi submetido a dois processos de purificação, a decantação (ED) e a destilação (EDS).

Todas as amostras foram particionadas com a utilização dos solventes *n*-hexano e clorofórmio (grau espectroscópico), a fim de serem feitas análises cromatográficas por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas.

A partir da análise dos cromatogramas e dos espectros de massas foi possível identificar 113 compostos nos três extratos. É importante destacar que o extrato bruto apresenta em sua composição muitos compostos de alta toxicidade, como por exemplo fenólicos, derivados do furfural entre outros, o que evidencia a importância na realização dos processos de purificação que foram realizados neste trabalho. Observou-se que na composição dos extratos decantado e destilado esses compostos apresentam menores concentrações e/ou eles são inexistentes. Já ao comparar-se o extrato decantado e o destilado observa-se diferença na composição e/ou na concentração desses compostos. Sendo o destilado o que apresenta compostos considerados tóxicos em menor concentração.

Em função dessa característica, esse extrato (EDS), foi selecionado para a utilização nos testes alelopáticos. É importante ressaltar que a atividade alelopática não necessariamente está relacionada ao(s) composto(s) majoritário(s), faz-se necessário considerar, no caso deste trabalho, o EDS (sem a partição hexano, clorofórmio), que apresentou significativa atividade alelopática e apresenta em sua composição química um *pool* de compostos orgânicos diferentes e com concentrações variadas.

A partir da observação dos resultados obtidos nos testes alelopáticos de germinação considera-se que o extrato pirolenhoso a 20% pode ser considerado como promissor em novos estudos de alelopatia.

O presente trabalho traz contribuições importantes acerca desse subproduto que ainda é pouco estudado e utilizado, e como trabalhos futuros sugere-se o isolamento das substâncias presentes no extrato pirolenhoso destilado (EDS) a fim de testá-las para avaliar seu potencial alelopático individualmente.

## Referências

ALBUQUERQUE, Jehan Serafim de. Produção de carvão vegetal: desafios e oportunidades. Inflor, 2019. Disponível em: <<https://www.inflor.com.br/producao-de-carvao-vegetal-desafios-e-oportunidades/>>. Acesso em 20 de novembro de 2021.

ALVES, Carlos Roberto. **Utilização de frações de alcatrão vegetal na síntese de resinas fenólicas para substituição parcial de fenol e formaldeído**. 2003. Tese (Doutorado em Ciências Florestais) - Universidade Federal do Paraná, 2003.

ALMEIDA, Raquel Silveira Ramos. **Potencial do extrato pirolenhoso da madeira de eucalipto como agente conservante de cosméticos e saneantes**. 2012. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade de São Paulo, 2012.

De AMORIM, V. da S. S.; MONTEIRO, K. M. S.; SOUSA, G. O.; DAMASCENA, J. F.; PEREIRA, J. A.; MORAES, W. dos S. Os benefícios ambientais do plantio de eucalipto: revisão da literatura. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 11, 2021.

ANVISA, Monografia da espécie *Bidens Pilosa* (Picão-preto). Ministério da Saúde, 2015.

ARAÚJO, E. S.; PIMENTA, A. S.; FEIJÓ, F. M. C.; CASTRO, R. V. O.; FASCIOTTI, M.; MONTEIRO, T. V. C.; DE LIMA, K. M. G. Antibacterial and antifungal activities of pyroligneous acid from wood of *Eucalyptus urograndis* and *Mimosa tenuiflora*. **Journal of Applied Microbiology**, v.124, n. 1, p. 85–96, 2018.

BARBOSA, Cecília Soares. **Avaliação alelopática e caracterização fitoquímica do extrato em diclorometade de folhas de *Curatella americana* L. (Lixeira)**. 2011. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Uberlândia, 2011.

BRITO, J. O.; TRUGILHO, P. F.; MELO, I. C. N. A.; PROTÁSIO, T. P.; ANDRADE, C. R.; JÚNIOR, A. F. D. Pirólise e subprodutos da madeira de espécies do semiárido brasileiro. **Scientia Forestalis**, v. 46, n. 117. p. 65-76, 2018.

CAMPOS, A. D. Informação Técnica sobre Extrato Pirolenhoso. **Circular Técnica 177 - Embrapa**, 2018.

CARVALHO, L. B. **Herbicidas**. 1º Edição. [s.l]. 2013.

CAMPOS A. D. Técnicas para Produção de Extrato Pirolenhoso para Uso Agrícola. **Circular Técnica 65 - Embrapa**, 2007.

CUSATI, Raphael Campos. **Síntese e fitotoxicidade de 1,2,4,5-tetraoxanos e análise estrutural de 1,2,4-trioxolanos**. 2015. Tese (Doutorado em Agroquímica) Universidade Federal de Viçosa, 2015.

DALMOLIN, S. F.; PERSEL, C.; CRUZ-SILVA, C. T. A. Alelopatia de capim-limão e sálvia sobre a germinação de picão preto. **Cultivando o Saber**, v. 5, n. 3, p. 176-189, 2012.

ENCARNAÇÃO, F. Redução do impacto ambiental na produção de carvão vegetal e obtenção do ácido pirolenhoso como alternativa para proteção de plantas. **Agroecológica e Desenvolvimento Rural Sustentável**, v. 2, n. 4, p. 2–5, 2001.

FERREIRA, N. R.; DE MEDEIROS, R. B.; SOARES, G. L. G. Potencial alelopático do capim-annoni-2 (*Eragrostis plana* Nees) na germinação de sementes de gramíneas perenes estivais. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 30, 2, p. 43–50, 2008.

FLORESTAL, I. M. Estudo para o aproveitamento dos extratos pirolenhosos e as suas aplicações agrícolas. [s.l] 2014.

GHAFFAR, A.; SALEEM, B.; QURESHI, M. J. Allelopathic effects of sunflower (*Helianthus annuus* L.) on germination and seedling growth of wheat (*Triticum aestivum* L.). **Pakistan Journal of Biological Sciences**, v. 3, n. 8, p. 1301-1302, 2000.

GOULART, I. C. G. R.; MEROTTO JUNIOR, A.; PEREZ, N. B.; KALSING, A. Controle

de capim-annoni-2 (*Eragrostis plana*) com herbicidas pré-emergentes em associação com diferentes métodos de manejo do campo nativo. **Planta Daninha**, v. 27, n. 1, p. 181–190, 2009.

GOULART, I. C. G. R.; NUNES, A. L.; KUPAS, V.; MEROTTO JUNIOR, A. Interactions among herbicides and safeners for the south african lovegrass control in natural grassland. **Ciência Rural**, v. 42, n. 10, p. 1722–1730, 2012.

HENDGES, Ana Paula Palaro Klein. **Diterpenos e Atividade Alelopática das Raízes de *Eragrostis plana* Nees (CAPIM ANNONI-2)**. 2020. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal do Paraná, 2020.

IBGE. Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura 2020. **Informativo IBGE**, v. 35, p. 1-8, 2020.

LI, Z.; WANG, Q.; RUAN, X.; PAN, C.; J, D. Phenolics and Plant Allelopathy. **Molecules**, v. 15, p. 8933-8952, 2010.

MA, C.; SONG, K.; YU, J.; YANG, L.; ZHAO, C.; WANG, W.; ZU, G., ZU, Y. Pyrolysis process and antioxidant activity of piroligneous acid from *Rosmarinus officinalis* leaves. **J. of Anal. and Appl. Pyrolysis**, v. 104, p. 38-47, 2013.

MACÍAS, F. A.; MEJÍAS, F. J.; MOLINILLO, J. M. Recent advances in allelopathy for weed control: from knowledge to applications. **Pest Manag. Sci.**, v. 75, p. 2413 - 2436, 2019.

MARTINS, A. F.; DINIZ, J.; STAHL, J. A. CARDOSO, A. L. Caracterização dos produtos líquidos e do carvão da pirólise de serragem de eucalipto. **Química Nova**, v. 30, p. 873- 878, 2007.

MENIN, Martha. **Extrato metanólico de raízes de *Piper tuberculatum* e piplartina – verificação de atividade alelopática para potencial aplicação em processos biotecnológicos**. 2020. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2020.



MIYASAKA, S.; OHKAWRA, T.; UTSUMI, B. **Boletim Agroecológico: O ponto de encontro da Agroecologia**. São Paulo, n. 14, p. 17, 1999.

*Norma APAN*. (n.d.). 2–7.

PARANÁ COOPERATIVO. SILVICULTURA: Florestas plantadas no Brasil somam 9,3 milhões de hectares em 2020. Sistema Ocepar 2021. Disponível em: <<https://www.paranacooperativo.coop.br/ppc/index.php/sistema-ocepar/comunicacao/2011-12-07-11-06-29/ultimas-noticias/137103-silvicultura-florestas-plantadas-no-brasil-somam-93-milhoes-de-hectares-em-2020>>. Acesso em 20 de novembro de 2021.

PIMENTA, A. S.; FASCIOTTI, M.; MONTEIRO, T. V. C.; LIMA, K. M. G. Chemical composition of pyroligneous acid obtained from eucalyptus GG100 clone. **Molecules**, v. 23, n. 2, p. 1–12, 2018.

PREDES, R. C.; HOLANDA, L.; DE, ANA, S; GOULART, A. E. Atividade do extrato pirolenhoso sobre lagartas de *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Revista Brasileira de Agroecologia**. v. 9, n. 3, p. 84–89, 2014.

ROMAN, E. S.; VARGAS, L.; RIZZARDI, M.; HALL, L.; BECJIE, H.; M. THOMAS, W. **Como Funcionam Os Herbicidas: da biologia à aplicação**. 152p. Gráfica Editora Berthier, 2005.

RUGARE, J. T.; PIETERSE, P. J.; MABASA, S. Allelopathic of Green Manure Cover Crops on Germination and Early Seedling Development of Goose Grass [*Eleusine indica* (L.) Gaertn] and Blackjack (*Bidens pilosa* L.). **International Journal of Agronomy**, v. 2021, p. 13, 2021.

SANTOS, J. B.; CURY, J. P. Picão-preto: uma planta daninha especial em solos tropicais. **Planta Daninha**, v. 29, p. 1159-1171, 2011.

SCHNITZER, J. A.; DE FARIA, R. T.; VENTURA, M. U.; SORACE, M. Substratos de

extrato pirolenhoso no cultivo de orquídeas brasileiras *Cattleya intermedia* e *Miltonia clowesii* (Orchidaceae). **Acta Scientiarum - Agronomy**, v. 32, n. 1, p. 139–143, 2010.

SCHNITZER, J. A.; SU, M. J.; VENTURA, M. U.; DE FARIA, R. T. Doses de extrato pirolenhoso no cultivo de orquídea. **Revista Ceres**, v. 62, n. 1, p. 101–106, 2015.

SENA, M. M. F.; DE ANDRADE, A. M.; DE THODE FILHO, S.; SANTOS, F. R. DOS; PEREIRA, L. F. Potencialidades Do Extrato Pirolenhoso: Práticas De Caracterização. **Revista Eletrônica Em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, v. 18, p. 41–44, 2015.

Da SILVA, D. W.; CANEPELLE, E.; WRITZL, T. C.; STEFFLER, A. D.; STEIN, J. E. S.; GUERRA, D.; Da SILVA, D. M.; REDIN, M. Efeito do extrato pirolenhoso no desenvolvimento inicial de plantas de milho e feijão. **Revista Eletrônica Científica da UERGS**, v. 7, n. 01, p. 93-102, 2020.

da SILVEIRA, César Martoreli. **Influência do extrato pirolenhoso no desenvolvimento e crescimento de plantas de milho**. 2010. Tese (Doutorado em Agronomia) - Universidade Estadual Paulista, 2010.

de SOUSA, Adriano Freitas. **Catalisadores de Ru/C e Bimetálicos de Ni e Fe: Aplicação na conversão de derivados da biomassa, destacando os compostos furânicos**. 2018. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal do Ceará, 2018.

de SOUZA SILVA, S. I.; PIMENTA, A. S.; MIRANDA, N. O.; LOURENÇO, Y. B. C.; DE SOUZA, E. C. Wood vinegar inhibits emergence and initial growth of leucaena (*Leucaena leucocephala* Lam./ de Wit) seedlings. **Agriculturae Conspectus Scientificus**, v. 85, n. 2, p. 153-158, 2020.

SOUZA, J. B.; RÉ-POPPI, N.; RAPOSO, J. L. Jr. Characterization of Pyrolygneous Acid used in Agriculture by Gas Chromatography-Mass Spectrometry. **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 23(4), p. 610-617, 2012.

SPOKAS, K. A.; NOVAK, J. M.; STEWART, C. E.; CANTRELL, K. B.; UCHIMIYA, M.; DUSAIRE, M. G.; RO, K. S. Qualitative analysis of volatile organic compounds on biochar. **Chemosphere**, v. 85, p. 869-682, 2011.

TRUGILHO, P.F; SILVA, D.A. Influência da temperatura final de carbonização nas características físicas e químicas do carvão vegetal de jatobá (*Himenea courbaril* L.). **Scientia Agrária**, v.2, n.1-2, p.45-53, 2001.

VIEIRA, R. P.; MOKOCHINSKI, J. B.; PALMA, L. C.; LIDOINO, V. G.; HALASZ, M. R. T. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO EXTRATO PIROLENHOSO ORIUNDO DA CARBONIZAÇÃO p. 14894-14901. In: **Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química - COBEQ**. 2014. [Blucher Chemical Engineering Proceedings, v.1, n.2]. São Paulo: Blucher, 2015.

VILLAS, M.; BANDERALLI, M.; Como e porque medir a Condutividade Elétrica (CE) com sondas multiparâmetros? 2013. Disponível em: <<https://www.agsolve.com.br/noticias/como-e-porque-medir-a-condutividade-eletrica-ce-com-sondas-multiparametros>>. Acesso em: 20 de novembro de 2021.

ZANUNCIO, A. J. V; LIMA, J. T.; MONTEIRO, T. C.; TRUGILHO, P. F.; LIMA, F. S. Secagem ao ar livre da madeira para produção de carvão vegetal. **Floresta e Ambiente**, v. 21, n. 3, p. 401-408, 2014.

ZEFERINO, I.; LIMA, E. A. DE. Uso do extrato pirolenhoso como adjuvante de herbicida. **Comunicado Técnico 429 - Embrapa**, 2018.

WEI, Q.; MA, X.; DONG, J. Preparation, chemical constituents and antimicrobial activity of pyrolytic acids from walnut tree branches. **J. of Anal. and Appl. Pyrolysis**, v. 87, p. 24-28, 2010.