

REPUBLIKA HRVATSKA
SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU
FAKULTET AGROBIOTEHNIČKIH ZNANOSTI OSIJEK

Ivan Paponja

**EKOLOŠKI PRIHVATLJIVE METODE U ZAŠTITI RAZLIČITIH
VRSTA I SORATA ŽITARICA OD SKLADIŠNIH ŠTETNIKA**

DOKTORSKI RAD

Osijek, 2025

REPUBLIKA HRVATSKA
SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU
FAKULTET AGROBIOTEHNIČKIH ZNANOSTI OSIJEK

Ivan Paponja

**EKOLOŠKI PRIHVATLJIVE METODE U ZAŠTITI RAZLIČITIH
VRSTA I SORATA ŽITARICA OD SKLADIŠNIH ŠTETNIKA**

- Doktorski rad -

Osijek, 2025

REPUBLIKA HRVATSKA
SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU
FAKULTET AGROBIOTEHNIČKIH ZNANOSTI OSIJEK

Ivan Paponja, mag. ing. agr.

**EKOLOŠKI PRIHVATLJIVE METODE U ZAŠTITI RAZLIČITIH
VRSTA I SORATA ŽITARICA OD SKLADIŠNIH ŠTETNIKA**

- Doktorski rad -

Mentor: prof. dr. sc. Anita Liška, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek

Povjerenstvo za ocjenu doktorskog rada:

- 1. dr. sc. Vlatka Rozman, redovita profesorica u trajnom izboru, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijeku, predsjednica**
- 2. dr. sc. Renata Baličević, redovita profesorica u trajnom izboru, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijeku, član**
- 3. dr. sc. Ivica Beraković, znanstveni suradnik, Poljoprivredni institut Osijek, član**

Osijek, 2025

REPUBLIKA HRVATSKA
SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU
FAKULTET AGROBIOTEHNIČKIH ZNANOSTI OSIJEK

Ivan Paponja

**EKOLOŠKI PRIHVATLJIVE METODE U ZAŠTITI RAZLIČITIH
VRSTA I SORATA ŽITARICA OD SKLADIŠNIH ŠTETNIKA**

- Doktorski rad -

Mentor: prof. dr. sc. Anita Liška, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek

**Javna obrana doktorskog rada održana je 10. listopada 2025. pred Povjerenstvom za
obranu:**

- 1. dr. sc. Vlatka Rozman, redovita profesorica u trajnom izboru, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijeku, predsjednik**
- 2. dr. sc. Renata Baličević, redovita profesorica u trajnom izboru, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijeku, član**
- 3. dr. sc. Ilica Beraković, znanstveni suradnik, Poljoprivredni institut Osijek, član**

Osijek, 2025

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Doktorski rad

Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek

Doktorski studij: Poljoprivredne znanosti

Modul: Zaštita bilja

UDK:

Znanstveno područje: Biotehničke znanosti

Znanstveno polje: Poljoprivreda

Ekološki prihvatljive metode u zaštiti različitih vrsta i sorata žitarica od skladišnih štetnika

Ivan Paponja

Doktorski rad je izrađen na Sveučilištu Josipa Jurja Strossmayera Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek.

Mentor: prof. dr. sc. Anita Liška; Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek

Cilj istraživanja je bio poboljšati komercijalnu dijatomejsku zemlju (DZ) SilicoSec® dodatkom biljnih tvari (praha lovora, kukuruznog ulja i eteričnog ulja lavandina) i inertnog praha (silika gela), te pomoću takve prirodne formulacije ponuditi optimalno rješenje za zaštitu merkantilne i sjemenske zrnate robe od najznačajnijih skladišnih štetnika, rižinog žiška *Sitophilus oryzae* (L.), žitnog kukuljičara *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) i kestenjastog brašnara *Tribolium castaneum* (Herbst). Prema dobivenim rezultatima formulacija N Form je imala značajno insekticidno djelovanje za sve tri vrste kukaca, postigavši 100 %-tni mortalitet gotovo u svim tretmanima na ječmu, kukuruzu i na pšenici, nakon 7 ili 14 dana ekspozicije, te je utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane. Uočene su razlike u djelotvornosti formulacije na različitim vrstama žitarica, ali i između sorata, odnosno hibrida. Za sve tri vrste kukaca, insekticidna djelotvornost N Form je bila najjača na ječmu, zatim na kukuruzu, te najslabija na pšenici. Nakon 6 mjeseci, formulacija N Form je postigla zadovoljavajuću zaštitu tretiranog zrna protiv sve tri ispitivane vrste kukaca, pri čemu je potpuno zaustavljen razvoj inicijalne populacije kukaca na kukuruzu (merkantilnom i hibridima OSSK 596 i OSSK 617), pšenici (sorta Anđelka) i ječmu (sorta Bingo). U odnosu na DZ SilicoSec®, formulacija N Form je gotovo u svim tretmanima u laboratorijskim uvjetima, imala jače i brže insekticidno djelovanje na sve tri vrste kukaca, kao i u pojedinim tretmanima u skladišnim uvjetima. Prema dobivenim rezultatima, razvijena prirodna formulacija N Form postigla je zadovoljavajuću razinu djelotvornosti za najznačajnije vrste skladišnih kukaca, postigavši produženu zaštitu pšenice, ječma i kukuruza tijekom 6 mjeseci skladištenja, a istovremeno bez značajnijeg utjecaja na kvalitetu tretiranih žitarica.

Broj stranica: 143

Broj slika: 17

Broj tablica: 36

Broj literaturnih navoda: 121

Jezik izvornika: hrvatski

Ključne riječi: inertna prašiva, biljne tvari, skladišni štetnici, pšenica, ječam, kukuruz

Datum obrane: 10. listopada 2025

Povjerenstvo za obranu:

1. prof. dr. sc. Vlatka Rozman, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek – predsjednik
2. prof. dr. sc. Renata Baličević, Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek – član
3. dr. sc. Ilica Beraković, Poljoprivredni institut Osijek – član

Doktorski rad je pohranjena u:

Nacionalnoj i sveučilišnoj knjižnici, Gradskoj i sveučilišnoj knjižnici Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku.

BASIC DOCUMENTATION CARD

University of Josip Juraj Strossmayer in Osijek

PhD thesis

Faculty of Agrobiotechnical Sciences Osijek

Doctoral study: Agricultural sciences

Course: Plant protection

UDK:

Scientific Area: Biotechnical Sciences

Scientific Field: Agriculture

Eco-friendly methods for protecting different species and varieties of cereals from storage pests

Ivan Paponja

Thesis performed at University of Josip Juraj Strossmayer in Osijek Faculty of Agrobiotechnical Sciences Osijek.

Supervisor: Prof. Dr. Anita Liška, Faculty of Agrobiotechnical Sciences Osijek

The aim of this research was to improve the commercial diatomaceous earth (DE) product SilicoSec® by supplementing it with plant-based substances (bay leaf powder, corn oil, and lavandin essential oil) and an inert powder (silica gel). The goal was to develop a natural formulation that offers an optimal solution for protecting stored grain and seed commodities from the most significant storage pests: the rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.), the lesser grain borer (*Rhyzopertha dominica* Fabricius), and the red flour beetle (*Tribolium castaneum* Herbst). According to the results obtained, the N Form formulation showed significant insecticidal activity against all three insect species, achieving 100% mortality in nearly all treatments on barley, maize, and wheat after 7 or 14 days of exposure. It also significantly reduced the offspring of all three insect species compared to the control treatments. Differences in the effectiveness of the formulation were observed across different grain types, as well as among specific varieties or hybrids. For all three insect species, the insecticidal efficacy of N Form was highest on barley, followed by maize, and lowest on wheat. After six months, the N Form formulation provided satisfactory protection of the treated grain against all three tested insect species, completely halting the development of the initial insect populations on maize (both commercial grain and hybrids OSSK 596 and OSSK 617), wheat (variety Andelka), and barley (variety Bingo). Compared to DE SilicoSec®, the N Form formulation demonstrated stronger and faster insecticidal action against all three insect species in almost all laboratory treatments, as well as in some storage condition treatments. Based on the results obtained, the developed natural formulation N Form achieved a satisfactory level of efficacy against the most important storage insect species, providing prolonged protection of wheat, barley, and maize over a six-month storage period, without significantly affecting the quality of the treated grains.

Number of pages: 143

Number of figures: 17

Number of tables: 36

Number of references: 121

Original in: Croatian

Key words: inert dusts, plant substances, stored pests, wheat, barley, corn

Date of the thesis defense: 10th October 2025

Reviewers:

1. Prof. Dr. Vlatka Rozman, Faculty of Agrobiotechnical Studies – chair
2. Prof. Dr. Renata Baličević, Faculty of Agrobiotechnical Studies – member
3. PhD Ivica Beraković, Agricultural Institute Osijek – member

Thesis deposited in:

The National and University Library, the City and University Library, and the Josip Juraj Strossmayer University in Osijek.

KAZALO

1.	UVOD	1
1.1.	Pregled literature	4
1.1.1.	Prednosti i nedostaci primjene dijatomejske zemlje u zaštiti uskladištenih žitarica	4
1.1.2.	Mogućnosti poboljšanja djelotvornosti dijatomejske zemlje	8
1.1.3.	Procjena djelotvornosti formulacija dijatomejske zemlje u realnim skladišnim uvjetima	10
1.2.	Cilj istraživanja	12
2.	MATERIJAL I METODE RADA	13
2.1.	Materijal rada	13
2.1.1.	Prašiva	13
2.1.2.	Biljni materijal	14
2.1.3.	Test kukci	16
2.2.	Metode rada	19
2.2.1.	Priprava formulacije N Form	19
2.2.2.	Uzgoj test kukaca	20
2.2.3.	Insekticidna djelotvornosti formulacije N Form u laboratorijskim uvjetima	20
2.2.4.	Insekticidna djelotvornost formulacije N Form u skladišnim uvjetima	22
2.2.5.	Utjecaj formulacije N Form na kvalitetu tretirane robe	23
2.2.6.	Statistička obrada podataka	24
3.	REZULTATI ISTRAŽIVANJA	25
3.1.	Aktivnost formulacije N Form u laboratorijskim uvjetima	25
3.1.1.	Insekticidno djelovanje formulacije N Form na kukuruzu	25
3.1.1.1.	Tretman na merkantilnom kukuruzu	25
3.1.1.2.	Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 596	29
3.1.1.3.	Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 617	33
3.1.1.4.	Tretman na kukuruzu hibrid Drava 404	37
3.1.1.5.	Letalne koncentracije formulacije N Form za vrste <i>R. dominica</i> , <i>S. oryzae</i> i <i>T. castaneum</i> u tretmanima na kukuruzu hibrida Drava 404, OSSK 596 i OSSK 617	41

3.1.1.6.	Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između hibrida kukuruza	43
3.1.2.	Insekticidno djelovanje formulacije N Form na pšenici	45
3.1.2.1.	Tretman na merkantilnoj pšenici	45
3.1.2.2.	Tretman na pšenici sorta Anđelka	50
3.1.2.3.	Tretman na pšenici sorta Klasan	54
3.1.2.4.	Tretman na pšenici sorta Vulkan	58
3.1.2.5.	Letalne koncentracije formulacije N Form za vrste <i>R. dominica</i> , <i>S. oryzae</i> i <i>T. castaneum</i> u tretmanima na pšenici sorata Anđelka, Klasan i Vulkan	64
3.1.2.6.	Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između sorata pšenice	66
3.1.3.	Insekticidno djelovanje formulacije N Form na ječmu	68
3.1.3.1.	Tretman na merkantilnom ječmu	68
3.1.3.2.	Tretman na ječmu sorta Lord	72
3.1.3.3.	Tretman na ječmu sorta Lukas	76
3.1.3.4.	Tretman na ječmu sorta Bingo	80
3.1.3.5.	Letalne koncentracije formulacije N Form za vrste <i>R. dominica</i> , <i>S. oryzae</i> i <i>T. castaneum</i> u tretmanima na ječmu sorti Lord, Lukas i Bingo	85
3.1.3.6.	Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između sorata ječma	87
3.2.	Aktivnost formulacije N Form u skladišnim uvjetima	89
3.2.1.	Aktivnost formulacije N Form u tretmanu na kukuruzu	89
3.2.1.1.	Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 596	89
3.2.1.2.	Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 617	91
3.2.1.3.	Tretman na merkantilnom kukuruzu	93
3.2.1.4.	Mikroklimatski čimbenici tijekom čuvanja kukuruza	95
3.2.2.	Aktivnost formulacije N Form u tretmanu na ječmu	96
3.2.2.1.	Tretman na ječmu sorta Bingo	96
3.2.2.2.	Tretman na merkantilnom ječmu	98
3.2.2.3.	Mikroklimatski čimbenici tijekom čuvanja ječma	100
3.2.3.	Aktivnost formulacije N Form na pšenici	101
3.2.3.1.	Tretman na pšenici sorta Anđelka	101
3.2.3.2.	Tretman na merkantilnoj pšenici	103

3.2.3.3.	Mikroklimatski čimbenici tijekom čuvanja pšenice	105
3.3.	Utjecaj formulacije N Form na kvalitetu zrnate robe	106
3.3.1.	Utjecaj formulacije N Form na sjetvene karakteristike sjemenske robe	106
3.3.2.	Utjecaj formulacije N Form na hektolitarsku masu pšenice, ječma i kukuruza	110
4.	RASPRAVA	112
4.1.	Djelotvornost formulacije N Form u zaštiti pšenice, ječma i kukuruza na tri vrste skladišnih kukaca u laboratorijskim uvjetima	112
4.2.	Djelotvornost formulacije N Form ovisno o vrsti i sorti, odnosno hibridu tretiranih žitarica	116
4.3.	Djelotvornost formulacije N Form u zaštiti pšenice, ječma i kukuruza na tri vrste skladišnih kukaca u skladišnim uvjetima	119
4.4.	Utjecaj formulacije N Form na kvalitetu pšenice, ječma i kukuruza	121
5.	ZAKLJUČCI	124
6.	LITERATURA	126
7.	SAŽETAK	140
8.	SUMMARY	142
	ŽIVOTOPIS	

1. UVOD

Sigurnost hrane i proizvodnja dovoljne količine hrane predstavljaju sve veći globalni problem. S obzirom na trenutnu procjenu brojnosti stanovništva, očekuje se porast od 9 milijardi ljudi u sljedećih 40 godina (World Populations Prospects, 2019). Osim sve veće potrebe za proizvodnim kapacitetima, s druge strane suočeni smo sa sve većom neizvjesnošću u samoj proizvodnji hrane. Globalno zatopljenje i sve češći ekstremni uvjeti će u dogledno vrijeme imati sve veći utjecaj na kvalitetu poljoprivrednih proizvoda te dugotrajnost i uspješnost njihova čuvanja (Gerken i Morrison, 2022, FAO, 2022). Uskladišteni poljoprivredni proizvodi skloni su kontaminaciji i oštećenju djelovanjem različitih abiotičkih i biotičkih čimbenika tijekom duljeg razdoblja skladištenja. Ako izuzmemo gubitke nastale prirodnim promjenama, koje se odvijaju tijekom skladištenja poljoprivredne robe, kao što su prirodno sušenje zrna, disanje i drugi fiziološki procesi, među biotičkim čimbenicima, kukci, grinje glodavci, ptice i mikroorganizmi uzrokuju ogromne gubitke tijekom skladištenja (Guru i sur., 2022).

Veliki problem u posliježetvenom procesu predstavljaju štetni kukci koji mogu uzrokovati značajne gubitke u kvaliteti, kvantiteti, kao i pad ekonomske i nutritivne vrijednosti poljoprivrednih proizvoda. Procjenjuje se kako posliježetveni gubici, nastali djelovanjem skladišnih kukaca, mogu doseći od 30% do 35% gubitaka uskladištene poljoprivredne robe godišnje (Kedia i Dubey, 2018). Prema Abbasu i sur. (2014), veliki kukuljičar *Prostephanus truncatus* (Horn) uzrokovao je 57% gubitaka nakon šest mjeseci skladištenja kukuruza, nakon kojeg su po štetnosti slijedili žitni žižak *Sitophilus granarius* (L.) i žitni kukuljičar *Rhyzopertha dominica* (Fabricius).

Postoji više od 600 vrsta kornjaša, 70 vrsta moljaca i 355 vrsta grinja koji uzrokuju gubitke uskladištenih proizvoda biljnog i životinjskog podrijetla (Rajendran i Sriranjini, 2008). Ova široka arena štetnika rezultira značajnim kvantitativnim i kvalitativnim gubicima uskladištene robe. Pojedine vrste skladišnih kukaca koji uzrokuju štete na uskladištenoj robi dolaze s polja i naseljavaju se u skladišnim prostorima zbog povoljnih mikroklimatskih uvjeta. Nakon toga zadržavaju se tijekom skladištenja, prerade i transporta robe (Hagstrum i Phillips, 2017). Tijekom skladištenja, kretanje i širenje kukaca uglavnom se odvija putem transporta robe, a ponekad se šire i aktivnim letom, budući da su mnoge vrste kukaca vješti letači (Ridley i sur., 2011). Postoji više klasifikacija

skladišnih kukaca, no osnovna i ujedno najčešća klasifikacija temelji se prema načinu ishrane, a dijeli skladišne kukce na primarne i sekundarne vrste (Srivastava i Subramanian, 2016). Primarni štetnici uglavnom napadaju i oštećuju neoštećena zdrava zrna. Mogu uzrokovati ozbiljnu štetu na žitaricama i leguminozama i teško ih je kontrolirati jer se često uoče tek nakon što se populacija značajno poveća, kada je i šteta na proizvodima već učinjena. Naime, niži razvojni stadiji (jaje, ličinka i kukuljica) većine pripadnika ove skupine se razvijaju unutar zrna te su skriveni do razvoja odraslog stadija. S druge strane, sekundarni štetnici se najčešće hrane oštećenim zrnom, koje je ili napadnuto primarnim vrstama ili mehanički oštećenim (Bell, 2014). Preživljavaju na slomljenim zrnima, lomu ili sjemenkama korova. Šteta koju uzrokuju sekundarni štetnici može se lako prepoznati jer su njihovi životni stadiji vidljivi na samoj robi. Pored različitih hranidbenih preferencija, u praksi je uobičajena prisutnost više skupina kukaca istovremeno u istoj uskladištenoj robi te se mogu istovremeno održavati (Guru i sur., 2022).

Prisutnost skladišnih štetnika ne uzrokuje samo izravne gubitke nastale hranjenjem proizvodom, već obuhvaća znatno širi aspekt negativnih posljedica. One uključuju promjene nutritivne vrijednosti i kemijskog sastava, pojavu neugodnih mirisa, narušavanje kvalitete gotovih proizvoda, te širenje mikroorganizama i njihovih toksina s posljedičnim zdravstvenim rizicima. Kukci dodatno doprinose kontaminaciji ostacima tijela i presvlaka razvojnih stadija, što nerijetko izaziva alergijske reakcije kod ljudi i životinja. Svojim metabolizmom također povećavaju vlagu i temperaturu uskladištenih proizvoda, čime stvaraju povoljne uvjete za razvoj plijesni koje proizvode mikotoksine (Rajendran, 2020).

Suzbijanje skladišnih kukaca najbolje se postiže integriranim pristupom primjenjujući kemijske, fizikalne i biološke metode (Phillips i Throne, 2010). Međutim, u praksi se još uvijek snažno oslanja na primjenu kemijskih insekticida (Hertlein i sur., 2011). Nekontrolirana primjena kemijskih pesticida u poljoprivredi doprinosi onečišćenju tla, voda i zraka te gubitak bioraznolikosti, utječe na pojavu rezistentnosti i može naštetiti neciljanim organizmima i ljudskom zdravlju (Rani i sur., 2021; Silva i sur., 2022).

Svjesni ovih posljedica, Europska Komisija donosi niz odredbi unutar Europskog Zelenog Plana (European Green Deal, https://commission.europa.eu/strategy-and-policy/priorities-2019-2024/european-green-deal/delivering-european-green-deal_en) s ciljem smanjenja upotrebe kemijskih pesticida za 50% do 2030. godine. U tom kontekstu, provedene su mjere za poboljšanje odredbi o integriranom upravljanju štetočinama (IPM)

te promoviranje sigurnih i alternativnih metoda zaštite usjeva i proizvoda. Također su donesene odredbe koje će olakšati stavljanje na tržište pesticida s biološkim aktivnim tvarima (Hamel i sur., 2020). No, iako ovaj cilj ima vrijednu namjeru smanjenja rizika po okoliš i ljudsko zdravlje, realizacija ovih aktivnosti izazvala je niz prijedloga, te je sama odredba postala simbol polarizacije. Kao rezultat toga, Europski Parlament je 2024. godine odbacio prijedlog (European Parliament, <https://www.europarl.europa.eu/legislative-train/spotlight-JD22/file-sustainable-use-of-pesticides-%E2%80%93-revision-of-the-eu-rules>). Iako Europska Komisija još nije predstavila nove inicijative, postoji snažna potreba za razvojem znanstvenih rješenja koja će se temeljiti na manje štetnim tvarima, a s druge strane, pružiti sigurnu i učinkovitu strategiju zaštite poljoprivrednih proizvoda u praksi.

1.1. Pregled literature

Pored mnogih izazova s kojima se suočavamo tijekom čuvanja poljoprivrednih proizvoda, skladišni štetnici predstavljaju jednu od značajnijih prijetnji u nastanku gubitaka. Stoga je od velike važnosti primjenjivati različite metode integrirane zaštite te razvijati nove, poboljšane mjere koje bi sačuvale kvalitetu uskladištenih proizvoda, spriječile ekonomske gubitke, te istovremeno smanjile opasnost od nepovoljnog utjecaja na okoliš i zdravlje ljudi.

Jedna od metoda koja zadovoljava ove kriterije je primjena dijatomejske zemlje (DZ) kao fizikalna mjera čuvanja uskladištenih žitarica. Dijatomejska zemlja pripada skupini inertnih prašiva koja je kemijski neaktivna u prirodi. Za zaštitu uskladištenih proizvoda od skladišnih kukaca koristi se direktno miješanjem sa zrnom (preventivno ili kurativno) ili se primjenjuje za tretiranje površine skladišnog prostora (mlinova, silosa i podnih skladišta) i industrijskih prerađivačkih pogona (Glasilo biljne zaštite, 2023).

Dijatomejska zemlja, poznata i kao dijatomit (silicijeva zemlja), prirodni je praškasti materijal koji se sastoji od fosiliziranih ostataka dijatomeja, vrsta mikroskopskih algi koje su živjele u slatkovodnim i morskim ekosustavima (Korunić, 2013). Dijatomeje su jednostanični organizmi koji imaju silikatne stijenke, a njihov najveći doprinos nastanku DZ leži upravo u tim silikatnim (kremenim) ljuskama koje se talože nakon što dijatomeje uginu. Tijekom milijuna godina, taloženje (akumulacija) se nastavlja i formira debele naslage silikatnih materijala pomiješanog s tlom i vegetacijskim materijalom (Ikusika i sur., 2019). Ova akumulacija se odvija tijekom geoloških vremenskih razdoblja, što znači da se DZ može nalaziti u sedimentima starim milijunima godina (Owen i sur., 2008). Fosilizirani ostaci dijatomeja uglavnom su građeni iz mineraliziranog silicijevog dioksida (SiO_2), s malim udjelom željeznog oksida (Fe_2O_3) i aluminijevog oksida (Al_2O_3). Visoko čista DZ je manje-više bjelkasto prašivo s visokim udjelom silikata (više od 80%), međutim boja varira ovisno u udjelu prisutnih nečistoća (Dhanker i sur. 2024).

1.1.1. Prednosti i nedostaci primjene dijatomejske zemlje u zaštiti uskladištenih žitarica

Jedna od glavnih prednosti DZ jest njezina netoksičnost za ljude i životinje. Budući da se sastoji uglavnom od prirodnih tvari (uglavnom amorfnog silicijskog dioksida), dijatomejska zemlja ne predstavlja kemijski rizik po zdravlje (ECHA CHEM baza, 2023, <https://echa.europa.eu/substance-information/-/substanceinfo/100.128.559>). To je

posebno važno kod primjene u zaštiti uskladištenih poljoprivrednih proizvoda i sirovina, gdje se minimizira rizik od kontaminacije žitarica opasnim tvarima. DZ ima nisku toksičnost za sisavce, dugotrajnu stabilnost i može se lako ukloniti iz tretiranih žitarica (Losic i Korunic, 2018). Osim toga, prisutnost čestica DZ u finalnom proizvodu, poput brašna ili krupice, ne mijenja svojstva kvalitete tijesta i pečenja (Korunić i sur., 1996; Korunić Z., 1998). Čak je u pojedinom istraživanju utvrđeno poboljšanje reoloških osobina pšenice tretirane DZ, naročito u povećanju energije tijesta (Bodroža-Solarov i sur., 2012).

Više od dva desetljeća DZ se koristi kao dodatak hrani za životinje i u veterinarskoj kontroli štetnika (Korunić Z., 1998), postupcima filtracije i apsorpcije u raznim industrijama (Dhanker i sur., 2024), te se koristi kao važni aditiv u mnogim medicinskim formulacijama (Ikusika i sur., 2019). Kao materijal, DZ je lako dostupna (Athanassiou i sur., 2011), prirodna nalazišta iz kojih se mogu izdvojiti DZ nalaze se gotovo posvuda (Galović i sur., 2017). Dijatomejska zemlja je vjerojatno najdjelotvornije prirodno prašivo koje se koristi kao insekticid (Athanassiou i sur., 2003).

Zbog svojih fizikalnih svojstava, DZ djeluje na kukce kontaktno. Sitne čestice (veliĉine 10 do 200 mikrona) se zalijepe za tijelo kukca i fizikalnim silama, najĉešće sorpcijom (zahvaljujući aktivnoj tvari SiO_2), a donekle i abrazijom, oštećuju voštani sloj na kutikuli kukca koji ga štiti od gubitka vlage iz tijela. Gubitak ili oštećenje voštanog sloja dovodi do dehidracije kukaca, te nakon određenog vremena, kukci ugibaju od isušenja (Ebeling, 1971, Romei i Schilman, 2024). Ovaj mehanizam ne ovisi o kemijskim reakcijama, zbog ĉega kukci ne razvijaju rezistentnost na DZ, što joj daje još jednu prednost u odnosu na sintetske insekticide. Kao inertno prašivo, DZ ne mijenja svoj sastav i nije podložna bržoj razgradnji, stoga omogućuje dugotrajnu zaštitu uskladištenih proizvoda bez potrebe za ĉestom primjenom (Obeng-Ofori, 2010; Korunić i sur., 2016).

Prve publikacije koje svjedoĉe o učinkovitosti DZ u zaštiti uskladištenih proizvoda datiraju još od prve polovice 20. stoljeća (Clavaret, R., 1930; Zacher i Kunike, 1931; Flanders, S.F., 1941). Tijekom posljednja tri desetljeća, insekticidna svojstva razliĉitih formulacija DZ uspješno su dokazana na razliĉitim grupama i vrstama ĉlankonožaca, te u razliĉitim uvjetima i naĉinima primjene, dajući uvid u prednosti primjene DZ (Desmarchelier i sur., 1987; Subramanyam and Roesli, 2000; Fields and Korunić, 2002; Rajasri i sur., 2014; Korunić i sur., 2016, Rigopoulou i sur., 2023; Romei i Schilman, 2024).

Pored značajnih prednosti, postoje i određeni nedostaci DZ radi kojih primjena ovog učinkovitog prirodnog insekticida nije u potpunosti našla širu primjenu u zaštiti većih količina uskladištenih žitarica, naročito kod velikih proizvodnih i prerađivačkih tvrtki. Naime, kako bi DZ bila visoko učinkovita, neophodna je aplikacija s povećanim koncentracijama, koje su često znatno više nego koncentracije konvencionalnih insekticida i nerijetko prelaze 1000 ppm (Subramanyam i sur., 2000; Athanassiou i sur., 2005; Korunić Z., 2016). Na taj način se stvara veća količina prašine koja se zadržava na proizvodu, te takva roba zahtjeva dodatno čišćenje prije obrade, osim toga veća količina prašine može uzrokovati zdravstvene probleme radnicima u vidu respiratornih poremećaja i oboljenja (Korunić i sur., 2006).

Jedna od najznačajnijih negativnih posljedica povećanih količina prašiva zaostalih nakon aplikacije, je narušavanje fizikalnih karakteristika zrnate robe (smanjenje hektolitarske mase i sipkosti zrna), što utječe na sniženje kvalitete žitarica, rezultirajući smanjenjem tržišne cijene robe.

Utvrđeno je kako čak i male koncentracije DZ, koje nemaju insekticidno djelovanje (10 do 50 ppm), mogu sniziti hektolitarsku masu pšenice (Korunić, Z., 2016). Primjerice, nakon tretmana sa DZ Celatom® MN-51 pri dozi od 400 ppm utvrđeno je sniženje hektolitarske mase pšenice za 7,3 kg hL⁻¹ u odnosu na netretiranu pšenicu. Istovremeno ta doza nije bila dovoljna za postizanje 100% smrtnosti testiranih vrsta kukaca (*Sitophilus oryzae*, L. 82%, *R. dominica* 88% i *Tribolium castaneum*, Herbst 34%) (Korunić i sur., 2020). Nakon aplikacije DZ koncentracijom od 500 ppm, zabilježeno je znatno sniženje hektolitarske mase na raži, pšenici i zobi (Paponja i sur., 2017). Uočeno je kako učinkovitija inertna prašiva pri nižim dozama jednako smanjuju hektolitarsku masu kao i manje učinkovita prašiva pri znatno većim dozama (Liška i sur., 2017). Nakon aplikacije, čestice DZ se zalijepe za površinu zrna, prostor između zrna se povećava, što utječe na promjenu sipkosti tretirane zrnate robe, naročito u sustavima mehaniziranog rukovanja robom (Zeni i sur., 2021). Jackson i Webley (1994) su utvrdili kako je sipkost kukuruza tretiranog s 0,5 g/kg DZ bila smanjena za oko 39%. Osim proizvođača žitarica, mlinsko prerađivačka industrija je također izrazila zabrinutost u vezi primjene DZ, budući da prisutnost čestica DZ u zrnu može oštetiti strojeve za mljevenje abrazivnim djelovanjem.

Usprkos neosporne vrijednosti DZ kao prirodnog insekticida, njena učinkovitost uvelike ovisi o biotičkim i abiotičkim čimbenicima. Zbog načina djelovanja na kukce, njihove visoke apsorpcijske moći, učinkovitost DZ značajno ovisi o vrijednostima

relativne vlage zraka u skladišnom prostoru (RVZ) i sadržaja vlage proizvoda. Stoga, u vlažnim uvjetima, DZ neće biti tako učinkovita kao u suhim uvjetima.

Autori Vayias i Athanassiou (2004) su testirali osjetljivost malog brašnara *Tribolium confusum* (Jacquelin du Val) na različite formulacije DZ i uočili kako se učinkovitost komercijalne DZ smanjivala s povećanjem razine RVZ sa 55% na 65%. Ovo je osobito važno za zaštitu žitarica, jer vrijednosti RVZ između 55% i 75% odgovaraju ekvivalentu od 10,5% do 14% vlage proizvoda, što predstavlja realni raspon RVZ i vlage proizvoda za dugotrajno skladištenje (Pixton i Warburton, 1971; Zeni i sur., 2021).

Osim vlage, temperatura je još jedan čimbenik koji može utjecati na djelovanje DZ u suzbijanju skladišnih štetnika. Za razliku od vlage, povišene vrijednosti temperature uglavnom pospješuju insekticidno djelovanje na vrste skladišnih štetnika, iako se i tu uočavaju razlike (Korunić, 2013). Utjecaj temperature je indirektan, obzirom da se pri višim temperaturama gubitak vode ubrzava. Osim toga, pri višim temperaturama pojačava se mobilnost kukaca te oni brže i više dolaze u kontakt sa česticama DZ. Uočeno je kako povišenjem temperature za 10 °C vrijednosti mortaliteta rastu sa 45% pri 22 °C na 100% pri 32 °C (Athanassiou i sur., 2005). Međutim postoje i dokazi kako se povišenjem temperature učinkovitost DZ smanjuje (Fields i Korunić, 2000; Athanassiou i sur., 2006).

Vrsta robe koja se tretira formulacijama DZ još je jedan važan aspekt koji treba razmotriti. Utvrđeno je kako fizikalne i morfološke karakteristike robe znatno utječu na djelotvornost DZ. Znanstvena istraživanja dokazuju kako je DZ manje učinkovita na kukuruzu nego na ostalim strnim žitaricama, kao što su pšenica, ječam i riža (Kavallieratos i sur., 2005; Athanassiou i Kavallieratos, 2005; Korunić Z., 2010). Autori Athanassiou i sur. (2003) su utvrdili značajne varijacije u djelovanju DZ SilicoSec® među različitim vrstama žitarica, naglašavajući kako je slabija djelotvornost utvrđena na kukuruzu nego na ječmu i neoljuštenoj riži. Uočeno je kako insekticidna učinkovitost DZ na *R. dominica* ovisi o sorti žitarice, pri čemu je najveća učinkovitost zabilježena na raži i pšenici, a najmanja na zobu (Paponja i sur., 2017). Korunić Z. (2010) navodi kako djelotvornost DZ Protect-It ovisi o vrsti robe i to s redoslijedom, od najjače do najslabije učinkovitosti na: pšenici > ječmu > zobu > riži u ljusci > kukuruzu > oljuštenoj riži. U tretmanima kod onih vrsta žitarica gdje je uočena jača djelotvornost DZ, uočeno je jače prijanjanje čestica DZ na površinu zrna čime je omogućena veća izloženost kukaca česticama prašiva. Uzrok jačem prijanjanju čestica pripisuje se različitim morfološkim karakteristikama zrna kao što je primjerice izbrazdanost zrna. Tako kod sorata s jače izraženim brazdama na površini zrna

ili robi s većim udjelom mehanički oštećenog zrna može se očekivati i veća djelotvornost DZ (Athanasious i sur., 2003).

Nadalje, kemijski sastav zrna također može utjecati na uspjeh insekticidnog tretmana, naime kod sorata s većim udjelom lipida, tretmani s DZ manje su djelotvorni (McGaughey (1972). Ovih primjeri dokazuju kako djelotvornost DZ može biti različita ne samo između različitih vrsta, nego i između različitih sorata i varijeteta unutar iste vrste žitarica.

Utvrđeno je kako djelotvornost različitih formulacija DZ nije ujednačena za sve vrste kukaca. Postoje vrste koje su manje ili više osjetljive na tretmane s DZ. Općenito *Tribolium* vrste su najotpornije, dok *Cryptolestes* pripadaju među najosjetljivijim vrstama na inertna prašiva (Korunić, 2016). Na efikasnost utječu brojni faktori kao što su sposobnost kukca da brže i više nadomjesti izgubljenu vodu metabolizmom hrane koju unose u organizam, manji gubitak vode kroz kutikulu, građa i debljina voštanog sloja kutikule, izbrazdanost i dlakavost kutikule, te način i brzina kretanja kroz tretiranu robu (Korunić, 2016, Korunić i sur., 2020; Zeni i sur., 2021; Agrafioti i sur., 2023).

1.1.2. Mogućnosti poboljšanja djelotvornosti dijatomejske zemlje

Do danas su provedena brojna istraživanja i objavljeni mnogi znanstveni radovi sa ciljem otkrivanja novih načina primjene DZ kako bi se omogućila šira primjena ovog sigurnog inertnog prašiva. Kako bi se smanjila koncentracija DZ koja ostavlja neželjene posljedice na kvalitetu žitarica, istraživanja su usmjerena na mogućnost primjene DZ zajedno s drugim insekticidnim metodama, kao što su ekstremne temperature (Dowdy, 1999; Frederick and Subramanyam, 2016), hlađenje zrna (Baliota i sur, 2021), sintetički insekticidi pri sniženim koncentracijama (Korunić, 2001; Chanbeng i sur., 2007; Wakil i sur., 2021) ili kombinacija s entomopatogenim gljivama (Sabbour i sur., 2014; Wakil i Schmidt, 2015; Rizwan i sur, 2019).

Postoji mogućnost kombiniranja visoko učinkovite DZ s nekim drugim prirodnim insekticidom koji ima drugačiji način djelovanja na kukce. Na taj način moguće je postići sinergijski učinak čime se značajno može pojačati djelotvornost mješavine uz niže koncentracije DZ (Korunić, 2014; Korunić i sur., 2020; Korunic i Fields, 2020; Paponja i sur., 2020).

Kao prirodni insekticidi, ističu se spojevi biljnog podrijetla koji su predmet brojnih znanstvenih istraživanja već nekoliko desetljeća (Belmain i sur., 2001; Pavela, 2016;

Pierattini i sur., 2019; Isman, 2020; Lengai i sur., 2020). Pojedini botanički pripravci imaju jednako djelovanje kao i sintetički insekticidi; primjerice neka eterična ulja imaju fumigantno djelovanje djelujući letalno za odrasle štetnike ili ometaju razvoj potomstva (Rozman i sur., 2007).

Prednost botaničkih pesticida se ogleda u neškodljivosti za ljude i okoliš, ne ostavljaju štetne ostatke nakon aplikacije, lako su razgradivi i imaju selektivno djelovanje za ciljane organizme (Khan i sur., 2010). Više istraživanja je provedeno u tom smjeru, koristeći spojeve iz nekoliko biljnih izvora, kao eterično ulje ili kao biljni prah.

Testirajući sinergističku i antagonističku interakciju eteričnog ulja biljne vrste ajowan *Carum copticum* (L.) (Apiaceae) i DZ, Ziaee i sur. (2021) su ukazali na njihovu potencijalnu uporabu u IPM programima u kontroli vrsta *T. castaneum* i *S. oryzae*. Autori su naglasili kako je eterično ulje povećalo učinkovitost DZ povećavajući kretanja kukaca kroz zrno te su na taj način došli u kontakt s više čestica DZ.

Korunić i Fields (2020) su uočili učinkovitost poboljšane DZ Celatom® MN s dodatkom eteričnog ulja kopra *Anethum graveolens* L. (Apiaceae) u kontroli četiri vrste skladišnih kukaca pri nižim dozama i sa značajno manje negativnih učinaka na hektolitarsku masu u odnosu na primjenu same DZ.

Mortalitet vrsta *S. oryzae*, *Oryzaephilus surinamensis* L., *Stegobium paniceum* Motsch., i *T. castaneum* u tretmanima s DZ i eteričnim uljem *Citrus colocynthis* (L.) odvojeno je bio znatno niži nego u tretmanima s mješavinom DZ i eteričnog ulja (Abd El-Halim i sur., 2023). S dodatkom eteričnog ulja poljske preslice *Equisetum arvense* L., učinkovitost DZ u kontroli *T. confusum* je znatno poboljšana, postigavši 100% smrtnost nakon 7 dana ekspozicije (Lupu i sur., 2020).

Nadalje, zabilježen je sinergijski učinak mješavine DZ i eteričnog ulja češnjaka *Allium sativum* L. na vrstama *S. oryzae* i *T. castaneum*, pretpostavljajući kako je učinak mješavine rezultirao na pojačani stres jedinki izloženih eteričnom ulju i izazvao jaču osjetljivost kutikule na čestice prašiva (Yang i sur., 2010).

Mješavinom eteričnog ulja mirte *Myrtus communis* (L.) i DZ Sayan®, postignuto je značajno povećanje insekticidne učinkovitosti same DZ na *S. granarius*, te je smanjen njen odgođeni učinak, odnosno smanjen je interval izloženosti s više od 14 dana na oko 72 sata (Yazdanian i Reihani, 2021). Autori tako naglašavaju kako postignuta sinergijska reakcija eteričnog ulja mirte i DZ može otkloniti odgođene učinke DZ i nestabilnost eteričnog ulja mirte.

Međutim, sinergijski učinak u pojedinim slučajevima može izostati. Tako su Atay i sur. (2023) testirajući insekticidni učinak DZ Detech® i eteričnog ulja α -pinen na skladišnim vrstama *S. granarius*, *Sitophilus zeamais*, (Motsch.), *T. confusum* i *R. dominica*, uočili insekticidno djelovanje pojedinačnih tretmana, ali kombinirani tretmani su rezultirali smanjenim mortalitetom tretiranih vrsta.

Formulacija DZ s dodatkom više aktivnih sastojaka (silika gel, piretrin, eterično ulje kopra i disodium okta-borat tetrehidrat) je u kontroli kukaca imala jače djelovanje pri nižim koncentracijama nego DZ primijenjena sama (Korunic i Fields, 2020). Također mješavina inertnog prašiva s različitim biljnim tvarima (lišće lovora, eterično ulje lavandina, kukuruznog ulja) i silika gela rezultirala je jačim insekticidnim učinkom na *R. dominica* u odnosu na pojedinačni tretman sa DZ (Liška i sur., 2018).

Silika gelovi koji se koriste u pripremi pojedinih formulacija zajedno sa DZ, imaju isti mehanizam djelovanja na kukce kao i DZ, izazivaju dehidraciju kukca. No, za razliku od DZ, silika gel ima sposobnost prekrivanja značajno veće površine i ima brže početno djelovanje (Quarles, 1992). U svom sastavu, silika gelovi imaju do 99,5% SiO₂ te su građeni iz vrlo sitnih čestica, veličine <3 μ m (Quarles, 1992), što osigurava njihovu izvrsnu apsorpcijsku moć, što ih u konačnici čini učinkovitijim od DZ (Subramanyam and Roesli, 2000). Veći broj znanstvenih radova dokazuju poboljšanje djelotvornosti DZ dodatkom silika gela; u mješavini sa DZ Protect-It™ (Korunić, 1998), DZ Fossil-Shield® (Mewis and Ulrichs 2001), zatim u mješavini s DZ Namaghan (Saed i sur., 2021); DZ Probe-A® (Adarkwah i sur. 2017a, 2017b); Protector® (Baldassari i sur. 2008).

1.1.3. Procjena djelotvornosti formulacija dijatomejske zemlje u realnim skladišnim uvjetima

Pravi potencijal nekog sredstva za suzbijanje štetnika, pored laboratorijskih testiranja u kontroliranim uvjetima, može se opravdati tek ukoliko je njegova aktivnost zadovoljavajuća i u stvarnim (realnim) skladišnim uvjetima. To je naročito važno kod DZ, obzirom da njena aktivnost, između ostalog, značajno ovisi o abiotskim uvjetima, koji u skladišnim prostorima mogu varirati tijekom dužeg perioda čuvanja robe. Većina objavljenih znanstvenih radova donosi svoja zapažanja o insekticidnoj djelotvornosti DZ kao i različitih mješavina na bazi DZ, na temelju istraživanja provedenih u laboratorijskim uvjetima. Znatno manje ima objavljenih podataka o njihovoj djelotvornosti u realnim uvjetima, na većim količinama uskladištene robe i tijekom dužeg perioda čuvanja. Osim toga, u laboratorijskim testovima često se uzima nerealno prevelik broj testnih jedinki

kukaca po uzorku na količinu zrna, i to samo jedna vrsta kukca po uzorku. Provedba pokusa u realnim skladišnim uvjetima s promjenjivim mikroklimatskim čimbenicima i u sredini koja podrazumijeva prisutnost većeg broja različitih vrsta skladišnih kukaca, zasigurno može doprinijeti realnijoj slici o djelotvornosti neke formulacije.

Stathers i sur. (2002) su testirali dvije komercijalno dostupne DZ na različitim vrstama zrnate robe u skladišnim uvjetima manjih farmi tijekom perioda čuvanja od 10 mjeseci. Autori su utvrdili varijaciju u učinkovitosti obzirom na apliciranu koncentraciju, vrstu tretirane robe, lokaciju farme i vrstu kukaca, koja je bila izražena pri kraju razdoblja skladištenja a povezana s repelentnošću, prirodnom preferencijom kukaca za vrstom robe kao i infestacijom više vrsta kukaca. Sve su to parametri koji se u jednostavnim kratkoročnim laboratorijskim uvjetima ne bi mogli procijeniti.

Autori Rigopoulou i sur. (2023) su ispitivali insekticidnu učinkovitost komercijalno dostupne DZ u tretiranoj pšenici uskladištenoj tijekom 4 mjeseca u polipropilenskim platnenim vrećama. Autori su pratili izmjenu populacija između različitih vrsta skladišnih kukaca, prirodno ili umjetno zaražene pšenice, pomoću zamki i sonde ili prikupljanjem uzoraka pšenice. Također su ispitali utjecaj doze DZ, učinkovitosti i osjetljivosti detekcije između metoda praćenja, narušavanja kvalitete zrna uslijed napada kukaca kao i utjecaja DZ na hektolitarsku težinu tretirane robe.

Vođeni činjenicom kako je uobičajeni period čuvanja pšenice na farmama od 3 do 9 mjeseci te kako najznačajnije vrste skladišnih kukaca razviju 3 do 4 generacije godišnje, autori Mortazavi i sur. (2025) ispitili su produženu učinkovitost DZ SilicoSec® tijekom perioda od jedne godine. Iako je praćenje djelotvornosti obavljeno na većim količinama pšenice od 50 kg, tijekom dužeg perioda čuvanja od 1 godine, cjelokupno istraživanje provedeno je samo u laboratorijskim kontroliranim uvjetima.

1.2. Cilj istraživanja

Istraživanje je usmjereno na razvoju optimalnog rješenja za zaštitu merkantilne i sjemenske zrnate robe od najznačajnijih skladišnih štetnika, rižinog žiška *Sitophilus oryzae* (L.), žitnog kukuljičara *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) i kestenjastog brašnara *Tribolium castaneum* (Herbst), primjenom ekološki neškodljive formulacije na bazi dijatomejske zemlje (DZ) i dodatka biljnih i inertnih tvari (formulacije N Form).

Glavni ciljevi istraživanja:

1. Utvrditi insekticidni učinak formulacije N Form na tri vrste skladišnih kukaca u kontroliranim, laboratorijskim, uvjetima tretiranjem merkantilne i sjemenske pšenice, ječma i kukuruza
2. Procijeniti utjecaj sorata pšenice i ječma, odnosno hibrida kukuruza na djelotvornost formulacije N Form
3. Utvrditi djelotvornost formulacije N Form na tri vrste skladišnih kukaca u skladišnim uvjetima nakon šest mjeseci čuvanja pšenice, ječma i kukuruza
4. Procijeniti djelotvornost formulacije N Form u odnosu na djelotvornost komercijalne dijatomejske zemlje (DZ) SilicoSec®
5. Utvrditi utjecaj formulacije N Form na kvalitetu merkantilne i sjemenske pšenice, ječma i kukuruza, kroz procjenu vrijednosti hektolitarske mase tretirane merkantilne robe, odnosno klijavosti tretirane sjemenske robe.

Osnovne hipoteze istraživanja:

1. Formulacija N Form djeluje insekticidno za rižinog žiška *S. oryzae*, žitnog kukuljičara *R. dominica* i kestenjastog brašnara *T. castaneum*, te utječe na smanjenje njihova potomstva
2. Djelotvornost formulacije N Form je različita ovisno o sorti, odnosno hibridu tretiranih žitarica
3. Tijekom šest mjeseci čuvanja tretirane zrnate robe, formulacija N Form osigurava sigurnu zaštitu od skladišnih kukaca
4. Formulacija N Form ima jače djelovanje protiv skladišnih kukaca u odnosu na komercijalnu dijatomejsku zemlju (DZ) SilicoSec®
5. Formulacija N Form ima minimalan utjecaj na promjenu kvalitete tretirane merkantilne i sjemenske robe

2. MATERIJAL I METODE RADA

2.1. Materijal rada

Priprava formulacije N Form kao mješavine dijatomejske zemlje i biljnih dijelova (biljnih ulja i prašiva), laboratorijsko testiranje insekticidne učinkovitosti formulacije N Form te procjena utjecaja formulacije N Form na kvalitetu tretiranih žitarica, provedeno je u Laboratoriju za zaštitu uskladištenih proizvoda, u sastavu Centralne agrobiotehničke analitičke jedinice, Fakulteta agrobiotehničkih znanosti Osijek. Produženo djelovanje formulacije N Form, kroz 6 mjeseci čuvanja tretiranih žitarica, obavljeno je u podnom skladištu OPG Paponja Jela u Đakovu. Sva testiranja su obavljena u razdoblju od 2017. do 2020. godine.

Plan istraživanja:

1. Uzgoj F1 generacije odraslih skladišnih kukaca vrsta: *S. oryzae*, *R. dominica* i *T. castaneum*;
2. Priprema formulacije N Form;
3. Testiranje učinkovitosti formulacije N Form u laboratorijskim uvjetima na merkantilnoj i sjemenskoj pšenici, ječmu i kukuruзу na vrstama skladišnih kukaca: *S. oryzae*, *R. dominica* i *T. castaneum*;
4. Testiranje učinkovitosti formulacije N Form u skladišnim uvjetima tijekom čuvanja tretirane pšenice, ječma i kukuruза kroz 6 mjeseci na vrstama skladišnih kukaca: *S. oryzae*, *R. dominica* i *T. castaneum*;
5. Laboratorijsko testiranje utjecaja formulacije N Form na kvalitetu tretirane pšenice, ječma i kukuruза - utjecaj na klijavost
6. Laboratorijsko testiranje utjecaja formulacije N Form na kvalitetu tretirane pšenice, ječma i kukuruза - utjecaj na promjenu hektolitarske mase

2.1.1. Prašiva

Formulacija N Form

Formulacija (imenovana N Form), koja je razvijena i čija je insekticidna vrijednost procijenjena u sklopu disertacije, pripravljena je kao mješavina na bazi dijatomejske zemlje (DZ) SilicoSec[®] (48% wt/wt), biljnih ulja: eteričnog ulja lavandina *Lavandula x intermedia*

(2% wt/wt) i kukuruznog ulja (3% wt/wt), biljnog prašiva (lovorovog lista) (20% wt/wt), silika gela (SIPERNAT[®] 50 S) (24% wt/wt), i dodatka neaktivnog kvasca (3%).

Dijatomejska zemlja SilicoSec[®]

Kao referentno inertno prašivo s kojom je uspoređivana djelotvornost formulacije N Form korištena je registrirana dijatomejska zemlja SilicoSec[®] (Biofa GmbH, Munsingen, Germany). DZ SilicoSec[®] podrijetlom je iz slatkovodnih depozita dijatomita, sadržava 92% SiO₂, 3% Al₂O₃, 1% Fe₂O₃, i 1% Na₂O s prosječnom veličinom čestica između 8 i 12 µm (Athanassiou i sur., 2003).

2.1.2. Biljni materijal

U istraživanju je korištena sjemenska i merkantilna roba: pšenica, ječam i kukuruz. Sjemenske sorte pšenice i ječma, odnosno hibrida kukuruza koje su korištene, dio su oplemenjivačkog programa Poljoprivrednog instituta Osijek (Odjela za sjemenarstvo). Od sjemenske robe korištene su sorte pšenice: Anđelka, Klasan i Vulkan (tablica 1.); sorte ječma: Lord, Lukas i Bingo (tablica 2.); te hibridi kukuruza: Drava 404, OSSK 596 i OSSK 617 (tablica 3.). Za merkantilnu robu korištene su mješavine različitih sorti pšenice i ječma, odnosno hibrida kukuruza.

Tablica 1. Svojstva kakvoće pšenice sorata Anđelka, Klasan i Vulkan (Poljoprivredni Institut Osijek)

Svojstva kakvoće		Anđelka	Klasan	Vulkan
Hektolitarska masa (kg hL ⁻¹)		77	80	97
Sadržaj bjelančevina (%)		13,0	13,1	13,2
Sedimentacijska vrijednosti (ml)		41	30	43
Farinograf	Stupanj omekšanja	56	80	80
	Stabilnost (min)	1,9	1,5	4,5
	Kvalitetna grupa	B1	B1	B1
Ekstenzograf	Energija	76	50	83
	Rastezljivost	142	156	145
	Otpor	342	190	339
	O/r	2,7	1,2	2,6
Alveograf	W	237	107	282
	P/I	1,13	0,38	0,98
Padajući broj		329	345	257

Tablica 2. Svojstva kakvoće ječma sorata Lord, Lukas i Bingo (Poljoprivredni Institut Osijek)

Svojstva kakvoće	Lord	Lukas	Bingo
Opis	Ozimi višeredni ječam	Ozimi dvoredni ječam	Ozimi dvoredni ječam
Hektolitarska masa (kg hL ⁻¹)	≈ 67	66-70	≈ 68
Sadržaj bjelančevina (%)	10,5-13,0	10,5-13,0	11,0-14,0
Masa 1000 zrna (g)	40-44	48-52	46-50
Udio zrna I. klase	≈ 82%	>92%	>90%
Namjena	Stočarstvo i ljudska prehrana	Stočarstvo, pivarstvo i ljudska prehrana	Stočarstvo i ljudska prehrana
Karakteristike	Krupno zrno, visoka hektolitarska masa zrna i masa 1000 zrna, i visok udjel zrna I. klase (iznad 80%)	U pivarstvu se ističe visokim sadržajem ekstrakta slada	Odlikuje se povećanim sadržajem β-glukana u zrnu

Tablica 3. Svojstva kakvoće kukuruza hibrida DRAVA 404, OSSK 596 i OSSK 617 (Poljoprivredni Institut Osijek)

Svojstva kakvoće	DRAVA 404	OSSK 596	OSSK 617
FAO grupa	420	590	610
Sadržaj bjelančevina (% u ST)	8,5	8,7	8,9
Ulje (% u ST)	5,2	5,2	4,9
Škrob (% u ST)	73,1	72,1	70,9
Tip	Zuban	Zuban	Zuban
Namjena	Proizvodnja suhog zrna, berba u klip, proizvodnja silaže	Berba u klip, proizvodnja silaže i cijele biljke	Proizvodnja suhog zrna, berba u klip, proizvodnja silaže
Karakteristike	Krupno i kvalitetno zrno, posjeduje visoku klijavost i energiju klijanja, tolerantan na bolesti i štetnike	Zrno visoke hranidbene vrijednosti, pojačane tolerantnosti na bolesti i štetnike	Krupan, nešto više nasaden klip sa zrnem visoke hranidbene vrijednosti, visoko tolerantan na bolesti i štetnike

2.1.3. Test kukci

Testiranje djelotvornosti formulacije N Form obavljeno je na tri vrste skladišnih kukaca: rižin žižak *Sitophilus oryzae* (Linnaeus) (Coleoptera: Curculionidae), žitni kukuljičar *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) (Coleoptera: Bostrichidae), i kestenjasti brašnar *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). Populacije testiranih vrsta koje su korištene za potrebe istraživanja ove disertacije nisu prethodno bile izložene djelovanju insekticidnih tretmana te su više godina uzgajane u kontroliranim uvjetima u Laboratoriju za zaštitu uskladištenih proizvoda, u sastavu Centralne agrobiotehničke analitičke jedinice, Fakulteta agrobiotehničkih znanosti Osijek.

Rižin žižak *Sitophilus oryzae* (Linnaeus) (Coleoptera: Curculionidae)

Rižin žižak, *Sitophilus oryzae* (Linnaeus) pripada redu Coleoptera, porodici Curculionidae (pipe). Smatra se jednim od najznačajnijih primarnih štetnika uskladištenih žitarica (pšenica, kukuruz, riža, ječam i sirak), a njegova prisutnost zabilježena je u cijelome svijetu (Hamel, 2007; Ngamo i sur., 2007). Hraneći se zrnom, uzrokuje gubitak težine zrna, gubitak kvalitete povećanjem slobodnih masnih kiselina, ubrzava zarazu gljivicama, te može potpuno uništiti uskladištenu robu. Kod kukuruza, napad može započeti već u zreлом usjevu kada sadržaj vlage padne na 18-20%. Naknadne zaraze u skladištima rezultat su prijenosa zaraženog zrna u skladišta, ili uljetanja štetnika u skladišne objekte, vjerojatno privučeni mirisom uskladištenog zrna (<https://doi.org/10.1079/pwkb.species.10887>).

Odrasli oblik (slika 1.) je duljine 2,5-4,0 mm. Na pokrildu se nalaze po dvije široke, nejasno ograničene crvenkaste pjegice, a ispod pokrildu nosi drugi par krila i može letjeti (Korunić, 1990). Najniža prirodna smrtnost i najbrži razvoj ovog štetnika odvija se pri optimalnoj temperaturi od 24-28 °C. Rižin žižak u našim uvjetima može imati najviše 3-4 generacije godišnje, a ukoliko je prisutan u zagrijanoj masi zrna, može imati i više generacija. Pri temperaturi od -1 °C do -4 °C kornjaš ugiba za 8 dana, a pri temperaturi od -6,5 °C do -9 °C za 3 dana. Povećanjem vlage zrna povećava se i otpornost žiška na hladnoću (Korunić, 1990). Singh i sur. (1973) navode da je za razvoj *S. oryzae* optimalna temperatura 30 °C uz RVZ 75%. Odrasle jedinke su dugovječne i mogu živjeti od nekoliko mjeseci do godinu dana. Ženka može položiti do 150 jaja. Jaja polaže pojedinačno u malim šupljinama u zrnima, a pomoću voštane izlučevine pokriva šupljine i na taj način štiti jajašca. Inkubacija traje oko 6 dana pri temperaturi od 25 °C (Singh i sur., 1974). Jaja polaže pri

temperaturi između 15 i 35 °C (optimalno oko 25 °C) i pri vlazi zrna preko 10%. Međutim, ovipozicija je vrlo rijetka pri temperaturama ispod 20 °C i iznad 32 °C te pri vlazi zrna nižoj od 12% (Birch, 1944). Životni vijek je od 4-7 mjeseci, ovisno o uvjetima sredine.



Slika 1. Rižin žižak (*Sitophilus oryzae* L.) (foto: I. Paponja)

Žitni kukuljičar *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) (Coleoptera: Bostrichidae)

Žitni kukuljičar, *Rhyzopertha dominica* (Fabricius), porodica *Bostrichidae* – kukuljičari, bušači, je primarni štetnik žitarica i druge sjemenske robe, suhog voća i suhog bilja (Korunić, 1990; Chanbang i sur., 2008). Štete koje čini na zrnatoj robi su od velikog ekonomskog značaja, jer pri povoljnim uvjetima za razvoj, imago za 3-4 tjedna ošteti zrno u tolikoj mjeri da ostane samo vanjska ovojnica zrna. Roba zaražena žitim kukuljičarem ima karakterističan miris po medu (Korunić, 1990; Rozman i sur., 2015).

Karakterističnog je oblika tijela. Glava odraslog žitnog kukuljičara (slika 2.) je okrenuta prema dolje te je potpuno prekrivena vratnim štitom čiji je prednji rub zaobljen i prilično jako nazubljen, a cijela je površina pokrivena točkastim udubinama. Odrasli oblik može narasti između 2,3 i 3,0 mm, valjkastog je oblika i tamno smeđe do hrđaste boje, dok su ličinke bijele boje, blago savijene i pokrivene kratkim dlačicama (Korunić, 1990). Odrasle jedinke žive oko 6 mjeseci te se intenzivno hrane. Ženka položi između 100 i 500 jaja za 30-40 dana. Jaja polaže pojedinačno ili u grupice na zrnje žita i to obično na oštećena mjesta ili u brazdice zrnja. Oko 80% jaja sačuva vitalnost. U našim prirodnim uvjetima žitni kukuljičar ima 2 generacije godišnje. Na temperaturi od 34 °C je najbrži cjelokupni razvoj i traje oko 25 dana dok na temperaturi od 25 °C razvoj traje oko 37 dana. Riječ je o termofilnom kukcu pa mu je za razvoj optimalna temperatura iznad 30 °C, ali ne iznad 36 °C. Pri temperaturi nižoj od 15-18 °C, razvoj žitnog kukuljičara prestaje. Relativna vlaga zraka i vlaga hranjivog supstrata nema značajniji utjecaj na razvoj pa je on moguć i kod RVZ od samo 10% (Korunić, 1990). Životni vijek iznosi 4-8 mjeseci ovisno o uvjetima sredine.



Slika 3. Žitni kukuljičar (*R. dominica* (Herbst) (foto: I. Paponja)

Kestenjasti brašnar *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae)

Kestenjasti brašnar, *Tribolium castaneum* (Herbst) je polifagni, kozmopolitski štetnik iz reda Coleoptera porodice Tenebrionidae. Iako je prema načinu ishrane sekundarni štetnik, kestenjasti brašnar sposoban je oštećivati i zdrava zrna ukoliko je vlaga viša od 13%. Važan je štetnik uskladištenih biljnih proizvoda, posebice prerađevina, što ga čini jednim od najvažnijih štetnika u proizvodnim objektima i skladištima (Mahroof i Hagstrum, 2012). Osim žitarica, može infestirati široki raspon uskladištenih proizvoda uključujući uljano bilje (suncokret, uljanu pogaču), leguminoze, orašaste plodove, prerađevine od brašna, kakaa, čokolade, suhog voća, te muzejske kolekcije herbarija (Mason, 2003). Osim negativnog učinka na uskladištenu robu, odrasle jedinke kestenjastog brašnjara mogu uzrokovati i kožne alergijske reakcije (Krinsky, 2019). Tijelo odraslog kestenjastog brašnjara je kestenjaste, crvenkasto smeđe boje, ventralno spljošteno, prekriveno neprimjetnim setama, dužine oko 3-4 mm (slika 3.). Ima sposobnost letenja iako nije dobar letač. Ticala se sastoje iz 11 članaka, s tim da je 9. članak značajno veći od prethodnih formirajući tri segmentirane kijače (Slika 4.) po kojoj se razlikuje od vrste *Tribolium confusum* (du Val.) (Hayashi, 1966). Jajašca su prozirna ili bjelkaste boje, ljepljive površine, a ličinke kremaste ili žućkaste boje, sa smeđom glavom, dužine do 6 mm (Leelaja i sur., 2007). Ličinke se presvlače 5-9 puta, ovisno o uvjetima okoliša (Bucher, 2006). Potpuno razvijene ličinke se transformiraju u kukuljice. Kestenjasti brašnar je jedan je od najdugovječnijih štetnika (do 3 godine; u prosjeku oko 200 dana) (Mason, 2003), s tim da se dugovječnost odraslih povećava s postotkom oštećenja zrna.

U odnosu na ostale vrste skladišnih kukaca, rast populacije kestenjastog brašnjara je znatno veći, s obzirom da svaka ženka može položiti 900 do 1000 jaja (Rees, 2007). Temperatura utječe na različite biološke aspekte kestenjastog brašnjara, primjerice plodnost se povećava s porastom temperature od 20 do 32,5°C (Hagstrum i sur., 1998). Ženke mogu položiti od 150 do 600 jaja na 25°C do 900 jaja na 33°C (Mahroof i sur., 2005) Odrasle

jedinke *T. castaneum* sele se prema toplijim područjima (sa 20°C na 30°C) unutar vodoravnih ili okomitih slojeva uskladištene zrnate mase (Hagstrum i sur., 1998). Prosječni životni vijek odraslih jedinki kreće se od 130 do 198 dana između 18 i 29°C (Skourti i sur., 2019). Odrasli imaju sposobnost lučenja kinina specifičnog mirisa, te nerijetko pri većim zarazama, roba kojom se hrane poprima ružičastu boju i neugodan miris.



Slika 3. Kestenjasti brašnar
(*T. castaneum* (Herbst) (foto: I. Paponja)



Slika 4. Ticala kestenjastog brašnjara
(*T. castaneum*) (foto: A. Liška)

2.2. Metode rada

2.2.1. Priprava formulacije N Form

Formulacija (imenovana N Form) pripremljena je kao mješavina na bazi dijatomejske zemlje (DZ) SilicoSec® (48% wt/wt), biljnih ulja: eteričnog ulja lavandina *Lavandula x intermedia* (2% wt/wt) i kukuruznog ulja (3% wt/wt), biljnog prašiva (lovorovog lista) (20% wt/wt), silika gela (SIPERNAT® 50 S) (24% wt/wt) i dodatka neaktivnog kvasca (3%). Prethodno je lišće lovora osušeno i samljeveno. Praškasti sastojci (prah lovora, DZ i silika gel) su odvagani u navedenim omjerima te zajedno pomiješani prosijavanjem na situ s otvorima 500 µm. U dobivenu mješavinu, dodano je biljno ulje (kukuruzno ulje i eterično ulje lavandina) određenih omjera, te je sve zajedno prosijano dva puta sitom s otvorima 500 µm. Tako dobivena mješavina stavljena je u staklenku u koju je dodan neaktivni kvasac. Staklenka je zatvorena hermetički poklopcem i snažno protresena kako bi se dodani kvasac ravnomjerno pomiješao s ostalim sastojcima. Tako dobivena formulacija čuvana je u hermetički zatvorenim staklenkama do trenutka primjene.

2.2.2. Uzgoj test kukaca

Uzgojna podloga za *T. castaneum* je pripremljena od oštrog pšeničnog brašna i 5% suhog kvasca, a kao uzgojna podloga za vrste *S. oryzae* i *R. dominica* korišteno je zrno pšenice s 13% vlage. Pšenica je prethodno sterilizirana na 60 °C u trajanju od 60 minuta, a zatim ohlađena na sobnoj temperaturi i pročišćena. Vlaga, hektolitarska masa i temperatura pšenice određene su pomoću vlagomjera Dickey-John GAC 2100. Uzgoj test kukaca obavljen je u kontroliranim uvjetima pri temperaturi 28-30 °C i relativnoj vlazi zraka 60-70%. U istraživanjima su korišteni odrasli kukci pomiješanog spola starosti od 7-21 dan na kojima u prethodnim generacijama nisu primjenjivani nikakvi insekticidni tretmanima. Procjena razvijene formulacije N Form provodila se kroz testiranje insekticidne djelotvornosti na odabrane vrste skladišnih kukaca, i to u laboratorijskim uvjetima i skladišnim uvjetima, koristeći i merkantilnu i sjemensku robu, te kroz utjecaj formulacije N Form na kvalitetu sjemenske robe procjenjujući klijavost, odnosno merkantilne robe, procjenjujući utjecaj na hektolitarsku masu.

2.2.3. Insekticidna djelotvornost formulacije N Form u laboratorijskim uvjetima

Prije postavljanja pokusa, prethodno je obavljena priprema odabranih sorti, odnosno hibrida žitarica. Tako je obavljeno čišćenje (odvajanje primjesa prosijavanjem serijom sita), a zatim i kondicioniranje pšenice, ječma i kukuruza (na oko 13% vlage). Formulacija N Form je aplicirana na zrnatu robu kao prašivo u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm za ječam i pšenicu, te 400, 500, 600 i 700 ppm za kukuruz). Staklene posude volumena 200 ml napunjene su sa 100 g zrna određene vrste žitarica (merkantilne robe), i određene sorte, odnosno hibrida (sjemenske robe), te je dodana određena koncentracija formulacije N Form zasebno. Staklenke su dobro zatvorene poklopcima i temeljito protresene u trajanju od 30 sekundi radi ravnomjerne raspodjele prašiva po zrnju. Nakon što se prašina slegla, po 20 odraslih jedinki *S. oryzae*, *R. dominica* i *T. castaneum* pomiješanog spola, starih 7-21 dan, dodano je u svaku staklenku zasebno. Staklenke su zatvorene perforiranim poklopcima i ostavljene u kontroliranim uvjetima (28 ± 1 °C i $60 \pm 5\%$ rvz) (slika 5.).

Insekticidna djelotvornost je procijenjena kroz mortalitet odraslih jedinki i utjecaj na potomstvo F1 generacije. Mortalitet odraslih jedinki procijenjen je nakon 7 i 14 dana izlaganja formulacije određene koncentracije, te procjenom letalnih koncentracija (LD_{50} i LD_{90}). Nakon procjene smrtnosti odraslih (nakon 14. dana), sve odrasle jedinke su uklonjene, a preostalo zrno s položenim jajima ostavljeno je u kontroliranim uvjetima tijekom 7, odnosno 9 tjedana (za *S. oryzae* odnosno za *R. dominica* i *T. castaneum*) do razvoja potomstva. U svrhu procjene utjecaja formulacije na potomstvo bilježen je ukupan broj razvijenog potomstva, udio živih jedinki te inhibicija potomstva. Svi tretmani ponovljeni su tri puta za svaku koncentraciju, zasebno za svaku vrstu kukaca i vrstu žitarica (merkantilnu i sjemensku zasebno za svaku sortu, odnosno hibrid).



Slika 5. Pokus procjene insekticidne djelotvornosti formulacije N Form u laboratorijskim uvjetima (foto: I. Paponja)

Isti je postupak primijenjen za netretiranu zrnatu robu koja je služila kao kontrola. Kao referentna usporedna vrijednost, korištena je DZ SilicoSec® koja je primijenjena u istim koncentracijama i uvjetima kao i formulacija N Form.

Pokus u laboratorijskim uvjetima proveden je na kukuruzu (merkantilnom i hibridima OSSK 596, OSSK 617 i Drava 404), ječmu (merkantilnom i sortama Lord, Lukas i Bingo) i pšenici (merkantilnoj i sortama Klasan, Vulkan i Anđelka).

2.2.4. Insekticidna djelotvornost formulacije N Form u skladišnim uvjetima

Za procjenu insekticidne djelotvornosti formulacije N Form u skladišnim uvjetima, korišteni su plastični spremnici volumena 7,5 L koji su ispunjeni s 2 kg zrna posebno za svaku sortu, odnosno hibrid. Tako odvađnutoj masi zrna dodana je određena koncentracija formulacije N Form, i to: 300, 400, 500 i 600 ppm za ječam i pšenicu, odnosno 400, 500, 600 i 700 ppm za kukuruz. Kako bi se prašivo ravnomjerno rasporedilo po zrnju, za miješanje je korištena električna miješalica (slika 6.). Nakon što se prašivo sleglo, dodano je po 50 odraslih jedinki *S. oryzae*, *R. dominica* i *T. castaneum* pomiješanog spola, starih 7-21 dan, zajedno u svaki spremnik. Nakon toga spremnici su zatvoreni perforiranim plastičnim poklopcima i čuvani u podnom skladištu tijekom šest mjeseci. Tijekom cijelog razdoblja skladištenja, praćeni su mikroklimatski čimbenici skladišta (vlaga i temperatura zraka). Svi tretmani ponovljeni su tri puta za svaku koncentraciju i svaku sortu, odnosno hibrid. Isti je postupak primijenjen za netretiranu zrnatu robu koja je služila kao kontrola. Kao referentna usporedna vrijednost, korištena je DZ SilicoSec® koja je primijenjena u istim koncentracijama i uvjetima kao i formulacija N Form. Nakon završetka pokusa, cijeli je sadržaj spremnika prosijan kako bi se izdvojile jedinke kukaca, te su pobrojane uginule i žive jedinke. Pokus u skladišnim uvjetima proveden je na kukuruzu (merkantilnom i hibridima OSSK 596 i OSSK 617), na ječmu (merkantilnom i na sorti Bingo) i pšenici (merkantilnoj i sorti Anđelka).



Slika 6. Miješanje prašiva N Form sa zrnjem - pokus u skladišnim uvjetima (foto: I. Paponja)

2.2.5. Utjecaj formulacije N Form na kvalitetu tretirane robe

Utjecaj na sjetvene karakteristike sjemenske robe

Utjecaj formulacije N Form na sjetvene karakteristike (energija klijanja i standardna klijavost) sjemenske robe, proveden je za svaku sortu pšenice (Anđelka, Klasan i Vulkan) i ječma (Bingo, Lukas i Lord), odnosno hibrida kukuruza (OSSK 617, OSSK 596 i Drava 404) i to zasebnim pokusom. Prije provedbe samog testa klijavosti, po 100 g sjemena pojedine sorte odnosno hibrida tretirano je s formulacijom N Form letalnim koncentracijama (LD_{50} i LD_{90}) koje su prethodno utvrđene prilikom testa insekticidne djelotvornosti formulacije. Od tako tretiranog sjemena nasumično su izdvojene sjemenke koje su korištene za test klijavosti. Kvaliteta sjemena (test klijavosti) proveden je prema ISTA međunarodnim metodama, propisanim prema Pravilniku o metodama uzorkovanja i ispitivanja kvalitete sjemena NN 99/08 (2008). Kao podloga za klijanje korištena je dvoslojna papirnata podloga u Petrijevim posudama. Na navlaženu papirnu podlogu posijano je 100 sjemenki u četiri ponavljanja, te su posude ostavljene na sobnoj temperaturi do trenutka procjene. Energija klijanja je procijenjena brojanjem klijanaca nakon 4 dana, a standardna klijavost brojanjem klijanaca nakon 7 dana od dana sjetve. Ista metoda primijenjena je i na uzorcima netretiranog sjemena sorata pšenice i ječma te hibrida kukuruza, koji se predstavljali kontrolu. Kao referentna usporedna vrijednost, korištena je DZ SilicoSec[®] kojom je također tretirano sjeme prethodno utvrđenim letalnim koncentracijama (LD_{50} i LD_{90}), te je tako tretirano sjeme stavljeno na test klijavosti pri istim uvjetima kao i sjeme tretirano formulacijom N Form.

Utjecaj na hektolitarsku masu

Utjecaj formulacije N Form na kvalitetu merkantilne robe (pšenice, ječma i kukuruza) procijenjen je testom na hektolitarsku masu zrnate robe tretirane s najvišim koncentracijama koje su primijenjene u testu insekticidne učinkovitosti (600 ppm za pšenicu i ječam, te 700 ppm za kukuruz). Staklene posude volumena 400 ml napunjene su s 200 g zrna određene vrste žitarica, te je dodana određena koncentracija formulacije N Form, zasebno. Staklenke su dobro zatvorene poklopcima i temeljito protresene u trajanju od 30 sekundi radi ravnomjerne raspodjele prašiva po zrnu. Mjerenje hektolitarske mase pšenice, ječma i kukuruza obavljeno je uređajem Dickey John GAC[®] 2100. Ista metoda mjerenja hektolitarske mase obavljena je i na uzorcima netretiranog zrna pšenice, ječma i kukuruza, koji se predstavljali kontrolu. Pored netretiranog zrna, hektolitarska masa

mjerena je i na zrnju pšenice, ječma i kukuruza koji su prethodno tretirani DZ SilicoSec® istim koncentracijama kao i zrno tretirano formulacijom N Form. Procjena utjecaja formulacije N Form na promjenu hektolitarske mase temeljila se na razlici između vrijednosti hektolitarske mase netretirane i tretirane robe. Svi tretmani su postavljeni u tri ponavljanja.

2.2.6. Statistička obrada podataka

Rezultati dobiveni očitanjem svih pojedinačnih tretmana (insekticidne djelotvornosti: mortalitet nakon 7 i 14 dana ekspozicije; utjecaja na potomstvo: broj potomstva i udio živih jedinki; usporedba insekticidne učinkovitosti između sorata, odnosno hibrida; utjecaja na populaciju vrsta kukaca u skladišnim uvjetima: ukupan broj razvijenih jedinki i udio uginulih jedinki; utjecaja na kvalitetu robe: energija klijanja i standardna klijavost, te usporedba vrijednosti hektolitarske mase, obrađeni su programom SAS v 9.4 (SAS/STAT Software 9.4. (2022. - 2023.). Jednosmjerna analiza varijance svih ispitivanih varijabli napravljena je u modulu SAS Analyst i korištena je procedura ANOVA. Za utvrđivanje značajnih razlika između tretmana korišten je Tukey's Studentized Range (HSD) testom na razini vjerojatnosti 0,05. Letalne koncentracije LD₅₀ i LD₉₀ procijenjene su pomoću modela Probit analysis koristeći program IBM® SPSS® Statistics 26.0 (IBM Corp. Released 2019). U tretmanima u kojima je bilo potrebno provesti korekciju mortaliteta (ukoliko je u tretmanima kontrole mortalitet jedinki iznosio >5%), primijenjena je formula prema modelu Schneider-Orelli (Püntener, 1981):

$$\text{Korekcija mortaliteta (\%)} = \left(\frac{\text{Mortalitet (\%)} \text{ tretmana} - \text{Mortalitet (\%)} \text{ kontrole}}{100 - \text{Mortalitet (\%)} \text{ kontrole}} \right) \cdot 100$$

3. REZULTATI ISTRAŽIVANJA

3.1. Aktivnost formulacije N Form u laboratorijskim uvjetima

3.1.1. Insekticidno djelovanje formulacije N Form na kukuruzu

3.1.1.1. Tretman na merkantilnom kukuruzu

Insekticidno djelovanje

U tretiranom merkantilnom kukuruzu, formulacija N Form je bila različito učinkovita za testirane vrste kukaca, ovisno o koncentraciji i ekspoziciji (tablica 4.). Najviši mortalitet odraslih jedinki *R. dominica* iznosio je 36,7% (pri 700 ppm) i 60,0% (pri 600 ppm) nakon 7, odnosno 14 dana ekspozicije. Značajna razlika u visini mortaliteta između koncentracija uočena je nakon 7 dana ekspozicije i to između dvije niže i viših koncentracija ($F=10,15$; $P=0,0042$). Kod vrste *S. oryzae*, najviši mortalitet iznosio je 45,0% i 93,3% (pri 700 ppm) nakon 7, odnosno 14 dana ekspozicije. Značajno povišenje mortaliteta uočeno je nakon 14 dana, i to između najniže i najviše koncentracije ($F=6,9$; $P=0,0127$). Najviši mortalitet odraslih jedinki *T. castaneum* iznosio je 63,3% i 75,5% (pri 700 ppm) nakon 7, odnosno 14 dana ekspozicije. Značajna razlika u visini mortaliteta između koncentracija uočena je između najniže i dvije više koncentracije ($F=6,3$; $P=0,0167$) nakon 7 dana, i između najniže i najviše koncentracije ($F=5,6$; $P=0,0229$).

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala jači insekticidni učinak na sve tri vrste kukaca. Statistički značajno viši mortalitet postignut kod vrste *R. dominica* pri 700 ppm nakon 7 dana ($F=64,8$; $P=0,0013$), odnosno 400 i 500 ppm nakon 14 dana ekspozicije ($F=10,1$; $P=0,0335$ i ($F=12,3$; $P=0,0249$), te kod vrste *T. castaneum* pri 600 i 700 ppm ($F=13,0$; $P=0,00226$ i $F=36,0$; $P=0,0039$) nakon 7 dana, odnosno pri 600 i 700 ppm ($F=10,5$; $P=0,0317$ i $F=26,6$; $P=0,0067$) nakon 14 dana ekspozicije.

Tablica 4. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm$ SD) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom merkantilnom kukuruzu s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (400, 500, 600 i 700 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na merkantilnom kukuruzu		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	400	8,3 $\pm$ 7,6 b	5,0 $\pm$ 5,0	1/ 0,4/ 0,5614
	500	11,7 $\pm$ 5,8 b	3,3 $\pm$ 2,9	1/ 5,0/ 0,0890
	600	25,0 $\pm$ 8,7 ab	10,0 $\pm$ 8,7	1/ 4,5/ 0,1012
	700	36,7 $\pm$ 5,8 aA	6,7 $\pm$ 2,9 B	1/ 64,8/ 0,0013
	df/ F/ P	3/ 10,15/ 0,0042	3/ 0,83/ 0,5122	
14 dana	400	31,7 $\pm$ 2,9 A	16,7 $\pm$ 7,6 bB	1/10,1/ 0,0335
	500	25,0 $\pm$ 5,0 A	13,3 $\pm$ 2,9 bB	1/ 12,3/ 0,0249
	600	60,0 $\pm$ 21,8	36,7 $\pm$ 11,5 a	1/ 2,7/ 0,1766
	700	55,0 $\pm$ 30,0	16,7 $\pm$ 2,9 b	1/ 4,9/ 0,0923
	df/ F/ P	3/ 2,51/ 0,1321	3/ 6,56/ 0,0150	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	400	16,7 $\pm$ 7,6	8,3 $\pm$ 7,6	1/ 1,8/ 0,2524
	500	26,7 $\pm$ 20,8	16,7 $\pm$ 16,1	1/ 0,4/ 0,5461
	600	45,0 $\pm$ 20,0	31,7 $\pm$ 27,5	1/ 0,5/ 0,5347
	700	45,0 $\pm$ 15,0	36,7 $\pm$ 16,1	1/ 0,4/ 0,5473
	df/ F/ P	3/ 2,13/ 0,1747	3/1,55/ 0,2753	
14 dana	400	26,7 $\pm$ 5,8 b	20,0 $\pm$ 5,0	1/ 2,3/ 0,2051
	500	58,3 $\pm$ 30,6 ab	30,0 $\pm$ 17,3	1/ 1,9/ 0,2348
	600	63,3 $\pm$ 16,1 ab	63,3 $\pm$ 37,9	1/ 0,0/ 1,0000
	700	93,3 $\pm$ 7,6 a	70,0 $\pm$ 13,2	1/ 7,0/ 0,0572
	df/ F/ P	3/ 6,9/0,0127	3/ 3,7/ 0,0602	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	400	10,0 $\pm$ 8,7 b	1,7 $\pm$ 2,9	1/ 2,5/ 0,1890
	500	26,7 $\pm$ 20,8 ab	5,0 $\pm$ 5,0	1/ 3,1/ 0,1545
	600	55,0 $\pm$ 20,0 aA	11,7 $\pm$ 5,8 B	1/ 13,0/ 0,0226
	700	63,3 $\pm$ 16,1 aA	5,0 $\pm$ 5,0 B	1/ 36,0/ 0,0039
	df/ F/ P	3/ 6,3/ 0,0167	3/ 2,3/ 0,1537	
14 dana	400	20,0 $\pm$ 13,2 b	6,7 $\pm$ 2,9 b	1/ 2,9/ 0,1633
	500	33,3 $\pm$ 22,5 ab	11,7 $\pm$ 2,9 b	1/ 2,7/ 0,1741
	600	60,0 $\pm$ 18,0 abA	25,0 $\pm$ 5,0 aB	1/ 10,5/ 0,0317
	700	75,0 $\pm$ 18,0 aA	16,7 $\pm$ 7,6 abB	1/ 26,6/ 0,0067
	df/ F/ P	3/5,6/ 0,0229	3/ 7,3/ 0,0110	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *T. castaneum* i *R. dominica*, podaci

za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu. Za ostale kontrolne tretmane (*S. oryzae* nakon 7 i 14 dana) mortalitet je iznosio >5%, te je za te podatke učinjena korekcija mortaliteta prema Schneider-Orelli formuli.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranom merkantilnom kukuruzu, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 5.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=31,44$; $P<0,0001$; $F=59,56$; $P<0,0001$, odnosno $F=17,67$; $P=0,0008$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (400 ppm). Povišenjem koncentracija formulacije N Form zabilježeno je statistički značajno smanjenje broja potomstva jedino kod vrste *S. oryzae*, i to između najniže i viših koncentracija ($F=59,56$; $P<0,0001$). Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 70,2% do 77,1%, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije kretao se od 64,7% do 88,4%, ovisno o apliciranoj koncentraciji. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 42,2% do 75,7%, a udio živih odraslih jedinki od 78,4% do 98,3%, ovisno o koncentraciji. Prosječno mali broj potomstva vrste *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija se kretala od 95,8% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form što je bilo izraženo kroz jaču inhibiciju potomstva (kod sve tri vrste kukaca), odnosno manji broj razvijenog potomstva. Ova razlika je najviše bila izražena kod vrste *S. oryzae*, kod koje je uočen statistički manji broj razvijenog potomstva pri koncentraciji od 700 ppm (36,3, odnosno 57,7; $F=9,18$; $P=0,0388$).

Tablica 5. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na merkantilnom kukuruzu tretiranom formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman na merkantilnom kukuruzu		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	58,0 ± 8,5 a	58,0 ± 8,5 a	-
	400	17,3 ± 2,1 b	27,3 ± 8,3 b	1/ 4,07/0,1138
	500	15,7 ± 3,1 b	20,3 ± 2,3 b	1/ 4,45/0,1024
	600	15,7 ± 6,5 b	12,0 ± 5,6 b	1/ 0,55/0,4995
	700	13,3 ± 6,7 b	16,0 ± 7,9 b	1/ 0,30/0,6788
	df/ F/ P	4/31,44/<,0001	4/20,97/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	75,2 ± 2,9 a	75,2 ± 2,9	-
	400	88,4 ± 5,3 b	76,7 ± 5,7	1/6,72/0,0606
	500	79,2 ± 15,4 b	87,5 ± 8,4	1/ 0,67/0,4601
	600	64,7 ± 9,8 b	83,5 ± 14,5	1/ 3,46/0,1366
	700	82,0 ± 8,1 b	70,9 ± 19,9	1/0,81/0,4197
	df/ F/ P	4/2,68/0,0942	4/ 0,93/0,4865	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	70,2	52,9	
	500	73,0	65,0	
	600	73,0	79,3	
	700	77,1	72,4	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	149,3 ± 12,6 a	149,3 ± 12,6 a	-
	400	86,3 ± 17,4 b	79,3 ± 10,1 b	1/0,36/0,5792
	500	57,3 ± 2,9 c	74,0 ± 15,1 b	1/ 3,53/0,1336
	600	44,7 ± 3,8 c	44,0 ± 27,2 b	1/ 0,0/0,9685
	700	36,3 ± 6,7 cB	57,7 ± 10,2 bA	1/ 9,18/0,0388
	df/ F/ P	4/59,56/<,0001	4/18,68/0,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	99,3 ± 0,7 a	99,3 ± 0,7 a	-
	400	98,3 ± 1,9 a	95,4 ± 0,8 ab	1/5,70/0,0755
	500	93,6 ± 1,2 ab	96,6 ± 1,6 ab	1/7,15/0,0556
	600	93,1 ± 4,4 ab	92,8 ± 3,9 ab	1/ 0,01/0,9228
	700	78,4 ± 11,6 b	89,8 ± 4,6 b	1/ 2,50/0,1890
	df/ F/ P	4/6,58/0,0073	4/4,88/0,0192	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	42,2	46,9	
	500	61,6	50,4	
	600	70,1	70,5	
	700	75,7	61,4	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	16,7 $\pm$ 6,7 a	16,7 $\pm$ 6,7 a	-
	400	0,7 $\pm$ 0,6 b	2,0 $\pm$ 3,5 b	1/ 0,43/0,5467
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,7 $\pm$ 0,6 b	1/ 4,0/0,1161
	600	0,3 $\pm$ 0,6 b	1,3 $\pm$ 2,3 b	1/0,53/0,5072
	700	0,3 $\pm$ 0,6 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	4/17,67/0,0002	4/12,01/0,0008	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	98,4 $\pm$ 3,4 a	98,4 $\pm$ 3,4	-
	400	66,7 $\pm$ 57,7 ab	33,3 $\pm$ 57,7	1/ 0,50/0,5185
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7	1/ 4,0/0,1161
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0	1/-/-
	700	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0	1/-/-
	<i>df/ F/ P</i>	4/9,44/ 0,0020	4/1,74/0,3275	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	95,8	88,0	
	500	100,0	95,8	
	600	98,2	92,2	
	700	98,2	100,0	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.1.2. Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 596

Insekticidno djelovanje

U tretiranom kukuruzu hibrid OSSK 596, formulacija N Form je bila visoko učinkovita za sve tri testirane vrste kukaca, s postignutim 100% mortalitetom već nakon 7 dana ekspozicije (tablica 6.). Maksimalni mortalitet odraslih jedinki *R. dominica* i *T. castaneum* je postignut već pri najnižoj koncentraciji (400 ppm), a odraslih jedinki *S. oryzae* na 500 ppm. Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u mortalitetu testiranih vrsta kukaca. U usporedbi s DZ SilicoSec[®], insekticidna aktivnost N Form je bila statistički značajno jača za sve tri vrste kukaca nakon 7 dana, te za vrstu *R. dominica* nakon 14 dana ekspozicije.

Tablica 6. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm$ SD) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom kukuruзу hibrid OSSK 596, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (400, 500, 600 i 700 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na kukuruzu hibrid OSSK 596		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0 A	21,7 $\pm$ 2,9 B	1/ 2209,0/ <,0001
	500	90,0 $\pm$ 10,0 A	43,3 $\pm$ 7,6 B	1/ 41,26/ 0,0030
	600	95,0 $\pm$ 8,7 A	50,0 $\pm$ 18,0 B	1/ 15,19/ 0,0176
	700	100,0 $\pm$ 0,0 A	51,7 $\pm$ 14,4 B	1/ 33,64/ 0,0044
	df/ F/ P	3/ 1,57/ 0,2705	3/ 3,81/ 0,0577	
14 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0 A	62,0 $\pm$ 0,0 B	1/ -/ <,0001
	500	100,0 $\pm$ 0,0	80,0 $\pm$ 15,6	1/ 4,94/ 0,0904
	600	100,0 $\pm$ 0,0 A	76,3 $\pm$ 8,6 B	1/ 22,61/ 0,0089
	700	100,0 $\pm$ 0,0 A	76,3 $\pm$ 2,9 B	1/ 201,64/ 0,0001
	df/ F/ P	3/ -/ -	3/ 2,34/ 0,1497	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	400	98,0 $\pm$ 3,5 A	85,7 $\pm$ 2,9 cB	1/ 22,44/ 0,0091
	500	100,0 $\pm$ 0,0 A	92,3 $\pm$ 2,9 bcB	1/ 21,16/ 0,0100
	600	98,0 $\pm$ 3,5	98,0 $\pm$ 3,4 ab	1/ 0,0/ 1,00
	700	98,0 $\pm$ 3,5	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 0,33/ 0,8108	3/ 17,33/ 0,0007	
14 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	500	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	600	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	700	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ -/ -	3/ -/ -	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0 A	58,3 $\pm$ 17,6 B	1/ 16,89/ 0,0147
	500	98,3 $\pm$ 2,9	70,0 $\pm$ 22,9	1/ 4,52/ 0,1008
	600	100,0 $\pm$ 0,0 A	93,3 $\pm$ 2,9 B	1/ 16,0/ 0,0161
	700	100,0 $\pm$ 0,0	93,3 $\pm$ 11,5	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 1,0/ 0,4411	3/ 3,77/ 0,0592	
14 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0	95,0 $\pm$ 5,0	1/ 3,0/ 0,1583
	500	100,0 $\pm$ 0,0	93,3 $\pm$ 11,5	1/ 1,0/ 0,3739
	600	100,0 $\pm$ 0,0 A	95,0 $\pm$ 0,0 B	1/ -/ <,0001
	700	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ -/ -	3/ 0,63/ 0,6150	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar

pojednog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *T. castaneum* (nakon 7 i 14 dana ekspozicije) i *R. dominica* (nakon 7 dana ekspozicije), podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu. Za ostale kontrolne tretmane (*R. dominica* nakon 14 dana i *S. oryzae* nakon 7 i 14 dana) mortalitet je iznosio $>5\%$, te je za te podatke učinjena korekcija mortaliteta prema Schneider-Orelli formuli.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranom kukuruzu hibrida OSSK 596, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 7.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=157,71$; $P < 0,0001$; $F=23,24$; $P < 0,0001$, odnosno $F=103,7$; $P < 0,0001$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (400 ppm). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 91,4% do 100,0% ovisno o apliciranoj koncentraciji, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije bio je 0,0% i 54,0%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 95,6% do 98,8%, ovisno o koncentraciji. Udio živih odraslih jedinki bio je nizak (od 0,0% do 11,1%). Prosječno mali broj potomstva vrste *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija se kretala od 94,0% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form što je bilo izraženo kroz jaču inhibiciju potomstva, odnosno manji broj razvijenog potomstva te manji udio živih jedinki među razvijenim potomstvom. Ova razlika je najviše bila izražena kod vrste *R. dominica*, i to u statistički značajno manjem broj razvijenog potomstva pri koncentracijama od 500, 600 i 700 ppm ($F=12,10$; $P=0,0254$, $F=18,27$; $P=0,0129$, odnosno $F=73,92$; $P=0,0010$) te značajno manjem udjelu živih jedinki među razvijenim potomstvom pri 400 i 600 ppm ($F=105,75$; $P=0,0005$, odnosno $F=15,08$; $P=0,0178$). U tretmanu s formulacijom N Form je zabilježena jača inhibicija potomstva *R. dominica* u odnosu na tretman s DZ SilicoSec[®] (96,0%, odnosno 81,5%), kao i kod vrste *T. castaneum* (97,6%, odnosno 95,0%), dok je inhibicija potomstva *S. oryzae*, bila približno podjednaka u oba tretmana.

Tablica 7. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na kukuruzu hibrid OSSK 596 tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u kukuruzu hibrida OSSK 596		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	70,0 ± 7,2 a	70,0 ± 7,2 a	-
	400	6,0 ± 2,6 b	20,3 ± 8,9 b	1/ 7,06/0,0566
	500	4,0 ± 2,6 bB	11,3 ± 2,5 bA	1/ 12,10/0,0254
	600	1,3 ± 2,3 bB	10,0 ± 2,6 bA	1/ 18,27/0,0129
	700	0,0 ± 0,0 bB	10,3 ± 2,1 bA	1/ 73,92/0,0010
	df/ F/ P	4/157,71/<,0001	4/60,72/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	80,6 ± 4,1 a	80,6 ± 4,1	-
	400	0,0 ± 0,0 bB	98,8 ± 0,4 A	1/105,75/0,0005
	500	54,4 ± 47,2 ab	98,7 ± 1,3	1/ 0,06/0,8184
	600	8,3 ± 14,4 bB	63,9 ± 20,1 A	1/ 15,08/0,0178
	700	0,0 ± 0,0 bB	92,8 ± 6,4 A	1/300,97/<,0001
	df/ F/ P	4/8,28/0,0032	4/ 3,31/0,0569	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	91,4	71,0	
	500	94,3	83,8	
	600	98,1	85,7	
	700	100,0	85,3	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	166,0 ± 58,1 a	166,0 ± 58,1 a	-
	400	7,3 ± 3,1 b	5,3 ± 4,6 b	1/ -/-
	500	4,3 ± 2,1 b	4,0 ± 3,6 b	1/ 0,94/0,3869
	600	2,0 ± 1,0 bB	8,3 ± 3,8 bA	1/ 7,85/0,0487
	700	2,0 ± 1,0 b	4,3 ± 2,1 b	1/ 4,0/0,1161
	df/ F/ P	4/23,24/<,0001	4/22,54/0,0003	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	98,1 ± 0,8 a	98,1 ± 0,8 a	-
	400	3,3 ± 5,8 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	500	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	600	11,1 ± 19,2 b	0,0 ± 0,0 b	1/ 1,0/0,3739
	700	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	df/ F/ P	4/67,07/<,0001	4/457,9/<,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	95,6	96,8	
	500	97,4	97,8	
	600	98,8	95,0	
	700	98,8	97,2	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	16,7 $\pm$ 2,5 a	16,7 $\pm$ 2,5 a	-
	400	0,6 $\pm$ 1,2 b	1,0 $\pm$ 1,0 b	1/ 0,14/0,7247
	500	1,0 $\pm$ 0,0 b	1,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 1,0/0,3739
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/-/-
	700	0,0 $\pm$ 0,0 b	1,0 $\pm$ 1,0 b	1/3,0/0,1573
	df/ F/ P	4/103,7/<,0001	4/87,21/<,0001	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	400	16,7 $\pm$ 28,9 b	66,7 $\pm$ 57,7 ab	1/ 1,80/0,2508
	500	66,7 $\pm$ 57,7 ab	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ 1,0/0,3739
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/-/-
	700	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7 ab	1/ 4,0/0,1161
	df/ F/ P	4/7,20/ 0,0054	4/3,75/0,0410	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	96,4	94,0	
	500	94,0	92,0	
	600	100,0	100,0	
	700	100,0	94,0	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.1.3. Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 617

Insekticidno djelovanje

Formulacija N Form je imala slično djelovanje i na hibridu OSSK 617 (tablica 8.). Maksimalni mortalitet je postignut kod sve tri testirane vrste kukaca nakon 7 dana ekspozicije (pri 600 ppm na *R. dominica* i 700 ppm na *S. oryzae* i *T. castaneum*). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u mortalitetu testiranih vrsta kukaca. U usporedbi s DZ SilicoSec[®], insekticidna aktivnost N Form je bila statistički značajno jača na vrstama *R. dominica* i *T. castaneum* nakon 7 dana ekspozicije. Vrijednosti mortaliteta su bile za oko 50 % više pri svim koncentracijama na *R. dominica*, te na *T. castaneum* na 400 ppm. Učinkovitost formulacije N Form na *S. oryzae* je bila na istoj razini kao i učinkovitost DZ SilicoSec[®], osim pri 400 i 500 ppm, pri čemu je bila viša, ali bez statističkih razlika.

Tablica 8. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm$ SD) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom kukuruзу hibrid OSSK 617, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (400, 500, 600 i 700 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na kukuruzu hibrid OSSK 617		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ <i>p</i>
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	400	88,3 $\pm$ 7,6 A	26,7 $\pm$ 7,3 bB	1/ 97,79/ 0,0006
	500	93,3 $\pm$ 7,6 A	48,3 $\pm$ 2,9 aB	1/ 91,12/ 0,0007
	600	100,0 $\pm$ 0,0 A	50,0 $\pm$ 5,0 aB	1/ 300,00/ <,0001
	700	100,0 $\pm$ 0,0 A	58,3 $\pm$ 5,8 aB	1/ 156,25/ 0,0002
	<i>df/ F/ P</i>	3/ 3,31/ 0,0781	3/ 17,51/ 0,0007	
14 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0 A	71,7 $\pm$ 5,8 cB	1/ 72,25/ 0,0011
	500	100,0 $\pm$ 0,0 A	80,0 $\pm$ 5,0 bcB	1/ 48,00/ 0,0023
	600	100,0 $\pm$ 0,0 A	88,3 $\pm$ 2,9 abB	1/ 49,0/ 0,0022
	700	100,0 $\pm$ 0,0	96,7 $\pm$ 5,8 a	1/ 1,00/ 0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	3/ -/ -	3/ 13,89/ 0,0015	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	400	91,7 $\pm$ 2,9	83,3 $\pm$ 10,4 b	1/ 1,79/ 0,2524
	500	96,7 $\pm$ 5,8	91,7 $\pm$ 2,9 ab	1/ 1,80/ 0,2508
	600	96,7 $\pm$ 2,9	96,7 $\pm$ 2,8 ab	1/ 0,00/ 1,00
	700	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	<i>df/ F/ P</i>	3/ 2,83/ 0,1062	3/ 5,04/ 0,0299	
14 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	500	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	600	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	700	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	<i>df/ F/ P</i>	3/ -/ -	3/ -/ -	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	400	93,3 $\pm$ 2,9 A	46,7 $\pm$ 7,6 bB	1/ 98,0/ 0,0006
	500	96,7 $\pm$ 2,9	71,7 $\pm$ 20,2 ab	1/ 4,50/ 0,1012
	600	96,7 $\pm$ 5,8	90,0 $\pm$ 13,2 a	1/ 0,64/ 0,4685
	700	100,0 $\pm$ 0,0	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	3/ 1,778/ 0,2290	3/ 9,68/ 0,0049	
14 dana	400	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	500	100,0 $\pm$ 0,0	96,7 $\pm$ 2,9	1/ 4,00/ 0,1161
	600	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	700	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/ -
	<i>df/ F/ P</i>	3/ -/ -	3/ 4,0/ 0,0519	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar

pojednog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki testiranih vrsta kukaca nakon 7 dana ili je iznosio $< 3\%$ nakon 14 dana ekspozicije, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukca koji su se razvili u tretiranom kukuruzu hibrida OSSK 617, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 9.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=16,34$; $P=0,0002$; $F=17,67$; $P=0,0002$, odnosno $F=21,63$; $P<0,0001$) zabilježen je pri najnižoj koncentraciji (400 ppm). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Među razvijenim potomstvom F1 generacije, nije bilo živih jedinki, osim kod *T. castaneum* pri koncentraciji od 400 ppm (66,7%). Inhibicija potomstva se kretala od 97,0% do 100,0% kod *R. dominica*, od 97,0% do 100,0% kod *S. oryzae*, te od 94,0% do 100,0% kod *T. castaneum*, ovisno o koncentraciji.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form što je bilo izraženo kroz jaču inhibiciju potomstva, odnosno manji broj razvijenog potomstva te manji udio živih jedinki među razvijenim potomstvom. Ova razlika je najviše bila izražena kod vrste *R. dominica* i to pri svim koncentracijama. Tako je zabilježeno statistički značajno manji broj razvijenog potomstva pri koncentracijama od 400, 500, 600 i 700 ppm ($F=25,03$; $P=0,0075$, $F=67,70$; $P=0,0012$, $F=28,13$; $P=0,0061$, odnosno $F=289,0$; $P<0,0001$). Nadalje, značajna razlika uočena je i u manjem udjelu živih jedinki među razvijenim potomstvom pri svim koncentracijama, naime kod formulacije N Form nije bilo preživjelih dok je kod DZ SilicoSec[®] prosječan udio preživjelih iznosio 84,5%. Kod vrsta *S. oryzae* i *T. castaneum* je također uočen manji broj potomstva, ali bez značajnih razlika, kao i jača inhibicija potomstva (98,8%, odnosno 94,5% i 98,8%, odnosno 64,5%).

Tablica 9. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na kukuruzu hibrid OSSK 617 tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u kukuruzu hibrida OSSK 617		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	33,3 ± 14,0 a	33,3 ± 14,0 a	-
	400	1,0 ± 1,0 bB	23,0 ± 7,5 abA	1/ 25,03/0,0075
	500	0,3 ± 0,6 bB	9,0 ± 1,7 bA	1/ 67,70/0,0012
	600	0,3 ± 0,6 bB	5,3 ± 1,5 bA	1/ 28,13/0,0061
	700	0,0 ± 0,0 bB	5,6 ± 0,6 bA	1/ 289,0/<,0001
	df/ F/ P	4/16,34/0,0002	4/8,89/0,0025	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	74,7 ± 2,6 a	74,7 ± 2,6	-
	400	0,0 ± 0,0 bB	80,7 ± 11,8A	1/141,06/0,0003
	500	0,0 ± 0,0 bB	67,0 ± 19,0A	1/ 37,43/0,0036
	600	0,0 ± 0,0 bB	90,5 ± 16,5A	1/ 90,25/0,0007
	700	0,0 ± 0,0 bB	100,0 ± 0,0A	1/-/<,0001
	df/ F/ P	4/2432,8/<,0001	4/ 3,25/0,0595	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	97,0	31,0	
	500	99,0	73,0	
	600	99,1	84,0	
	700	100,0	83,0	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	54,0 ± 1,5 a	54,0 ± 1,5 a	-
	400	1,7 ± 1,2 b	6,3 ± 5,9 b	1/ 1,83/0,2473
	500	1,0 ± 1,0 b	4,0 ± 4,0 b	1/ 3.90/0,1194
	600	0,0 ± 0,0 b	1,3 ± 2,3 b	1/ 1,0/0,3739
	700	0,0 ± 0,0 b	0,3 ± 0,6 b	1/ 1,0/0,3739
	df/ F/ P	4/17,67/0,0002	4/14,78/0,0003	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	95,8 ± 0,9 a	98,1 ± 0,8 a	-
	400	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	500	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	600	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	700	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b	1/-/-
	df/ F/ P	4/3576,7/<,0001	4/3576,7/<,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	97,0	88,3	
	500	98,2	92,6	
	600	100,0	97,5	
	700	100,0	99,4	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	11,0 $\pm$ 4,0 a	11,0 $\pm$ 4,0 a	-
	400	0,6 $\pm$ 0,6 b	1,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 2,0/0,2302
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,3 $\pm$ 0,5 b	1/ 1,0/0,3739
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/-/-
	700	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,3 $\pm$ 0,6 b	1/1,0/0,3739
	df/ F/ P	4/21,63/<,0001	4/19,68/<,0001	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	400	66,7 $\pm$ 57,7 ab	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ 1,0/0,3739
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7 ab	1/ 1,0/0,3739
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/-/-
	700	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7 ab	1/1,0/0,3739
	df/ F/ P	8/11,0/ 0,0016	4/4,50/0,0245	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	94,0	87,9	
	500	100,0	97,0	
	600	100,0	100,0	
	700	100,0	97,0	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.1.4. Tretman na kukuruзу hibrid Drava 404

Insekticidno djelovanje

Za razliku od tretmana kukuruza na prethodna dva hibrida (OSSK 596 i OSSK 617), u tretmanu s hibridom DRAVA 404 formulacija N Form je bila slabije učinkovita za sve tri testirane vrste kukaca (tablica 10.). Najviši postignuti mortalitet odraslih jedinki *R. dominica* iznosio je 60,0% (pri 600 ppm, nakon 14 dana), *S. oryzae* 93,3% (pri 700 ppm, nakon 14 dana) i *T. castaneum* 75% (pri 700 ppm, nakon 14 dana). Između koncentracija formulacije N Form zabilježene su statističke značajne razlike između najniže i viših koncentracija, i to u mortalitetu *R. dominica* nakon 7 dana, *S. oryzae* nakon 14 dana i *T. castaneum* nakon 7 i 14 dana ekspozicije. U usporedbi s DZ SilicoSec[®], insekticidna aktivnost N Form je bila jača u svim tretmanima i to za sve tri vrste kukaca, no statistički

značajno jače djelovanje je uočeno samo kod vrsta *R. dominica* (pri 700 ppm nakon 7 dana i pri 400 i 500 ppm nakon 14 dana) i *T. castaneum* (pri 600 i 700 ppm nakon 7 i 14 dana).

Tablica 10. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm$ SD) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom kukuruzu hibrid DRAVA 404, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri koncentracijama od 400, 500, 600 i 700 ppm

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na kukuruzu hibrid Drava 404		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	400	8,3 $\pm$ 7,6 b	5,0 $\pm$ 5,5	1/ 0,4/ 0,5614
	500	11,7 $\pm$ 5.8 b	3,3 $\pm$ 2,9	1/ 5,0/ 0,0890
	600	25,0 $\pm$ 8,7 ab	10,0 $\pm$ 8,7	1/ 4,59/ 0,1012
	700	36,7 $\pm$ 8,8 aA	6,7 $\pm$ 2,9 B	1/64,8/0,0013
	df/ F/ P	3/ 9,9/ 0,0205	3/ 0,75/ 0,5743	
14 dana	400	31,7 $\pm$ 2,9 A	16,7 $\pm$ 7,6 bB	1/ 10,13/ 0,0335
	500	25,0 $\pm$ 5,0 A	13.3 $\pm$ 2,9 bB	1/ 12,25/ 0,0249
	600	60,0 $\pm$ 21,8	36,7 $\pm$ 11,5 a	1/ 2,68/ 0,1766
	700	55,0 $\pm$ 30,0	16,7 $\pm$ 2,9 b	1/ 4,85/ 0,0923
	df/ F/ P	3/ 2,87/ 0,1717	3/ 3,10/ 0,1476	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	400	16,7 $\pm$ 7,6	8,3 $\pm$ 7,6	1/ 1,79/ 0,2524
	500	26,7 $\pm$ 20,8	16,7 $\pm$ 16,1	1/ 0,43/ 0,5461
	600	45,0 $\pm$ 20,0	31,7 $\pm$ 27,5	1/ 0,46/ 0,5347
	700	45,0 $\pm$ 15,0	36,7 $\pm$ 16,1	1/0,43/ 0,5473
	df/ F/ P	3/ 2,9/ 0,1572	3/ 2,22/ 0,2267	
14 dana	400	26,7 $\pm$ 5,8 b	20.0 $\pm$ 5.0	1/ 2,29/ 0,2051
	500	58,3 $\pm$ 30,5 ab	30.0 $\pm$ 17,3	1/ 1,95/ 0,2348
	600	63,3 $\pm$ 16,1 ab	63,3 $\pm$ 37,8	1/ 0,0/ 1,00
	700	93,3 $\pm$ 7,6 a	70.0 $\pm$ 13,2	1/ 7,0/ 0,0572
	df/ F/ P	3/ 97,0/ 0,0020	3/ 9,94/ 0,0289	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	400	26,7 $\pm$ 20,8 b	1,7 $\pm$ 2,9	1/ 4,25/ 0,1084
	500	10,0 $\pm$ 8,7 ab	5,0 $\pm$ 5,0	1/ 0,75/ 0,4353
	600	55,0 $\pm$ 20,0 aA	11,7 $\pm$ 5,8 B	1/ 13,0/ 0,0226
	700	63,3 $\pm$ 16,1 aA	5,0 $\pm$ 5,0 B	1/ 36,0/ 0,0039
	F/P	3/ 85,0/ 0,0325	3/ 1,9/ 0,2644	
14 dana	400	33,3 $\pm$ 22,5 b	6,7 $\pm$ 2,9 b	1/ 4,13/ 0,1120
	500	20,0 $\pm$ 13,0 ab	11,7 $\pm$ 2,9 b	1/ 1,14/ 0,3465
	600	60,0 $\pm$ 18,0 abA	25,0 $\pm$ 5,0 aB	1/ 10,50/ 0,0317
	700	75,0 $\pm$ 18,0 aA	16,7 $\pm$ 7,6 abB	1/ 26,63/ 0,0067
	df/ F/ P	3/ 5,55/ 0,0580	3/ 8,03/ 0,0321	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima odraslih jedinki *R. dominica* i *T. castaneum* nije uočen mortalitet, a kod *S. oryzae* mortalitet je iznosio $< 5\%$, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranom kukuruzu hibrida Drava 404, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 11.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=35,33$; $P < 0,0001$; $F=59,56$; $P < 0,0001$, odnosno $F=17,67$; $P=0,0008$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (400 ppm). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 70,2% do 81,0%, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije bio je od 64,7% do 88,4%, ovisno o apliciranoj koncentraciji. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 42,2% do 75,7% s visokim udjelom živih odraslih jedinki, krećući se od 78,4% do 98,3%, ovisno o koncentraciji. Najmanji broj potomstva zabilježen je kod *T. castaneum*. Inhibicija potomstva je iznosila od 95,8% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec®, uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form što je bilo izraženo u manjem broju razvijenog potomstva sve tri vrste kukaca, s tim da je značajna razlika zabilježena samo kod *S. oryzae* pri koncentraciji od 700 ppm (36,3, odnosno 87,7; $F=9,18$; $P=0,00388$). Bolje djelovanje formulacije N Form u odnosu na DZ SilicoSec® vidljivo je i kroz jaču inhibiciju potomstva *R. dominica* (74,3%, odnosno 67,5%), *S. oryzae* (62,4%, odnosno 57,3%) i *T. castaneum* (98,1%, odnosno 93,9%).

Tablica 11. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na kukuruzu hibrid DRAVA 404 tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u kukuruzu hibrida Drava 404		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	58,0 ± 8,5 a	58,0 ± 8,5 a	-
	400	17,3 ± 2,1 b	27,3 ± 8,3 b	1/ 4,07/0,1138
	500	15,7 ± 3,0 b	30,3 ± 2,3 b	1/ 4,45/0,1024
	600	15,7 ± 6,5 b	11,7 ± 5,7 b	1/ 0,64/0,4676
	700	11,0 ± 5,6 b	16,0 ± 7,9 b	1/ 0,80/0,4222
	df/ F/ P	4/35,33/<,0001	4/21,0/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	75,2 ± 2,9	75,2 ± 2,9	-
	400	88,4 ± 5,3	76,7 ± 5,7	1/6,72/0,0606
	500	79,2 ± 15,4	87,5 ± 8,4	1/ 0,67/0,4601
	600	64,7 ± 9,8	85,9 ± 12,2	1/ 5,50/0,0790
	700	77,2 ± 15,1	70,9 ± 19,9	1/0,19/0,6843
	df/ F/ P	4/1,82/0,2015	4/ 1,17/0,3809	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	70,2	52,9	
	500	72,9	65,0	
	600	72,9	79,8	
	700	81,0	72,4	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	149,3 ± 12,6 a	149,3 ± 12,6 a	-
	400	86,3 ± 17,4 b	79,3 ± 10,1 b	1/ 0,36/0,5792
	500	57,3 ± 2,9 c	74,0 ± 15,1 b	1/ 3,53/0,1336
	600	44,7 ± 3,8 c	44,0 ± 27,2 b	1/ 0,00/0,9685
	700	36,3 ± 6,6 cB	57,7 ± 10,2 bA	1/ 9,18/0,0388
	df/ F/ P	4/59,56/<,0001	4/18,68/0,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	99,3 ± 0,7 a	99,3 ± 0,7 a	-
	400	98,3 ± 1,9 a	95,4 ± 0,8 ab	1/ 5,70/0,0755
	500	93,6 ± 1,2 ab	96,6 ± 1,6 ab	1/7,15/0,0556
	600	93,1 ± 4,4 ab	92,8 ± 3,9 ab	1/0,01/0,9228
	700	78,4 ± 11,6 b	89,8 ± 4,6 b	1/ 2,50/0,1890
	df/ F/ P	4/6,58/0,0073	4/4,88/0,0192	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	42,2	46,9	
	500	61,6	50,4	
	600	70,1	70,5	
	700	75,7	61,3	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	16,7 $\pm$ 6,6 a	16,7 $\pm$ 6,6 a	-
	400	0,7 $\pm$ 0,6 b	2,0 $\pm$ 3,5 b	1/ 0,43/0,5467
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,7 $\pm$ 0,6 b	1/ 4,0/0,1161
	600	0,3 $\pm$ 0,6 b	1,3 $\pm$ 2,3 b	1/0,53/0,5072
	700	0,3 $\pm$ 0,6 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	4/17,67/0,0002	4/12,01/0,0008	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	96,4 $\pm$ 3,4 a	96,4 $\pm$ 3,4	-
	400	66,7 $\pm$ 57,7 ab	33,3 $\pm$ 57,7	1/ 0,50/0,5185
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7	1/ 4,0/0,1161
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0	1/-/-
	700	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0	1/-/-
	<i>df/ F/ P</i>	8/9,44/ 0,0020	4/4,01/0,0342	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	400	95,8	88,0	
	500	100,0	95,8	
	600	98,2	92,2	
	700	98,2	100,0	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (400, 500, 600 i 700 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.1.5. Letalne koncentracije formulacije N Form za vrste *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* u tretmanima na kukuruzu hibrida Drava 404, OSSK 596 i OSSK 617

Procijenjene vrijednosti letalnih koncentracija LD₅₀ i LD₉₀ formulacije N Form su bile različite ovisno o vrsti kukca i hibridu kukuruza na kojem je proveden tretman zaprašivanja (tablica 12.). Kod vrste *R. dominica* u tretmanima na kukuruzu hibrida Drava 404 i OSSK 596 raspon mortaliteta odraslih jedinki nije bio dovoljno širok (radi pre niskog mortaliteta, odnosno 100% mortaliteta pri najnižoj koncentraciji) stoga procjena letalnih vrijednosti nije bila moguća. Kod vrste *S. oryzae* najniže letalne koncentracije LD₅₀ i LD₉₀ zabilježene su na hibridu Drava 404 (124,3 ppm, odnosno 346,4 ppm).

U usporedbi sa DZ SilicoSec[®], letalne koncentracije formulacije N Form za suzbijanje 50% i 90% populacije *S. oryzae* su bile niže kod sva tri hibrida kukuruza.

Također, jača djelotvornost formulacije N Form u odnosu na DZ SilicoSec[®], zabilježena je i kod vrste *T. castaneum*. Najniža LD₅₀ i LD₉₀ vrijednosti su postignute na hibridu OSSK 617 (159,4 ppm), odnosno Drava 404 (352,6 ppm).

Tablica 12. Letalne koncentracije (LD₅₀, LD₉₀) formulacije N Form i DZ SilicoSec[®] za vrste *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* u tretmanu na kukuruzu hibrida Drava 404, OSSK 596 i OSSK 617

Tretman	Hibrid	95% Confidence Limit (koncentracija ppm)		Chi-square test** Chi-sq / df / p
		LD ₅₀ * (Lower – Upper Limit)	LD ₉₀ * (Lower – Upper Limit)	
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
N Form	Drava 404	-***	-***	17,13/ 10/ 0,072
	OSSK 596	100% (400 ppm)	-	-
	OSSK 617	188,0 (. – 316,5)	370,6 (. – 428,9)	4,62/ 10/ 0,915
DZ	Drava 404	310,3 (-)	471,5 (-)	65,49/ 10/ 0,000
SilicoSec®	OSSK 596	376,5 (322,9-406,1)	505,9 (479,2-549,5)	8,88/ 10/ 0,543
	OSSK 617	334,3 (159,7-386,2)	458,5 (399,3-584,8)	20,17/ 10/ 0,028
<i>Sitophilus oryzae</i>				
N Form	Drava 404	124,3 (-)	346,4 (-)	10,17/ 10/ 0,426
	OSSK 596	239,3 (-)	352,6 (-)	1,10/ 10/ 1,000
	OSSK 617	185,2 (. – 338,7)	446,3 (232,2-562,7)	16,43/ 10/ 0,088
DZ	Drava 404	158,9 (-)	455,6 (-)	70,87/ 10/ 0,000
SilicoSec®	OSSK 596	296,4 (71,5-355,8)	416,6 (359,2-460,3)	2,59/ 10/ 0,989
	OSSK 617	328,1 (154,9-369,7)	430,5 (401,6-476,0)	3,73/ 10/ 0,959
<i>Tribolium castaneum</i>				
N Form	Drava 404	239,3 (-)	352,6 (-)	4,09/ 10/ 0,943
	OSSK 596	251,5 (-)	376,0 (-)	0,90/ 10/ 1,000
	OSSK 617	159,4 (. – 303,6)	373,4 (327,9-436,8)	4,39/ 10/ 0,928
DZ	Drava 404	301,2 (77,8-357,7)	434,2 (393,6-478,8)	3,09/ 10/ 0,979
SilicoSec®	OSSK 596	309,0 (296,1-368,1)	411,8 (349,8-465,2)	6,21/ 10/ 0,797
	OSSK 617	326,0 (-)	499,5 (-)	44,25/ 10/ 0,000

* LD₅₀ i LD₉₀ vrijednosti su izražene u ppm (mg kg⁻¹)

** Pearson Goodness of - Fit Test (Probit)

*** Procjena letalnih vrijednosti nije moguća radi pre niskog mortaliteta jedinki (<55%) i pre malog raspona vrijednosti

3.1.1.6. Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između hibrida kukuruza

Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između tri hibrida kukuruza obavljena je na temelju podataka mortaliteta tri vrste kukaca nakon 14 dana ekspozicije pri koncentracijama od 400, 500, 600 i 700 ppm (tablica 13.). U tretmanu s hibridom Drava 404 uočen je statistički niži mortalitet sve tri vrste kukaca u odnosu na mortalitet postignut u tretmanima s hibridima OSSK 596 i OSSK 617. Već pri najnižoj koncentraciji od 400 ppm na hibridima OSSK 596 i OSSK 617 je postignut maksimalni mortalitet sve tri vrste kukaca. Kod *R. dominica* značajno niže vrijednosti mortaliteta uočene su pri sve četiri aplicirane koncentracije (31,7%, 25,0%, 60,0%, odnosno 55,0%), kod vrste *S. oryzae* pri 400 i 600 ppm (26,7%, odnosno 63,3%), te kod *T. castaneum* pri 400, 500 i 600 ppm (33,3%, 20,0%, odnosno 60,0%). Isti trend smanjene učinkovitosti na testirane vrste kukaca uočen je i u tretmanima s DZ SilicoSec®.

Tablica 13. Usporedba insekticidne učinkovitosti formulacije N Form između tri hibrida kukuruza nakon 14 dana ekspozicije pri različitim koncentracijama

Tretman	Hibrid kukuruza	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca			
		400 ppm	500 ppm	600 ppm	700 ppm
<i>Rhyzopertha dominica</i>					
N Form	Drava 404	31,7 $\pm$ 2,9 b	25,0 $\pm$ 5,0 b	60,0 $\pm$ 21,8 b	55,0 $\pm$ 30,0 b
	OSSK 596	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a
	OSSK 617	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a
	df/ F/ P	2/1681,0/<.0001	2/675,0/<.0001	2/10,11/0,0120	2/6,75/0,0291
DZ SilicoSec®	Drava 404	16,7 $\pm$ 7,6 b	13,3 $\pm$ 2,9 b	36,7 $\pm$ 11,5 b	16,7 $\pm$ 2,9 c
	OSSK 596	65,0 $\pm$ 0,0 a	81,7 $\pm$ 14,4 a	78,3 $\pm$ 7,6 a	78,3 $\pm$ 2,9 b
	OSSK 617	71,7 $\pm$ 5,8 a	80,0 $\pm$ 5,0 a	88,3 $\pm$ 2,9 a	96,7 $\pm$ 5,8 a
	df/ F/ P	2/88,45/<.0001	2/56,60/0,0001	2/33,79/0,0005	2/316,17/<.0001
<i>Sitophilus oryzae</i>					
N Form	Drava 404	26,7 $\pm$ 5,8 b	58,3 $\pm$ 30,6 b	63,3 $\pm$ 16,1 b	93,3 $\pm$ 7,6
	OSSK 596	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0
	OSSK 617	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0
	df/ F/ P	2/484,0/ <.0001	2/5,58/0,0427	2/15,61/0,0042	2/2,29/0,1828
DZ SilicoSec®	Drava 404	20,0 $\pm$ 5,0 b	30,0 $\pm$ 17,3 b	63,3 $\pm$ 37,9	70,0 $\pm$ 13,2 b
	OSSK 596	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0 a
	OSSK 617	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0 a
	df/ F/ P	2/768,0/ <.0001	2/49,0/0,0002	2/2,81/0,1374	2/15,43/0,0043
<i>Tribolium castaneum</i>					
N Form	Drava 404	33,3 $\pm$ 22,5 b	20,0 $\pm$ 13,2 b	60,0 $\pm$ 18,0 b	75,0 $\pm$ 18,0
	OSSK 596	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0
	OSSK 617	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0
	df/ F/ P	2/26,23/0,0011	2/109,71/ <.0001	2/14,17/0,0048	2/ 5,77/ 0,0400
DZ SilicoSec®	Drava 404	6,7 $\pm$ 2,9 b	11,7 $\pm$ 2,9 b	25,0 $\pm$ 5,0 b	16,7 $\pm$ 7,6 b
	OSSK 596	95,0 $\pm$ 5,0 a	93,3 $\pm$ 11,5 a	95,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a
	OSSK 617	100,0 $\pm$ 0,0 a	96,7 $\pm$ 2,9 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a
	df/ F/ P	2/744,25/<.0001	2/139,06/ <.0001	2/633,0/ <.0001	2/357,14/<.0001

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrstu kukca (*Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus oryzae* i *Tribolium castaneum*) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.2. Insekticidno djelovanje formulacije N Form na pšenici

3.1.2.1. Tretman na merkantilnoj pšenici

Insekticidno djelovanje

U tretiranoj merkantilnoj pšenici, formulacija N Form je bila različito učinkovita za testirane vrste kukaca, ovisno o koncentraciji i ekspoziciji (tablica 14.). Najviši mortalitet odraslih jedinki *R. dominica* iznosio je 98,3% (pri 600 ppm) i 100,0% (pri 600 ppm) nakon 7, odnosno 14 dana ekspozicije. Značajna razlika u visini mortaliteta između koncentracija uočena je između dvije niže i viših koncentracija nakon 7 dana i 14 dana ekspozicije ($F=61,63$; $P=0,0001$, odnosno $F=49,93$; $P=0,0001$). Kod vrste *S. oryzae*, postignut je maksimalni mortalitet pri koncentracijama od 600 ppm i 500 ppm, nakon 7, odnosno 14 dana ekspozicije. Najviši mortalitet odraslih jedinki *T. castaneum* iznosio je 98,3% (pri 600 ppm) i 100,0% (pri 400 ppm) nakon 7, odnosno 14 dana ekspozicije. Značajna razlika u visini mortaliteta između koncentracija uočena je između najniže i viših koncentracije nakon 7 i 14 dana ekspozicije ($F=24,44$; $P=0,0002$, odnosno $F=2,67$; $P=0,0003$).

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala jači insekticidni učinak na sve tri vrste kukaca. Statistički značajno viši mortalitet postignut kod vrste *R. dominica* pri 500 ppm nakon 7 dana ($F=12,8$; $P=0,0232$), te pri 300 i 500 ppm nakon 14 dana ekspozicije ($F=12,5$; $P=0,0241$, odnosno $F=40,5$; $P=0,00031$), kod vrste *S. oryzae* pri 300 ppm nakon 7 dana ekspozicije i 14 dana ($F=12,1$; $P=0,0254$), te kod vrste *T. castaneum* pri 300 i 400 ppm ($F=25,0$; $P=0,0075$, odnosno $F=12,0$; $P=0,00257$) nakon 7 dana i 14 dana ekspozicije ($F=30,3$; $P=0,0053$ i $F=12,0$; $P=0,0257$).

Tablica 14. Srednje vrijednost mortaliteta ($\% \pm \text{SD}$) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranoj merkantilnoj pšenici s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri koncentracijama od 300, 400, 500 i 600 ppm

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca na merkantilnoj pšenici		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	300	58,3 ± 2,9 b	55,0 ± 0,0 c	1/ 4,0/ 0,1161
	400	65,0 ± 5,0 b	55,0 ± 5,0 c	1/ 6,0/ 0,0705
	500	91,7 ± 5,8 aA	78,3 ± 2,8 bB	1/ 12,8/ 0,0232
	600	98,3 ± 2,9 a	90,0 ± 5,0 a	1/ 6,3/ 0,0668
	df/ F/ P	3/ 61,63/ 0,0001	3/ 63,0/ 0,0001	
14 dana	300	81,7 ± 2,9 bA	73,3 ± 2,9 cB	1/ 12,5/ 0,0241
	400	75,0 ± 5,0 b	76,7 ± 5,8 bc	1/ 0,14/ 0,7247
	500	98,3 ± 2,8 aA	93,3 ± 2,9 bB	1/ 40,5/ 0,0031
	600	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 49,93/ 0,0001	3/ 33,78/ 0,0001	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	300	73,3 ± 2,9 bA	55,3 ± 0,0 cB	1/ 121,0/ 0,0004
	400	80,0 ± 5,0 b	75,0 ± 5,0 b	1/ 1,5/ 0,2879
	500	98,3 ± 2,9 a	95,0 ± 0,0 a	1/ 4,0/ 0,1161
	600	100,0 ± 0,0 a	96,7 ± 2,9 a	1/ 4,0/ 0,1161
	df/ F/ P	3/ 9,60/ 0,0050	3/ 138,25/ 0,0001	
14 dana	300	83,3 ± 7,6 bA	65,0 ± 5,0 cB	1/ 12,1/ 0,0254
	400	90,0 ± 5,0 ab	83,3 ± 2,9 b	1/ 4,0/ 0,1161
	500	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	600	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 6,9/ 0,0127	3/ 100,25/ 0,0001	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	300	76,7 ± 5,8 bA	35,0 ± 13,2 bB	1/ 25,0/ 0,0075
	400	95,0 ± 0,0 aA	85,0 ± 5,0 aB	1/ 12,0/ 0,0257
	500	96,7 ± 2,9 a	93,3 ± 2,9 a	1/ 2,0/ 0,2302
	600	98,3 ± 2,9 a	100,0 ± 0,0 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 24,44/ 0,0002	3/ 50,24/ 0,0001	
14 dana	300	93,3 ± 2,9 bA	70,0 ± 5,0 cB	1/ 30,3/ 0,0053
	400	100,0 ± 0,0 aA	90,0 ± 5,0 bB	1/ 12,0/ 0,0257
	500	98,3 ± 2,9 a	100,0 ± 0,0 a	1/ 1,0/ 0,3739
	600	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 22,67/ 0,0003	3/ 48,3/ 0,0001	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene

statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranoj merkantilnoj pšenici, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 15.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=115,58$; $P<0,0001$; $F=221,18$; $P<0,0001$, odnosno $F=30,50$; $P<0,0001$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (300 ppm). Sa svakim povećanjem koncentracije formulacije N Form, broj potomstva je opadao, ali bez značajnih razlika. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 81,5% do 95,7%, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije kretao se od 93,1% do 97,1%, ovisno o koncentraciji. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 97,5% do 100,0%, a udio živih odraslih jedinki od 0,0% do 81,0%, ovisno o koncentraciji. Prosječno mali broj potomstva vrste *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija se kretala od 87,9% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala jači utjecaj na smanjenje broja potomstva vrsta *R. dominica* i *S. oryzae*, pri čemu je uočeno značajno manji broj potomstva pri koncentracijama od 300, 400 i 500 ppm, te značajno manji udio živog potomstva vrste *S. oryzae* pri 500 i 600 ppm.

Tablica 15. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na merkantilnoj pšenici tretiranoj formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman na merkantilnom kukuruzu		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	361,7 ± 50,6 a	361,7 ± 50,6 a	-
	300	67,0 ± 3,0 b	80,3 ± 7,8 b	1/ 7,67/0,0502
	400	50,0 ± 3,6 bB	70,3 ± 2,3 bA	1/31,53/0,0049
	500	28,0 ± 11,0 bB	67,7 ± 3,5 bA	1/34,72/0,0041
	600	15,7 ± 4,9 bB	46,0 ± 5,6 bA	1/49,89/0,0021
	df/ F/ P	4/115,58/<,0001	4/98,15/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	97,1 ± 0,9	97,1 ± 0,9 a	-
	300	95,5 ± 0,2 A	90,3 ± 2,2 abB	1/16,07/0,0160
	400	94,7 ± 1,2	91,5 ± 2,5 c	1/ 4,10/0,1128
	500	95,3 ± 4,9	89,7 ± 0,9 c	1/ 3,81/0,1227
	600	93,1 ± 2,7	95,7 ± 1,9 ab	1/1,96/0,2338
	df/ F/ P	4/0,98/0,4585	4/ 10,15/0,0015	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	81,5	77,8	
	400	86,2	80,6	
	500	92,3	81,3	
	600	95,7	87,3	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	343,7 ± 39,6 a	343,7 ± 39,6 a	-
	300	8,7 ± 0,6 bB	20,0 ± 2,6 bA	1/52,55/0,0019
	400	7,3 ± 1,2 bB	20,3 ± 2,5 bA	1/66,13/0,0012
	500	0,0 ± 0,0 bB	6,70 ± 3,8 bA	1/ 9,30/0,0380
	600	0,0 ± 0,0 b	5,0 ± 3,5 b	1/ 6,25/0,0668
	df/ F/ P	4/221,18/<,0001	4/204,99/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	-
	300	81,0 ± 5,6 ab	89,8 ± 5,9 ab	1/3,51/0,1342
	400	61,1 ± 24,1 b	86,5 ± 4,2 b	1/3,25/0,1456
	500	0,0 ± 0,0 cB	21,1 ± 3,5 cA	1/106,7/0,0005
	600	0,0 ± 0,0 cB	70,4 ± 6,4 dA	1/361,0/0,0001
	df/ F/ P	4/5,58/0,0428	4/138,51/<,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	97,5	94,2	
	400	97,9	94,1	
	500	100,0	98,1	
	600	100,0	98,6	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	10,7 $\pm$ 3,2 a	10,7 $\pm$ 3,2 a	-
	300	1,3 $\pm$ 0,6 b	1,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 0,0/1,0
	400	0,0 $\pm$ 0,0 b	1,0 $\pm$ 1,0 b	1/ 3,0/0,1583
	500	0,3 $\pm$ 0,6 b	1,0 $\pm$ 1,0 b	1/3,0/0,1583
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,7 $\pm$ 0,6 b	1/4,0/0,1161
	<i>df/ F/ P</i>	4/30,50/<,0001	4/21,63/<,0001	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	300	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/-/-
	400	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7 a	1/ 4,0/0,1161
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7 a	1/ 4,0/0,1161
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7 a	1/ 4,0/0,1161
	<i>df/ F/ P</i>	4/- /<,0001	4/0,50/0,7368	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	87,9	87,9	
	400	100,0	90,7	
	500	97,2	90,7	
	600	100,0	93,5	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.2.2. Tretman na pšenici sorta Anđelka

Insekticidno djelovanje

U tretiranoj pšenici sorte Anđelka, formulacija N Form je pokazala zadovoljavajuću insekticidnu djelotvornost za sve tri testirane vrste kukaca (tablica 16.) Maksimalni mortalitet odraslih jedinki *R. dominica* i *S. oryzae* postignut je pri koncentraciji od 600 ppm, odnosno 400 ppm nakon 14 dana ekspozicije. Kod vrste *T. castaneum* najviši mortalitet je iznosio 96,7% pri 600 ppm nakon 14 dana ekspozicije. Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u mortalitetu testiranih vrsta kukaca, osim kod *S. oryzae* između 300 ppm i 400 ppm nakon 7 dana.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala jaču insekticidnu aktivnost za sve tri vrste kukaca, međutim statistički značajna razlika je zabilježena samo kod *R. dominica* pri 600 ppm nakon 14 dana ($F=12,0$; $P=0,00257$) i kod *T. castaneum* pri 400 ppm ($F=13,14$; $P=0,0223$) nakon 7 dana, te 300 ppm i 400 ppm nakon 14 dana ekspozicije ($F=25,04$; $P=0,0075$, odnosno $F=12,892$; $P=0,0229$).

Tablica 16. Srednje vrijednost mortaliteta ($\% \pm \text{SD}$) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranoj pšenici sorte Anđelka, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (300, 400, 500 i 600 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca na pšenici sorte Anđelka		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
Rhyzopertha dominica				
7 dana	300	63,3 ± 15,3	36,7 ± 7,6 b	1/ 7,31/ 0,0538
	400	66,7 ± 15,3	61,7 ± 10,4 ab	1/ 0,22/ 66,38
	500	86,7 ± 15,2	80,0 ± 10,0 a	1/ 0,40/ 0,5614
	600	83,3 ± 5,8	71,7± 17,6 a	1/ 1,20/ 0,3357
	df/ F/ P	3/ 2,24/ 0,1607	3/ 7,36/ 0,0109	
14 dana	300	76,6 ± 20,2	63,3 ± 7,6 b	1/1,14/ 0,3453
	400	85,0 ± 18,0	85,0 ± 13,2 ab	1/ 0,0/ 1,0
	500	98,3 ± 2,9	90,0 ± 10,0 a	1/1,92/ 0,2378
	600	100,0 ± 0,0 A	90,0 ± 5,0 aB	1/ 12,0/ 0,0257
	df/ F/ P	3/ 2,01/ 0,1916	3/ 5,42/ 0,0250	
Sitophilus oryzae				
7 dana	300	71,7 ± 10,4 b	86,7 ± 7,6	1/ 4,05/ 0,1145
	400	95,0 ± 5,0 a	81,7 ± 7,6	1/ 6,40/ 0,0647
	500	98,3 ± 2,9 a	86,7 ± 7,6	1/ 6,13/ 0,0686
	600	98,3 ± 2,9 a	96,7 ± 5,8	1/ 0,20/ 0,6779
	df/ F/ P	3/ 13,26/ 0,0018	3/ 2,28/ 0,1563	
14 dana	300	86,7 ± 18,9	98,3 ± 2,9	1/ 1,11/ 0,3508
	400	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	1/ -/ -
	500	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	1/ -/ -
	600	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 1,49/ 0,2897	3/ 1,0/ 0,4411	
Tribolium castaneum				
7 dana	300	23,3 ± 15,3	3,3 ± 2,9 b	1/ 4,97/ 0,1472
	400	45,0 ± 13,2 A	16,7 ± 2,9 abB	1/ 13,14/ 0,0223
	500	40,0 ± 35,0	21,7 ± 12,6 ab	1/ 0,73/ 0,4413
	600	30,0 ± 13,2	48,3 ± 24,7 a	1/ 1,29/ 0,3199
	df/ F/ P	3/ 0,63/ 0,6151	3/ 5,46/ 0,0245	
14 dana	300	76,7 ± 12,6 A	36,7 ± 5,8 cB	1/ 25,04/ 0,0075
	400	86,7 ± 14,4 A	55,0 ± 5,0 bcB	1/ 12,89/ 0,0229
	500	78,3 ± 29,3	70,0 ± 13,2 ab	1/ 0,20/ 0,6767
	600	96,7 ± 5,8	88,3 ± 20,2 a	1/ 0,47/ 0,5300
	df/ F/ P	3/ 0,80/ 0,5272	3/ 9,02/ 0,0006	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu;

$P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum*, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranoj pšenici sorte Anđelka, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 17.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=14,40$; $P=0,0004$; $F=15,03$; $P=0,0003$, odnosno $F=10,04$; $P=0,0016$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (300 ppm). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 93,6% do 99,6% ovisno o apliciranoj koncentraciji, dok je udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije bio od 11,1% do 85%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 75,3% do 98,1%, a udio živih odraslih jedinki od 34,5% do 91,8%, ovisno o koncentraciji. Kod *T. castaneum* inhibicija se kretala od 70,8% do 100%, a udio živih odraslih jedinki od 50,0% do 91,7%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form i to kroz jaču inhibiciju potomstva vrsta *R. dominica* (prosječno 89,7%, odnosno 95,5%) i manji udio živih jedinki među razvijenim potomstvom. Kod *R. dominica*, statistički značajna razlika uočena je u manjem broju razvijenog potomstva pri koncentraciji od 300 ppm ($F=23,68$; $P=0,0082$) i nižim udjelom živih jedinki pri koncentraciji od 400 ppm ($F=10,47$; $P=0,0318$). Kod *S. oryzae* je zabilježen statistički manji broj razvijenog potomstva pri koncentraciji od 500 ppm ($F=13,31$; $P=0,0247$).

Tablica 17. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih u pšenici sorte Anđelka tretiranoj formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u pšenici sorte Anđelka		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	73,3 ± 31,6 a	73,3 ± 31,6 a	-
	300	4,7 ± 0,6 bB	14,7 ± 3,5 bA	1/ 23,68/0,0082
	400	4,0 ± 1,7 b	8,3 ± 8,5 b	1/0,75/0,4360
	500	4,3 ± 3,0 b	3,3 ± 0,6 b	1/0,31/0,6072
	600	0,3 ± 0,6 b	4,0 ± 4,3 b	1/0,60/0,4818
	df/ F/ P	4/14,40/0,0004	4/12,06/0,0008	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	95,4 ± 5,2 a	95,4 ± 5,2 a	-
	300	85,0 ± 13,2 a	89,2 ± 5,2 a	1/0,26/0,6365
	400	27,8 ± 9,6 bA	64,4 ± 17,0 abB	1/10,47/0,0318
	500	22,8 ± 20,6 b	30,5 ± 4,8 b	1/ 0,40/0,5628
	600	11,1 ± 19,2 b	35,2 ± 30,6 b	1/1,33/0,3129
	df/ F/ P	4/20,71//<,0001	4/10,23/0,0015	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	93,6	79,9	
	400	94,6	88,7	
	500	94,1	95,5	
	600	99,6	94,6	
	Sitophilus oryzae			
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	372,7 ± 156,0 a	372,7 ± 156,0 a	-
	300	63,0 ± 9,5 b	40,0 ± 15,7 b	1/ 4,57/0,0994
	400	19,7 ± 13,0 b	25,3 ± 32,5 b	1/ 0,61/0,4783
	500	10,3 ± 4,9 bB	33,7 ± 10,4 bA	1/ 13,31/0,0247
	600	7,3 ± 3,8 bB	20,3 ± 3,5 bA	1/ 19,01/0,0121
	df/ F/ P	4/15,03/0,0003	4/13,79/0,0004	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	-
	300	91,8 ± 8,8 aB	70,6 ± 9,4 abA	1/8,12/0,0464
	400	48,8 ± 24,3 b	48,5 ± 20,2 bc	1/ 0,0/0,9892
	500	34,5 ± 5,1 b	26,4 ± 11,4 c	1/1,27/0,3221
	600	43,3 ± 20,3 b	25,3 ± 25,0 c	1/0,94/0,3871
	df/ F/ P	4/12,19/0,0007	4/12,01/0,0008	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	75,3	89,3	
	400	94,7	93,2	
	500	97,2	90,9	
	600	98,1	94,6	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	11,3 $\pm$ 5,0 a	11,3 $\pm$ 5,0 a	-
	300	3,3 $\pm$ 1,1 bA	1,0 $\pm$ 0,0 bB	1/12,25/0,0249
	400	2,0 $\pm$ 1,7 b	1,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 0,4/0,5614
	500	1,0 $\pm$ 1,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/ 3,0/0,1583
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,7 $\pm$ 1,1 b	1/ 1,0/0,3739
	df/ F/ P	4/10,04/0,0016	4/12,58/0,0006	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	300	91,7 $\pm$ 14,4 ab	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ 1,0/0,3739
	400	66,7 $\pm$ 57,7 ab	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/1,0/0,3739
	500	50,0 $\pm$ 50,0 ab	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/3,0/0,1583
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7 ab	1/ 1,0/0,3739
	df/ F/ P	8/3,93/ 0,0360	4/10,0/0,0016	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	70,8	91,2	
	400	82,3	88,5	
	500	91,2	100,0	
	600	100,0	93,8	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.2.3. Tretman na pšenici sorta Klasan

Insekticidno djelovanje

U pšenici sorte Klasan, formulacija N Form je pokazala visoku insekticidnu djelotvornost za sve tri testirane vrste kukaca (tablica 18.). Maksimalni mortalitet odraslih jedinki *S. oryzae* i *T. castaneum* postignut je pri koncentraciji od 600 ppm nakon 14 dana ekspozicije. Kod vrste *R. dominica* najviši mortalitet je iznosio 98,3% pri 600 ppm nakon 14 dana. Između koncentracija, zabilježene su statističke značajne razlike u mortalitetu testiranih vrsta kukaca, nakon 7 i 14 dana ekspozicije. U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala statistički jaču insekticidnu aktivnost kod vrste *T. castaneum* pri 400 ppm nakon 7 dana ($F=25,0$; $P=0,0075$) i kod vrste *S. oryzae* pri 300 ppm i 400 ppm ($F=10,13$; $P=0,00335$, odnosno $F=16,0$; $P=0,0161$) nakon 7 dana i pri 400 ppm ($F=16,07$; $P=0,0160$) nakon 14 dana ekspozicije. Kod vrste *T. castaneum*, jače djelovanje N Form uočeno je pri nižim koncentracijama nakon 7 i 14 dana, ali bez statistički značajne razlike.

Tablica 18. Srednje vrijednost mortaliteta ($\% \pm \text{SD}$) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranoj pšenici sorte Klasan, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (300, 400, 500 i 600 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca na pšenici sorte Klasan		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	300	48,3 ± 7,6 c	36,7 ± 12,6 c	1/1,88/ 0,2417
	400	70,0 ± 5,0 bA	53,3 ± 2,9 bcB	1/ 25,0/ 0,0075
	500	86,7 ± 5,0 ab	66,7 ± 7,6 b	1/ 6,26/ 0,0666
	600	93,3 ± 2,9 a	96,7± 2,9 a	1/ 2,0/ 0,2302
	df/ F/ P	3/21,47/ 0,0004	3/33,14/ <,0001	
14 dana	300	55,0 ± 8,7 c	48,3 ± 15,3 b	1/0,43/ 0,5467
	400	80,0 ± 5,0 b	71,7 ± 5,8 ab	1/0,18/ 0,6932
	500	91,7 ± 7,6 ab	86,7 ± 18,9 a	1/1,0/ 0,3739
	600	98,3 ± 2,9 a	100,0 ± 0,0 a	1/ 12,0/ 0,0257
	df/ F/ P	3/26,18/ 0,0002	3/ 9,42/ 0,0053	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	300	53,3 ± 2,9 cA	38,3 ± 7,6 cB	1/ 10,13/ 0,0335
	400	86,7 ± 7,6 bA	60,0 ±8,7 bB	1/ 16,0/ 0,0161
	500	96,7 ± 2,9 ab	93,3 ± 2,9 a	1/ 2,0/ 0,2302
	600	100,0 ± 0,0 a	98,3 ± 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/72,74/ <,0001	3/64,67/ <,0001	
14 dana	300	66,7 ± 10,4 b	53,3 ± 7,6 c	1/ 3,20/ 0,1481
	400	96,7 ± 2,9 aA	71,7 ± 10,4 bB	1/ 16,07/ 0,0160
	500	100,0 ± 0,0 a	98,3 ± 2,9 a	1/1,0/0,3739
	600	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/26,95/0,002	3/34,60/<,0001	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	300	71,7 ± 2,9 c	51,7 ± 18,9 b	1/ 3,27/ 0,1447
	400	83,3 ± 7,6 bc	70,0 ± 13,2 ab	1/ 2,29/ 0,2051
	500	90,0 ± 5,0 ab	91,7 ± 5,8 a	1/ 0,14/ 0,7247
	600	100,0 ± 0,0 a	98,3 ± 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/18,52/ 0,0006	3/9,44/ 0,0052	
14 dana	300	81,7 ± 5,8 b	66,7 ± 18,9 b	1/ 1,72/ 0,2595
	400	93,3 ± 2,9 a	83,3 ± 7,6 ab	1/ 4,50/ 0,1012
	500	95,0 ± 5,0 a	98,3 ± 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	600	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/10,83/ 0,0034	3/6,82/ 0,0135	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene

statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum*, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranoj pšenici sorte Klasan, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 19.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=179,65$; $P<0,0001$; $F=398,20$; $P<0,0001$, odnosno $F=13,3$; $P=0,0005$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (300 ppm). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 81,7% do 93,7% ovisno o apliciranoj koncentraciji, dok je udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije bio je dosta visok; od 90,1% do 95,4%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 94,9% do 98,5%, a udio živih odraslih jedinki od 12,5% do 91,3%, ovisno o koncentraciji. Prosječno mali broj potomstva vrste *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija se kretala od 75,7% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form što je bilo izraženo kroz jaču inhibiciju potomstva te manji udio živih jedinki među razvijenim potomstvom. Kod vrste *R. dominica* statistički značajna razlika uočena je u manjem broju razvijenog potomstva pri koncentraciji od 500 ppm i 600 ppm ($F=39,86$; $P=0,0032$, odnosno $F=64,0$; $P=0,0013$) te je utvrđena prosječno jača inhibicija potomstva u odnosu na DZ SilicoSec[®] (87,7%, odnosno 82,5%). Kod vrste *S. oryzae* je zabilježen značajno manji broj razvijenog potomstva pri koncentraciji od 300 ppm i 400 ppm ($F=19,47$; $P=0,0116$, odnosno $F=46,0$; $P=0,0025$), kao i značajno manji udio živih jedinki (pri 500 ppm u odnosu na DZ SilicoSec[®] (12,5%, odnosno 75,6%; $F=19,47$; $P=0,0116$).

Tablica 19. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih u pšenici sorte Klasan tretiranoj formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u pšenici sorte Klasan		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	316,0 ± 33,9 a	316,0 ± 33,9 a	-
	300	58,0 ± 6,6 b	67,7 ± 5,5 b	1/ 3,82/0,1222
	400	53,7 ± 10,2 b	64,7 ± 7,1 b	1/ 2,35/0,2003
	500	24,0 ± 1,7 bB	58,0 ± 9,2 bA	1/39,86/0,0032
	600	20,0 ± 1,7 bB	30,7 ± 1,5 bA	1/64,0/0,0013
	df/ F/ P	4/179,65/<,0001	4/156,95/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	97,9 ± 1,7	97,9 ± 1,7 a	-
	300	95,4 ± 1,1	92,4 ± 3,6 ab	1/1,84/0,2463
	400	93,7 ± 1,0	92,8 ± 3,0 ab	1/0,23/0,6550
	500	90,1 ± 8,6	89,2 ± 3,7 ab	1/ 0,03/0,8720
	600	93,4 ± 2,6	87,9 ± 5,4 b	1/ 2,49/0,1895
	df/ F/ P	4/1,41/0,2999	4/3,34/0,0557	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	81,7	78,6	
	400	83,0	79,5	
	500	92,4	81,7	
	600	93,7	90,3	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	441,3 ± 36,7 a	441,3 ± 36,7 a	-
	300	22,7 ± 2,1 bB	37,7 ± 5,5 bA	1/ 19,47/0,0116
	400	16,7 ± 1,5 bB	32,0 ± 3,6 bA	1/ 46,00/0,0025
	500	7,0 ± 2,6 b	26,7 ± 3,5 bA	1/ 60,02/0,0015
	600	6,7 ± 4,9 b	18,7 ± 5,7 b	1/ 7,62/0,0508
	df/ F/ P	4/398,20/<,0001	4/357,05/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	99,2 ± 0,8 a	99,2 ± 0,8 a	-
	300	91,3 ± 3,8 abA	77,2 ± 4,5 bB	1/17,35/0,0141
	400	69,9 ± 15,5 ab	77,9 ± 4,7 b	1/ 0,73/0,4403
	500	12,5 ± 21,7 cB	75,6 ± 6,4 bA	1/ 23,39/0,0084
	600	38,1 ± 35,4 bc	72,7 ± 2,9 b	1/ 2,83/0,1678
	df/ F/ P	4/10,09/0,0015	4/18,30/0,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	94,9	91,6	
	400	96,2	92,8	
	500	98,4	93,9	
	600	98,5	95,8	
Tribolium castaneum				

Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	7,0 $\pm$ 2,6 a	7,0 $\pm$ 2,6 a	-
	300	1,3 $\pm$ 0,6 b	0,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 4,50/0,1012
	400	1,7 $\pm$ 0,6 bB	0,3 $\pm$ 0,6 bA	1/ 8,0/0,0474
	500	1,0 $\pm$ 1,0 b	0,7 $\pm$ 0,5 b	1/ 0,25/0,6433
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/ 1,0/0,3739
	df/ F/ P	4/13,13/0,0005	4/16,77/0,0002	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	95,8 $\pm$ 7,2 a	95,8 $\pm$ 7,2	-
	300	100,0 $\pm$ 0,0 a	33,3 $\pm$ 57,7	1/ 4,0/0,1161
	400	100,0 $\pm$ 0,0 a	33,3 $\pm$ 57,7	1/ 4,0/0,1161
	500	66,7 $\pm$ 57,7 ab	66,7 $\pm$ 57,7	1/0,0/1,0
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0	1/ -/-
	df/ F/ P	8/8,14/ 0,0035	4/1,99/0,1713	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	81,4	95,7	
	400	75,7	95,7	
	500	85,7	90,0	
	600	100,0	100,0	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.2.4. Tretman na pšenici sorta Vulkan

Insekticidno djelovanje

U tretiranoj pšenici sorte Vulkan, formulacija N Form je imala različitu insekticidnu djelotvornost na testirane vrste kukaca ovisno o apliciranoj koncentraciji i ekspoziciji (tablica 20.). Maksimalni mortalitet odraslih jedinki postignut je samo kod vrste *T. castaneum* pri koncentraciji od 600 ppm nakon 14 dana ekspozicije. Kod vrste *R. dominica* najviši mortalitet je iznosio 73,3% pri 500 ppm nakon 14 dana, a kod *S. oryzae* 93,3% pri 600 ppm također nakon 14 dana ekspozicije. Između koncentracija formulacije N Form zabilježene su statističke značajne razlike u mortalitetu samo kod vrste *S. oryzae* i to između najniže i viših koncentracija nakon 7 i 14 dana ekspozicije.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je pokazala jaču insekticidnu aktivnost kod vrsta *R. dominica* i *T. castaneum* i to pri svim tretmanima (koncentracijama i ekspozicijama), no statistička značajnost je zabilježena pri 300 ppm i 600 ppm ($F=196,0$;

$P=0,0002$; odnosno ($F=24,5$; $P=0,0075$) nakon 7 dana i pri 300 ppm i 500 ppm ($F=156,8$; $P=0,0002$; odnosno ($F=36,4$; $P=0,0038$) nakon 14 dana ekspozicije za *R. dominica* i pri 600 ppm ($F=19,70$; $P=0,0114$) nakon 7 dana za *T. castaneum*. Insekticidna djelotvornost je kod vrste *S. oryzae* bila nešto slabije u odnosu na DZ SilicoSec[®], no bez statistički značajnih razlika.

Tablica 20. Srednje vrijednost mortaliteta ($\% \pm \text{SD}$) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranoj pšenici sorte Vulkan, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri koncentracijama od 300, 400, 500 i 600 ppm

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca na pšenici sorte Vulkan		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	300	23,3 ± 2,9 A	0,0 ± 0,0 B	1/196,0/ 0,0002
	400	38,3 ± 35,1	6,7 ± 7,6	1/ 2,3/ 0,2017
	500	40,0 ± 26,5	8,3 ± 5,8	1/ 4,1/ 0,1128
	600	31,7 ± 7,6 A	8,3± 2,9 B	1/ 24,5/ 0,0078
	df/ F/ P	3/0,34/ 0,7942	3/1,89/ 0,2099	
14 dana	300	53,3 ± 2,9 A	6,7 ± 5,8 bB	1/156,8/0,0002
	400	70,0 ± 35,0	16,7 ± 12,6 b	1/6,2/ 0,0679
	500	73,3 ± 10,4 A	28,3 ± 7,6 bB	1/36,4/ 0,0038
	600	65,0 ± 0,0	56,7 ± 5,8 a	1/6,3/ 0,0668
	df/ F/ P	3/0,69/ 0,5857	3/19,79/0,0005	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	300	5,0 ± 0,0 b	6,7 ± 2,9 c	1/1,0/ 0,3739
	400	46,7 ± 40,1ab	40,0 ± 30,0 bc	1/ 0,1/ 0,8290
	500	50,0 ± 17,3 ab	63,3 ± 27,5 ab	1/ 0,5/ 0,5170
	600	76,7 ± 25,2 a	98,3 ± 2,9 a	1/ 2,2/ 0,2126
	df/ F/ P	3/ 4,14/ 0,0480	3/10,68/ 0,0036	
14 dana	300	16,7 ± 7,6 b	26,7 ± 12,6 b	1/ 1,4/ 0,3046
	400	63,3 ± 47,2 ab	80,0 ± 8,7 a	1/ 0,4/0,5803
	500	73,3 ± 25,2 ab	98,3 ± 2,9 a	1/ 2,9/0,1626
	600	93,3 ± 11,5 a	100,0 ± 0,0 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 4,14/0,0479	3/58,33/<,0001	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	300	31,7 ± 30,6	13,3 ± 10,4 b	1/0,9/ 0,3809
	400	71,7 ± 49,1	28,3 ± 12,6 b	1/ 2,2/ 0,2126
	500	81,7 ± 20,2	76,7 ± 11,5 a	1/ 0,14/ 0,7287
	600	96,7 ± 5,8 A	70,0 ± 8,7 aB	1/ 19,7/ 0,0114
	df/ F/ P	3/2,45/0,1381	3/27,35/ 0,0002	
14 dana	300	90,1 ± 10,0	80,0 ± 5,0 b	1/ 2,4/ 0,2209
	400	85,0 ± 26,0	81,7 ± 7,6 b	1/ 0,1/ 0,8416
	500	96,7 ± 5,8	100,0 ± 0,0 a	1/ 1,0/ 0,3739
	600	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/0,67/0,5939	3/17,70/0,0007	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu;

$P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *R. dominica* i *T. castaneum*, a kod vrste *S. oryzae* mortalitet je bio $< 1\%$, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranoj pšenici sorte Vulkan, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva vrsta *R. dominica* i *S. oryzae* u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 21.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* ($F=35,22$; $P < 0,0001$; odnosno $F=5,59$; $P=0,0125$) uočen je pri koncentraciji od 300 ppm i 400 ppm. Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva testiranih vrsta kukaca. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 95,0% do 97,6% ovisno o apliciranoj koncentraciji, dok je udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije bio od 61,3% do 89,6%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 53,7% do 96,1%, a udio živih odraslih jedinki je bio dosta visok; od 87,6% do 99,7%, ovisno o koncentraciji. Kako je potomstvo vrste *T. castaneum* u kontrolnom tretmanu i u tretmanima s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® bilo poprilično nisko, u ovom slučaju utjecaj formulacije na potomstvo *T. castaneum* nije došao do izražaja.

U usporedbi s DZ SilicoSec®, uočeno je poboljšano djelovanje formulacije N Form samo kod vrste *R. dominica*, dok je kod ostale dvije vrste djelovanje na potomstvo bilo približno podjednako. Kod *R. dominica* statistički značajna razlika zabilježena je u manjem broju razvijenog potomstva pri koncentracijama od 300 ppm (32,3, odnosno 132,7; $F=40,77$; $P=0,0031$) i 600 ppm (15,3, odnosno 38,3; $F=55,36$; $P=0,0017$) i značajno manjem udjelu živih jedinki u razvijenom potomstvu pri 300 ppm i 600 ppm ($F=8,07$; $P=0,0438$; odnosno $F=9,69$; $P=0,0358$). Također je formulacija N Form izazvala jaču prosječnu inhibiciju potomstva *R. dominica* od DZ SilicoSec® (96,21%, odnosno 89,6%).

Tablica 21. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih u pšenici sorte Vulkan tretiranoj formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u pšenici sorte Vulkan		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	648,3 ± 180,3 a	648,3 ± 180,3 a	-
	300	32,3 ± 19,1 bB	132,7 ±19,3 bA	1/ 40,77/0,0031
	400	31,3 ± 12,1 b	62,0 ± 20,8 b	1/ 4,88/0,0918
	500	20,7 ± 10,0 b	36,0 ± 8,5 b	1/ 4,07/0,1139
	600	15,3 ± 2,5 bB	38,3 ± 4,7 bA	1/55,36/0,0017
	df/ F/ P	4/35,22/<,0001	4/31,01/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	-
	300	89,6 ± 5,6 aB	98,8 ± 0,4 aA	1/8,07/0,0468
	400	88,4 ± 8,3 a	98,7 ± 1,3 a	1/ 4,41/0,1036
	500	76,8 ± 12,0 ab	86,4 ± 7,8 b	1/ 1,35/0,3095
	600	61,3 ± 16,3 bB	92,8 ± 6,4 abA	1/ 9,69/0,0358
	df/ F/ P	4/6,40/0,0080	4/ 4,76/0,0207	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	95,0	79,5	
	400	95,2	90,4	
	500	96,8	94,5	
	600	97,6	94,1	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	495,3 ±295,2 a	495,3 ± 295,2 a	-
	300	229,3 ± 88,7 ab	180,3 ± 91,2 ab	1/ 0,44/0,5413
	400	95,7 ± 77,0 b	84,7 ± 31,4 b	1/ 0,05/0,8301
	500	48,7 ± 33,4 b	33,7 ± 16,5 b	1/ 0,49/0,5238
	600	19,3 ± 7,4 b	23,3 ± 14,5 b	1/ 0,18/0,6916
	df/ F/ P	4/5,59/0,0125	4/5,93/0,0103	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	-
	300	99,7 ± 0,5A	98,4 ± 0,5B	1/11,27/0,0284
	400	87,6 ± 19,6	98,4 ± 0,5	1/ 0,90/0,3967
	500	96,0 ± 3,4	100,0 ± 0,0	1/ 4,14/0,1116
	600	98,5 ± 2,6	68,9 ± 26,1	1/ 3,83/0,1219
	df/ F/ P	4/0,98/0,4593	4/4,07/0,0327	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	53,7	63,6	
	400	80,7	82,9	
	500	90,2	93,1	
	600	96,1	95,3	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	3,7 $\pm$ 3,1	3,7 $\pm$ 3,1	-
	300	1,0 $\pm$ 1,0	0,0 $\pm$ 0,0	1/ 3,0/0,1583
	400	0,0 $\pm$ 0,0	2,0 $\pm$ 1,7	1/ 4,0/0,1161
	500	0,0 $\pm$ 0,0	0,0 $\pm$ 0,0	1/ 0,25/0,6433
	600	0,0 $\pm$ 0,0	0,0 $\pm$ 0,0	1/ 1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	4/3,66/0,0437	4/3,35/0,0550	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	300	66,7 $\pm$ 57,7 ab	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/ 4,0/0,1161
	400	0,0 $\pm$ 0,0 bB	100,0 $\pm$ 0,0 aA	1/ -/0,0001
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/-/-
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/ -/-
	<i>df/ F/ P</i>	8/10,0/ 0,0016	4/-/0/0,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	72,9	100,0	
	400	100,0	49,9	
	500	100,0	100,0	
	600	100,0	100,0	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.2.5. Letalne koncentracije formulacije N Form za vrste *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* u tretmanima na pšenici sorata Anđelka, Klasan i Vulkan

Procijenjene vrijednosti letalnih koncentracija LD₅₀ i LD₉₀ formulacije N Form su bile različite ovisno o vrsti kukca i sorti pšenice na kojoj je proveden tretman zaprašivanja (tablica 22.). Kod vrste *R. dominica* najniže letalne vrijednosti LD₅₀ postignute su u tretmanu na sorti Anđelka, potom Vulkan i Klasan (203,5 ppm, 278,2 ppm odnosno 245,9 ppm), dok je 90 % populacije (LD₉₀) suzbijeno s najnižom koncentracijom (380,8 ppm) na sorti Vulkan, potom Anđelka (401,2 ppm), pa na sorti Klasan (475,2 ppm). U usporedbi sa DZ SilicoSec[®], letalne koncentracije formulacije N Form za suzbijanje 50% i 90% populacije *R. dominica* su bile niže na sve tri sorte pšenice. Kod vrste *S. oryzae* također najjače (LD₅₀ i LD₉₀) djelovanje formulacije N Form je postignuto na sorti Anđelka (55,3 ppm, odnosno 300,7 ppm) u odnosu na tretmane na sortama Klasan i Vulkan.

U usporedbi sa DZ SilicoSec[®], i ovdje su letalne koncentracije formulacije N Form za suzbijanje 50% i 90% populacije bile niže na sve tri sorte pšenice. Kod vrste *T. castaneum*, LD₅₀ vrijednosti na sortama Anđelka i Vulkan nisu bile procijenjene radi premalog raspona vrijednosti kao i previsokog mortaliteta jedinki (>76%, odnosno >85%). Najniže letalne vrijednosti LD₉₀, su za razliku od tretmana na preostale dvije vrste kukaca, postignute na sortama Vulkan i Klasan (371,4 ppm, odnosno 375,8 ppm). Formulacija N Form je i za *T. castaneum* bila učinkovitija (niže LD₅₀ i LD₉₀ vrijednosti) nego DZ SilicoSec[®], i to kod sve tri sorte pšenice.

Tablica 22. Letalne koncentracije (LD₅₀, LD₉₀) formulacije N Form i DZ SilicoSec® za vrste *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* u tretmanu na pšenici sorti Anđelka, Klasan i Vulkan

Tretman	Hibrid	95% Confidence Limit (koncentracija ppm)		Chi-square test** Chi-sq / df / p
		LD ₅₀ * (Lower – Upper Limit)	LD ₉₀ * (Lower – Upper Limit)	
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
N Form	Anđelka	203,5 (. – 296,2)	401,2 (320,9-627,1)	26,33/ 10/ 0,003
	Klasan	278,2 (209,6-318,1)	475,2 (440,0-531,3)	7,21/10/0,705
	Vulkan	245,9 (163,8-284,0)	380,8 (352,9-424,5)	9,37/ 10/ 0,497
DZ SilicoSec®	Anđelka	157,8 (142,9-259,7)	539,1 (475,3-692,1)	13,74/ 10/ 0,185
	Klasan	313,9 (200,0-365,4)	496,7 (442,4-626,5)	23,43 / 10/ 0,009
	Vulkan	305,6 (215,4-352,1)	501,4 (453,3-597,9)	15,31/ 10/ 0,121
<i>Sitophilus oryzae</i>				
N Form	Anđelka	55,3 (-)	300,7 (-)	40,03/ 10/ 0,000
	Klasan	249,1 (-)	385,6 (-)	54,95/ 10/ 0,000
	Vulkan	209,5 (55,4-277,2)	473,4 (429,3-550,6)	9,65/ 10/ 0,472
DZ SilicoSec®	Anđelka	104,1 (.-214,2)	340,0 (248,2-395,3)	7,12/ 10/ 0,715
	Klasan	304,8 (263,4-332,0)	448,9 (420,3-493,9)	8,99/ 10/ 0,533
	Vulkan	293,2 (236,4-327,8)	474,3 (440,5-528,9)	14,39/ 10/ 0,156
<i>Tribolium castaneum</i>				
N Form	Anđelka	(-)***	548,9 (-)	50,9/ 10/ 0,000
	Klasan	115,8 (.-220,2)	375,8 (310,7-435,8)	6,48/ 10/ 0,773
	Vulkan	(-)***	371,4 (-)	20,75/ 10/ 0,023
DZ SilicoSec®	Anđelka	374,8 (278,3-429,49)	636,1 (553,9-861,9)	19,03/ 10/ 0,040
	Klasan	254,5 (176,6-294,5)	417,2 (386,5-465,7)	11,15/ 10/ 0,346
	Vulkan	265,3 (14,4-336,9)	484,8 (421,8-669,1)	24,29/ 10/ 0,007

* LD₅₀ i LD₉₀ vrijednosti su izražene u ppm (mg kg⁻¹)

** Pearson Goodness of - Fit Test (Probit)

*** Procjena letalnih vrijednosti nije moguća radi pre visokog mortaliteta jedinki (>76%, odnosno >85%) i preuskog raspona vrijednosti

3.1.2.6. Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između sorata pšenice

Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između tri sorte pšenice obavljena je na temelju podataka mortaliteta tri vrste kukaca nakon 14 dana ekspozicije pri koncentracijama od 300, 400, 500 i 600 ppm (tablica 23.). Statistički značajna razlika u djelotvornosti formulacije N Form između tretiranih sorata uočena je na vrsti *R. dominica* pri koncentracijama od 500 ppm i 600 ppm ($F=8,62$; $P=0,0172$, odnosno $F=421,0$; $P<0,0001$), pri čemu je djelotvornost bila značajno niža na sorti Vulkan. Također je na istoj sorti uočen značajno niži mortalitet (16,7%) i na vrsti *S. oryzae* ($F=22,29$; $P=0,0017$), u odnosu na mortalitet postignut na sortama Anđelka i Klasan (86,7%, odnosno 66,7%). Pri višim koncentracijama nisu uočene značajne razlike u djelovanju formulacije na *S. oryzae* između sorata pšenice. Kod vrste *T. castaneum*, nije bilo statistički značajnih razlika u djelovanju formulacije, iako je u tretmanu na sorti Anđelka, pri svim koncentracijama, zabilježen nešto niži mortalitet jedinki u odnosu na tretmane sa sortama Klasan i Vulkan. Maksimalni mortalitet jedinki *R. dominica* postignut je na sorti Anđelka (pri 600 ppm), *S. oryzae* na sortama Anđelka i Klasan (pri 400 ppm, odnosno 500 ppm) i *T. castaneum* na sortama Klasan i Vulkan (pri 600 ppm).

Za razliku od djelotvornosti formulacije N Form, kod tretmana s DZ SilicoSec® uočene su značajnije varijacije u djelotvornosti između sorata na sve tri vrste kukaca. Kao i u tretmanu s formulacijom, značajno bolja djelotvornost na *R. dominica* i *S. oryzae* zabilježena je na sorti Anđelka, a na vrsti *T. castaneum* na sortama Klasan i Vulkan.

Tablica 23. Usporedba insekticidne učinkovitosti formulacije N Form između tri sorte pšenice nakon 14 dana ekspozicije pri različitim koncentracijama

Tretman	Sorta pšenice	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca			
		300 ppm	400 ppm	500 ppm	600 ppm
<i>Rhyzopertha dominica</i>					
N Form	Andelka	76,7 ± 20,2	85,0 ± 18,0	98,3 ± 2,9 a	100,0 ± 0,0 a
	Klasan	55,0 ± 8,7	80,0 ± 5,0	91,7 ± 7,6 ab	98,3 ± 2,9 a
	Vulkan	53,3 ± 2,9	70,0 ± 35,0	73,3 ± 10,4 b	65,0 ± 0,0 b
	df/ F/ P	2/3,10/0,1189	2/0,3/0,7290	2/8,62/0,0172	2/421,0/<.0001
DZ SilicoSec®	Andelka	63,3 ± 7,6 a	85,0 ± 13,2 a	90,0 ± 10,0 a	90,0 ± 5,0 a
	Klasan	48,3 ± 15,3 a	71,7 ± 5,8 a	86,7 ± 18,9 a	100,0 ± 0,0 a
	Vulkan	3,7 ± 5,8 b	16,7 ± 12,6 b	28,3 ± 7,6 b	56,7 ± 5,8 b
	df/ F/ p	2/23,87/0,0014	2/32,20/0,0006	2/20,95/0,0020	2/79,43/<.0001
<i>Sitophilus oryzae</i>					
N Form	Andelka	86,7 ± 18,9 a	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Klasan	66,7 ± 10,4 a	96,7 ± 2,9	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Vulkan	16,7 ± 7,6 b	63,3 ± 47,3	73,3 ± 25,2	93,3 ± 11,5
	df/ F/ P	2/22,29/ 0,0017	2/1,65/0,2684	2/3,37/0,1045	2/1,0/0,4219
DZ SilicoSec®	Andelka	98,3 ± 29 a	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Klasan	53,3 ± 7,6 b	71,7 ± 10,4 b	98,0 ± 2,9	100,0 ± 0,0
	Vulkan	26,7 ± 12,6 c	80,0 ± 8,7 b	98,0 ± 2,9	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/52,48/ 0,0002	2/10,41/0,0112	2/0,50/0,6297	2/-/-
<i>Tribolium castaneum</i>					
N Form	Andelka	76,7 ± 12,6	86,7 ± 14,4	78,3 ± 29,3	96,7 ± 5,8
	Klasan	81,7 ± 5,8	93,3 ± 2,9	95,0 ± 5,0	100,0 ± 0,0
	Vulkan	90,0 ± 10,0	85,0 ± 26,0	96,7 ± 5,8	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/1,40/0,3170	2/0,20/ 0,8269	2/1,01/0,4190	2/ 1,0/ 0,4219
DZ SilicoSec®	Andelka	36,7 ± 5,8 b	55,0 ± 5,0 b	70,0 ± 13,2 b	83,3 ± 20,2
	Klasan	66,7 ± 18,9 b	83,3 ± 7,6 a	98,3 ± 2,9 a	100,0 ± 0,0
	Vulkan	80,0 ± 5,0 a	81,7 ± 7,6 a	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/10,64/0,106	2/16,06/0,0039	2/13,95/0,0055	2/1,0/0,4219

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrstu kukca (*Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus oryzae* i *Tribolium castaneum*) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.3. Insekticidno djelovanje formulacije N Form na ječmu

3.1.3.1. Tretman na merkantilnom ječmu

Insekticidno djelovanje

U tretiranom merkantilnom ječmu, formulacija N Form je bila različito učinkovita za testirane vrste kukaca, ovisno o koncentraciji i ekspoziciji (tablica 24). Kod odraslih jedinki vrste *R. dominica* postignut je maksimalni mortalitet pri koncentraciji od 600 ppm nakon 7 i 14 dana ekspozicije. Povišenjem koncentracija zabilježen je značajan porast mortaliteta jedinki nakon 7 dana i 14 dana ekspozicije ($F=80,3$; $P=0,0001$, odnosno $F=40,85$; $P=0,0001$). Kod vrste *S. oryzae*, najviši mortalitet postignut je pri koncentraciji od 600 ppm nakon 7 dana ekspozicije (98,3%) i pri 500 ppm nakon 14 dana ekspozicije (100,0%). Kod odraslih jedinki vrste *T. castaneum* postignut je maksimalni mortalitet pri koncentraciji od 600 ppm nakon 7 i 14 dana ekspozicije *T. castaneum*.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala jači insekticidni učinak na sve tri vrste kukaca. Statistički značajno viši mortalitet postignut kod vrste *R. dominica* pri 400, 500 i 600 ppm već nakon 7 dana ($F=18,0$; $P=0,0132$; $F=9,0$; $P=0,0352$ $F=64,0$; $P=0,0013$), te pri 400 i 500 ppm nakon 14 dana ekspozicije ($F=8,0$; $P=0,0474$) i kod vrste *T. castaneum* pri 400 ppm nakon 7 dana i 14 dana ekspozicije ($F=54,0$; $P=0,0018$, odnosno $F=42,3$; $P=0,0029$).

Tablica 24. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm$ SD) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom merkantilnom jučmu s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (300, 400, 500 i 600 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na merkantilnom ječmu		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	300	51,7 $\pm$ 5,8 c	50,0 $\pm$ 5,0 c	1/ 0,1/ 0,7247
	400	58,3 $\pm$ 2,9 cA	48,3 $\pm$ 2,9 cB	1/ 18,0/ 0,0132
	500	83,3 $\pm$ 5,8 bA	71,7 $\pm$ 2,9 bB	1/ 9,8/ 0,0352
	600	100,0 $\pm$ 0,0 aA	86,7 $\pm$ 2,9 aB	1/ 64,0/ 0,0013
	df/ F/ P	3/ 80,30/ 0,0001	3/ 81,11 0,0001	
14 dana	300	65,0 $\pm$ 5,0 b	71,7 $\pm$ 5,8 b	1/ 2,3/ 0,2051
	400	66,7 $\pm$ 2,9 bB	73,3 $\pm$ 2,9 bA	1/ 8,0/ 0,0474
	500	91,7 $\pm$ 7,6 aA	78,3 $\pm$ 2,9 bB	1/ 8,0/ 0,0474
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 40,85/ 0,0001	3/ 31,0/ 0,0001	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	300	58,3 $\pm$ 2,9 b	50,0 $\pm$ 5,0 c	1/ 6,3/ 0,0668
	400	68,3 $\pm$ 7,6 b	70,0 $\pm$ 8,7 b	1/ 0,1/ 0,8149
	500	95,0 $\pm$ 0,0 a	91,7 $\pm$ 2,9 a	1/ 4,0/ 0,1161
	600	98,3 $\pm$ 2,9 a	95,0 $\pm$ 0,0 a	1/ 4,0/ 0,1161
	df/ F/ P	3/ 62,20/ 0,0001	3/ 48,62/ 0,0001	
14 dana	300	66,7 $\pm$ 2,9 c	63,3 $\pm$ 5,8 c	1/ 0,8/ 0,4216
	400	83,3 $\pm$ 2,9 b	78,3 $\pm$ 2,9 b	1/ 4,5/ 0,1012
	500	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 183,3/ 0,0001	3/ 92,47/ 0,0001	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	300	48,3 $\pm$ 2,9 c	36,7 $\pm$ 7,6 c	1/ 6,1/ 0,0686
	400	85,0 $\pm$ 5,0 bA	55,0 $\pm$ 5,0 bB	1/ 54,0/ 0,0018
	500	93,3 $\pm$ 2,9 ab	88,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 4,5/ 0,1012
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 153,07/ 0,0001	3/ 112,24/ 0,0001	
14 dana	300	73,3 $\pm$ 7,6 b	61,7 $\pm$ 5,8 c	1/ 4,5/ 0,1024
	400	95,0 $\pm$ 5,0 aA	73,3 $\pm$ 2,9 bB	1/ 42,3/ 0,0029
	500	96,7 $\pm$ 2,9 a	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 0,5/ 0,5185
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 19,24/ 0,0005	3/ 85,78/ 0,0001	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu;

$P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki, podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca u tretiranom merkantilnom ječmu, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 25.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=1493,06$; $P < 0,0001$; $F=740,28$; $P < 0,0001$, odnosno $F=201,62$; $P < 0,0001$) uočen je pri najnižoj koncentraciji (300 ppm). Sa svakim povećanjem koncentracije formulacije N Form, broj potomstva je opadao, ali bez značajnih razlika. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 83,2% do 97,4%, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije kretao se od 91,351% do 97,5%, ovisno o koncentraciji. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 97,8% do 100,0%, a udio živih odraslih jedinki od 0,0% do 79,0%, ovisno o koncentraciji. Prosječno mali broj potomstva vrste *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija se kretala od 89,7% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala jači utjecaj na smanjenje broja potomstva sve tri vrste, sa značajno manjim brojem potomstva pri svim koncentracijama, te značajno manjim udjelom živog potomstva vrsta *R. dominica* i *T. castaneum* pri 400 ppm, te kod *S. oryzae* pri svim koncentracijama.

Tablica 25. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na merkantilnom ječmu tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman na merkantilnom ječmu		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	423,3 ± 13,0 a	423,3 ± 13,0 a	-
	300	71,0 ± 6,1 bB	85,3 ± 4,6 b A	1/10,57/0,0314
	400	52,0 ± 4,4 bB	79,0 ± 6,9 bA	1/32,64/0,0046
	500	30,0 ± 8,2 cB	70,7 ± 5,9 bcA	1/48,96/0,0022
	600	11,0 ± 2,5 cB	51,3 ± 8,5 cA	1/61,02/0,0014
	df/ F/ P	4/1493,06/<,0001	4/1081,9<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	97,2 ± 0,4	97,2 ± 0,4 a	-
	300	92,9 ± 1,5	90,6 ± 2,3 c	1/2,14/0,2169
	400	96,8 ± 1,1A	91,9 ± 0,1 bcB	1/67,37/0,0012
	500	97,5 ± 2,4	94,3 ± 1,5 ab	1/ 3,89/0,1200
	600	91,5 ± 7,5	96,0 ± 0,7 a	1/1,07/0,3594
	df/ F/ P	4/1,76/0,2127	4/ 13,89/0,0004	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	83,2	79,9	
	400	87,7	81,3	
	500	92,9	83,3	
	600	97,4	87,9	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	311,3 ± 19,6 a	311,3 ± 19,6 a	-
	300	6,3 ± 1,2 bB	20,6 ± 1,5 bA	1/168,1/0,0002
	400	7,0 ± 1,0 bB	17,7 ± 2,1 bA	1/64,00/0,0013
	500	0,0 ± 0,0 bB	4,3 ± 1,2 bA	1/42,25/<,0001
	600	0,0 ± 0,0 bB	3,0 ± 0,0 bA	1/-/<,0001
	df/ F/ P	4/740,28/<,0001	4/693,69/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	99,8 ± 0,3 a	99,8 ± 0,3 a	-
	300	79,0 ± 7,2 bB	93,6 ± 2,7 abA	1/10,17/0,0307
	400	76,6 ± 6,1 bB	90,7 ± 2,8 bA	1/13,13/0,0223
	500	0,0 ± 0,0 cB	37,8 ± 3,8 cA	1/289,0/<,0001
	600	0,0 ± 0,0 cB	66,7 ± 0,0 dA	1/-/<,0001
	df/ F/ P	4/379,64/<,0001	4/326,70/<,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	97,9	93,4	
	400	97,8	94,3	
	500	100,0	98,6	
	600	100,0	99,0	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	9,7 $\pm$ 1,2 a	9,7 $\pm$ 1,2 a	-
	300	1,0 $\pm$ 0,0 b	1,0 $\pm$ 0,0 b	1/ -/-
	400	0,0 $\pm$ 0,0 bB	1,3 $\pm$ 0,6 bA	1/ 16,0/0,0161
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	1,3 $\pm$ 1,2 b	1/ 4,0/0,1161
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,3 $\pm$ 0,6 b	1/1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	4/201,62/<,0001	4/68,35/<,0001	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	96,3 $\pm$ 1,2 a	96,3 $\pm$ 1,2	-
	300	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0	1/ -/-
	400	0,0 $\pm$ 0,0 bB	100,0 $\pm$ 0,0A	1/ -/<,0001
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7	1/ 4,0/0,1161
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7	1/ 1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	4/1054,0 /<,0001	4/1,91/0,1852	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	89,7	89,7	
	400	100,0	86,6	
	500	100,0	86,6	
	600	100,0	96,9	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.3.2. Tretman na ječmu sorta Lord

Insekticidno djelovanje

U tretiranom ječmu sorte Lord, formulacija N Form je bila visoko učinkovita za sve tri testirane vrste kukaca, s postignutim 100% mortalitetom već nakon 7 dana (za *R. dominica* i *S. oryzae*), odnosno nakon 14 dana ekspozicije (za *T. castaneum*) (tablica 26). Značajan porast mortaliteta testiranih vrsta kukaca zabilježen je samo između najniže (300 ppm) i viših koncentracija.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], insekticidna aktivnost N Form je bila statistički značajno jača za sve tri vrste kukaca nakon 7 dana, te za vrstu *R. dominica* nakon 14 dana ekspozicije.

Tablica 26. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm$ SD) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom ječmu sorte Lord, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (300, 400, 500 i 600 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na ječmu sorte Lord		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	300	73,3 $\pm$ 2,9 bA	53,3 $\pm$ 2,9 cB	1/ 72,0/ 0,0011
	400	80,0 $\pm$ 8,7 bA	60,0 $\pm$ 5,0 cB	1/ 12,0/ 0,0257
	500	96,7 $\pm$ 2,9 aA	75,0 $\pm$ 5,0 bB	1/ 42,25/ 0,0029
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	96,7 $\pm$ 2,9 a	1/ 4,0/ 0,1161
	df/ F/ P	3/ 21,70/ 0,0003	3/ 66,46/ <,0001	
14 dana	300	86,7 $\pm$ 7,6 bA	68,3 $\pm$ 2,9 cB	1/15,12/ 0,0177
	400	98,3 $\pm$ 2,9 aA	71,7 $\pm$ 2,8 cB	1/128,0/ 0,0003
	500	100,0 $\pm$ 0,0 aA	85,0 $\pm$ 8,6 bB	1/ 9,0/ 0,0399
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/7,46/ 0,0105	3/ 22,56/ 0,0003	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	300	71,7 $\pm$ 7,6 bA	56,7 $\pm$ 2,9 cB	1/10,12/ 0,0335
	400	90,0 $\pm$ 5,0 a	76,7 $\pm$ 7,6 b	1/ 6,40/ 0,0647
	500	100,0 $\pm$ 0,0 a	96,7 $\pm$ 2,9 a	1/ 4,0/ 0,1161
	600	100,0 $\pm$ 0,0 aA	93,3 $\pm$ 2,8 aB	1/ 16,0/ 0,0161
	df/ F/ P	3/ 25,70/ 0,0002	3/ 48,40/ <,0001	
14 dana	300	80,0 $\pm$ 8,7 b	66,7 $\pm$ 7,6 b	1/ 4,0/ 0,1161
	400	98,3 $\pm$ 2,9 a	88,3 $\pm$ 12,6 a	1/ 1,80/ 0,2508
	500	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/13,70/ 0,0016	3/12,54/ 0,0022	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	300	80,0 $\pm$ 5,0 bA	41,7 $\pm$ 17,6 bB	1/ 13,23/ 0,0220
	400	91,7 $\pm$ 2,9 a	85,0 $\pm$ 10,0 a	1/ 1,23/ 0,3295
	500	98,3 $\pm$ 2,9 a	90,0 $\pm$ 5,0 a	1/ 6,25/ 0,0668
	600	98,3 $\pm$ 2,9 a	95,0 $\pm$ 5,0 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 17,94/ 0,0007	3/15,73/ 0,0001	
14 dana	300	84,7 $\pm$ 14,4	50,0 $\pm$ 18,0 b	1/ 5,64/ 0,0764
	400	98,3 $\pm$ 2,9	90,0 $\pm$ 10,0 a	1/ 1,91/ 0,2378
	500	100,0 $\pm$ 0,0	96,7 $\pm$ 5,8 a	1/ 1,0/ 0,3739
	600	100,0 $\pm$ 0,0	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 3,85/ 0,1794	3/ 14,04/ 0,0015	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu;

$P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki (*T. castaneum*) ili je mortalitet iznosio 3,0% (*R. dominica* nakon 14 dana), odnosno 1,6% (*S. oryzae* nakon 14 dana), podaci za kontrolu nisu uvršteni u statističku analizu.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranom ječmu sorte Lord, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 27.). Značajno manji broj odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* ($F=88,17$; $P < 0,0001$; $F=246,4$; $P < 0,0001$, odnosno $F=11,59$; $P=0,0009$;) uočen je pri najnižoj koncentraciji (300 ppm). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 82,6% do 95,8% ovisno o apliciranoj koncentraciji, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije iznosio je od 31,6% do 95,3%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 97,4% do 100%, ovisno o koncentraciji. Udio živih odraslih jedinki iznosio je iznosio 83,7% i 33,7% pri koncentraciji od 300 ppm, odnosno 400 ppm. Prosječno mali broj potomstva *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija potomstva se kretala od 94,6% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], poboljšano djelovanje formulacije N Form bilo je izraženo u većoj inhibiciji potomstva *R. dominica* (prosječno 79,1%, odnosno 90,3%), *S. oryzae* (prosječno 94,8%, odnosno 98,9%) i *T. castaneum* (prosječno 94,2%, odnosno 97,3). Također je zabilježen značajno manji prosječan broj razvijenog potomstva *R. dominica* u tretmanu s formulacijom N Form pri koncentracijama od 400 ppm, 500 ppm i 600 ppm ($F=20,22$; $P=0,0109$; $F=157,07$; $P=0,0002$; odnosno $F=30,69$; $P=0,0052$), kao i potomstva *S. oryzae* pri 300, 400 i 600 ppm ($F=12,71$; $P=0,0235$, $F=448,9$; $P < 0,0001$; odnosno $F=88,47$; $P=0,0007$). Također, među razvijenim potomstvom vrste *S. oryzae* zabilježen je značajno manji broj živih jedinki ($F=52,91$; $P=0,0019$).

Tablica 27. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na ječmu sorte Lord tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u ječmu sorte Lord		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	347,0 ± 56,7 a	347,0 ± 56,7 a	-
	300	60,3 ± 12,6 b	85,7 ± 28,1 b	1/ 2,03/0,2274
	400	37,3 ± 5,9 bB	70,0 ± 11,1 bA	1/20,22/0,0109
	500	23,3 ± 2,1 bB	80,0 ± 7,5 bA	1/157,07/0,0002
	600	14,6 ± 7,5 bB	53,7 ± 9,6 bA	1/30,69/0,0052
	df/ F/ P	4/88,17/<,0001	4/53,46/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	97,6 ± 0,8	97,6 ± 0,8	-
	300	95,3 ± 1,8	94,1 ± 1,6	1/0,71/0,4481
	400	90,8 ± 2,7	92,9 ± 4,4	1/0,47/0,5288
	500	90,4 ± 8,6	91,8 ± 3,9	1/ 0,7/0,8103
	600	89,2 ± 5,7	93,2 ± 2,7	1/1,19/0,3361
	df/ F/ P	4/1,66/0,2346	4/1,65/0,2374	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	82,6	75,3	
	400	89,3	79,8	
	500	93,3	76,9	
	600	95,8	84,5	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	383,3 ± 41,8 a	383,3 ± 41,8 a	-
	300	10,0 ± 1,7 bB	28,3 ± 41,8 bA	1/12,71/0,0235
	400	8,0 ± 1,0 bB	30,3 ± 1,5 bA	1/ 448,9/<,0001
	500	0,0 ± 0,0 b	6,7 ± 8,3 b	1/ 1,92/0,2378
	600	0,0 ± 0,0 bB	13,7 ± 2,5 bA	1/88,47/0,0007
	df/ F/ P	4/246,44/<,0001	4/209,65/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	99,8 ± 0,3 a	99,8 ± 0,3 a	-
	300	83,7 ± 3,3 b	83,1 ± 14,7 ab	1/0,0/0,9499
	400	33,7 ± 8,9 cB	81,3 ± 7,0 abA	1/52,91/0,0019
	500	0,0 ± 0,0 d	8,3 ± 14,4 c	1/ 1,0/0,3739
	600	0,0 ± 0,0 dB	70,7 ± 5,6 bA	1/470,13/<,0001
	df/ F/ P	4/358,26/<,0001	4/37,01/<,0001	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	97,4	92,6	
	400	97,9	92,1	
	500	100,0	98,3	
	600	100,0	96,3	
Tribolium castaneum				

Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	13,0 $\pm$ 6,2 a	13,0 $\pm$ 6,2 a	-
	300	0,7 $\pm$ 1,1 b	1,3 $\pm$ 1,2 b	1/0,36/0,5790
	400	0,7 $\pm$ 1,1 b	0,7 $\pm$ 1,5 b	1/ 0,0/1,0
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,7 $\pm$ 0,6 b	1/ 1,0/0,3739
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	0,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 1,0/0,3739
	df/ F/ P	4/11,59/0,0009	4/10,20/0,0015	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0	-
	300	33,3 $\pm$ 57,7 ab	66,7 $\pm$ 57,7	1/ 0,50/0,5185
	400	33,3 $\pm$ 57,7 ab	33,3 $\pm$ 57,7	1/0,0/1,0
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7	1/1,0/0,3739
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7	1/1,0/0,3739
	df/ F/ P	8/ 3,75/ 0,0410	4/1,0/0,4516	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	94,6	90,0	
	400	94,6	94,6	
	500	100,0	94,6	
	600	100,0	97,7	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.3.3. Tretman na ječmu sorta Lukas

Insekticidno djelovanje

U tretiranom ječmu sorte Lukas, formulacija N Form je bila visoko učinkovita za sve tri testirane vrste kukaca, s postignutim 100% mortalitetom već nakon 7 dana (za *T. castaneum* i *S. oryzae*), odnosno nakon 14 dana ekspozicije (za *R. dominica*) (tablica 28.). Značajan porast mortaliteta testiranih vrsta kukaca zabilježen je samo između najniže (300 ppm) i viših koncentracija.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], insekticidna aktivnost N Form je bila izraženija kod sve tri vrste kukaca, s tim da je statistički značajno jači mortalitet postignut kod *R. dominica* pri 400 ppm nakon 7 i 14 dana ($F=151,0$; $P=0,00179$, odnosno $F=12,99$; $P=0,227$), te kod *S. oryzae* pri 600 ppm nakon 7 dana ekspozicije ($F=25,0$; $P=0,0075$).

Tablica 28. Srednje vrijednost mortaliteta (% $\pm SD$) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom ječmu sorte Lukas, s

formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri različitim koncentracijama (300, 400, 500 i 600 ppm)

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% $\pm$ SD) kukaca na ječmu sorte Lukas		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
7 dana	300	61,7 $\pm$ 15,3 b	50,0 $\pm$ 5,0 c	1/ 1,58/ 0,2771
	400	90,0 $\pm$ 5,0 aA	65,0 $\pm$ 10,0 bcB	1/ 15,0/ 0,0179
	500	95,0 $\pm$ 5,0 a	80,0 $\pm$ 8,7 ab	1/ 6,75/ 0,0602
	600	96,0 $\pm$ 5,8 a	98,0 $\pm$ 2,9 a	1/ 0,20/ 0,6779
	df/ F/ P	3/ 10,14/ 0,0042	3/ 36,64/ 0,0002	
14 dana	300	69,3 $\pm$ 16,8 b	60,0 $\pm$ 3,5 c	1/0,89/ 0,3994
	400	96,7 $\pm$ 2,9 aA	73,0 $\pm$ 11,0 bcB	1/12,99/ 0,0227
	500	98,3 $\pm$ 2,9 a	91,0 $\pm$ 8,2 ab	1/ 2,14/ 0,2172
	600	100,00 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/-/ -
	df/ F/ P	3/8,51/ 0,0072	3/ 19,32/ 0,0005	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
7 dana	300	71,7 $\pm$ 16,1 b	58,3 $\pm$ 11,5 b	1/1,36/ 0,3081
	400	81,7 $\pm$ 7,6 ab	75,0 $\pm$ 15,0 ab	1/ 0,47/ 0,5304
	500	95,0 $\pm$ 5,0 ab	85,0 $\pm$ 8,7 ab	1/ 3,0/ 0,1583
	600	100,0 $\pm$ 0,0 aA	91,7 $\pm$ 2,9 aB	1/ 25,0/ 0,0075
	df/ F/ P	3/ 5,81/ 0,0208	3/ 5,71/ 0,0218	
14 dana	300	80,3 $\pm$ 8,1 b	66,0 $\pm$ 12,1 b	1/ 2,90/ 0,1636
	400	91,0 $\pm$ 3,5 ab	84,0 $\pm$ 16,0 ab	1/ 0,55/ 0,5000
	500	98,3 $\pm$ 2,9 a	94,7 $\pm$ 9,2 ab	1/ 0,43/ 0,5475
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/11,23/ 0,0031	3/5,08/ 0,0294	
<i>Tribolium castaneum</i>				
7 dana	300	83,3 $\pm$ 2,9 b	68,3 $\pm$ 11,5 c	1/ 4,73/ 0,0944
	400	91,7 $\pm$ 5,8 ab	78,3 $\pm$ 7,6 bc	1/ 5,82/ 0,0734
	500	95,0 $\pm$ 5,0 a	93,3 $\pm$ 2,9 ab	1/ 0,25/ 0,6433
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	98,3 $\pm$ 2,9 a	1/ 1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/ 8,83/ 0,0064	3/10,92/ 0,0034	
14 dana	300	88,3 $\pm$ 2,9 b	81,7 $\pm$ 10,4 b	1/ 1,14/ 0,3453
	400	96,7 $\pm$ 5,8 ab	95,0 $\pm$ 5,0 ab	1/ 0,14/ 0,7247
	500	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	600	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 8,73/ 0,0066	3/ 6,75/ 0,0139	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda, vrijednosti mortaliteta s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *T. castaneum* (nakon 7 i 14 dana ekspozicije), te *R. dominica* i *S. oryzae* (nakon 7 dana ekspozicije), podaci za kontrolu nisu

uvršteni u statističku analizu. Za ostale kontrolne tretmane (*R. dominica* i *S. oryzae* nakon 14 dana) mortalitet je iznosio >5% (8,3%, odnosno 6,7%), te je za te podatke učinjena korekcija mortaliteta prema Schneider-Orelli formuli.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranom ječmu sorte Lukas, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane (tablica 29.). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 80,5% do 94,8% ovisno o apliciranoj koncentraciji, a udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije iznosio je od 83,5% do 92,7%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 97,3% do 98,8%, ovisno o koncentraciji. Udio živih odraslih jedinki iznosio je od 0,0% do 66,2%. Prosječno mali broj potomstva *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija potomstva se kretala od 95,9% do 100,0%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala povoljniji učinak na razvoj F1 potomstva testiranih vrsta kukaca što je bilo izraženo u manjem broju razvijenog potomstva, manjim udjelom živih jedinki razvijenog potomstva te jačoj prosječnoj inhibiciji za sve tri vrste. Za *R. dominica* prosječna inhibicija je iznosila 90,2% u tretmanu s N Form, odnosno 80,6% u tretmanu s DZ SilicoSec[®], za *S. oryzae* 98,4%, odnosno 93,7%) i za *T. castaneum* 97,0%, odnosno 93,5%. Statistički značajno manji broj potomstva u tretmanu s N Form je uočen kod *R. dominica* pri koncentraciji od 500 ppm ($F=44,2$; $P=0,0027$) i kod *S. oryzae* pri koncentracijama od 300, 400, 500 i 600 ppm ($F=17,19$; $P=0,0143$, $F=45,38$; $P=0,0025$, $F=17,86$; $P=0,0134$, odnosno $F=15,38$; $P=0,00172$). Također je uočeno i statistički značajno manji broj živih jedinki među potomstvom *S. oryzae* ($F=50,02$; $P=0,0021$).

Tablica 29. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na ječmu sorte Lukas tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u ječmu sorte Lukas		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
Rhyzopertha dominica				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	287,3 ± 119,7 a	287,3 ± 119,7 a	-
	300	56,0 ± 16,6 b	91,0 ± 17,6 b	1/ 6,27/0,0665
	400	27,0 ± 10,4 b	56,0 ± 24,6 b	1/3,54/0,1331
	500	15,0 ± 2,6 bB	53,0 ± 9,5 bA	1/44,20/0,0027
	600	15,0 ± 1,7 b	23,0 ± 23,6 b	1/0,34/0,5903
	df/ F/ P	4/13,26/0,0004	4/10,67/0,0012	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0 a	-
	300	92,7 ± 2,6	93,8 ± 1,7 ab	1/0,40/0,5595
	400	83,5 ± 13,3	93,1 ± 3,4 ab	1/1,45/0,2947
	500	89,8 ± 9,5	95,4 ± 2,9 a	1/ 0,96/0,3820
	600	88,6 ± 4,7	86,6 ± 4,7 b	1/0,27/0,6325
	df/ F/ P	4/1,87/0,1932	4/7,73/0,0042	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	80,5	68,2	
	400	90,6	80,5	
	500	94,8	81,6	
	600	94,8	92,0	
Sitophilus oryzae				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	399,3 ± 27,5 a	399,3 ± 27,5 a	-
	300	10,7 ± 1,5 bB	42,0 ± 13,0 bA	1/17,19/0,0143
	400	9,0 ± 5,3 bB	31,0 ± 2,0 bA	1/ 45,38/0,0025
	500	5,3 ± 1,5 bB	13,7 ± 3,1 bA	1/ 17,86/0,0134
	600	5,3 ± 2,9 bB	17,6 ± 4,6 bA	1/ 15,38/0,0172
	df/ F/ P	4/577,53/<,0001	4/437,32/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0 a	-
	300	66,2 ± 28,4 ab	80,7 ± 18,3 ab	1/0,56/0,4968
	400	8,9 ± 10,2 bcB	77,1 ± 13,2 abA	1/ 50,02/0,0021
	500	43,8 ± 38,4 abc	22,5 ± 13,1 c	1/0,83/0,4139
	600	0,0 ± 0,0 c	35,1 ± 32,9 bc	1/ 3,41/0,1384
	df/ F/ P	4/16,69/0,0012	4/9,15/0,0022	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	97,3	89,5	
	400	98,8	92,2	
	500	98,7	96,6	
	600	98,8	95,6	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	7,3 $\pm$ 3,0 a	7,3 $\pm$ 3,0 a	-
	300	0,3 $\pm$ 0,6 b	0,6 $\pm$ 1,2 b	1/0,20/0,6779
	400	0,3 $\pm$ 0,6 b	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/ 1,0/0,3739
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	1,0 $\pm$ 1,0 b	1/ 3,0/0,1583
	600	0,3 $\pm$ 0,6 b	0,3 $\pm$ 0,6 b	1/ 0,0/1,0
	<i>df/ F/ P</i>	4/14,6/0,004	4/11,85/0,0008	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	300	33,3 $\pm$ 57,7 ab	33,3 $\pm$ 57,7 ab	1/ 0,0/1,0
	400	33,3 $\pm$ 57,7 ab	0,0 $\pm$ 0,0 b	1/1,0/0,3739
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	66,7 $\pm$ 57,7 ab	1/4,0/0,1161
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	33,3 $\pm$ 57,7 ab	1/ 1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	8/3,75/ 0,0410	4/2,17/0,0466	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	95,9	91,8	
	400	95,9	100,0	
	500	100,0	86,3	
	600	95,9	95,9	

^aZa svaku vrstu kukca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.3.4. Tretman na ječmu sorta Bingo

Insekticidno djelovanje

U tretiranom ječmu sorte Bingo, formulacija N Form je bila visoko učinkovita za sve tri testirane vrste kukaca, s postignutim 100% mortalitetom već nakon 7 dana pri koncentraciji od 600 ppm (tablica 30.). Značajan porast mortaliteta testiranih vrsta kukaca zabilježen je samo između najniže (300 ppm) i viših koncentracija i to samo za vrstu *R. dominica* nakon 7 i 14 dana ekspozicije ($F=4,9$; $P=0,0321$, odnosno $F=7,46$; $P=0,00105$).

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], insekticidna aktivnost N Form je bila značajno izraženija kod sve tri vrste kukaca, postigavši statistički viši postotak mortaliteta testiranih vrsta nakon 7 i 14 dana ekspozicije.

Tablica 30. Srednje vrijednost mortaliteta ($\% \pm \text{SD}$) odraslih jedinki *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* nakon ekspozicije od 7 i 14 dana u tretiranom ječmu sorte Bingo, s formulacijom N Form i DZ SilicoSec® pri koncentracijama od 300, 400, 500 i 600 ppm

Ekspozicija (dani)	Koncentracija (ppm)	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca na ječmu sorte Bingo		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/ P
Rhyzopertha dominica				
7 dana	300	56,7 ± 27,5 b	36,7 ± 5,8 b	1/ 1,52/ 0,2857
	400	78,3 ± 7,6 abA	40,0 ± 8,7 abB	1/ 33,06/ 0,0045
	500	91,7 ± 7,6 ab	63,3 ± 20,8 ab	1/ 4,90/ 0,0913
	600	100,0 ± 0,0 a	90,0 ± 10,0 a	1/ 3,00/ 0,1583
	df/ F/ P	3/ 4,90/ 0,0321	3/ 11,41/ 0,0029	
14 dana	300	86,7 ± 7,6 bA	68,3 ± 2,9 cB	1/15,12/ 0,0177
	400	98,3 ± 2,9 aA	71,7 ± 2,8 cB	1/128,0/ 0,0003
	500	100,0 ± 0,0 aA	85,0 ± 8,7 bB	1/ 9,0/ 0,0399
	600	100,00 ± 0,0 a	98,3 ± 2,9 a	1/1,0/ 0,3739
	df/ F/ P	3/7,46/ 0,0105	3/ 22,56/ 0,0003	
Sitophilus oryzae				
7 dana	300	95,0 ± 8,7A	63,3 ± 10,4 bB	1/16,41/ 0,0155
	400	95,0 ± 5,0A	75,0 ± 10,0 bB	1/ 9,60/ 0,0363
	500	98,3 ± 2,9	96,7 ± 5,8 a	1/ 0,2/ 0,6779
	600	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 0,69/ 0,5820	3/ 15,30/ 0,011	
14 dana	300	100,0 ± 0,0	98,0 ± 3,5	1/1,0/ 0,3739
	400	100,0 ± 0,0	91,0 ± 15,6	1/ 1,0/ 0,3739
	500	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	1/ -/ -
	600	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/-/-	3/0,86/ 0,5005	
Tribolium castaneum				
7 dana	300	73,3 ± 26,7A	10,0 ± 8,7 cB	1/ 17,61/ 0,0137
	400	96,7 ± 5,8A	46,7 ± 23,1bB	1/ 13,24/ 0,0220
	500	96,7 ± 2,9A	80,0 ± 8,7 abB	1/ 10,0/ 0,0341
	600	100,0 ± 0,0 A	83,3 ± 7,6 aB	1/ 14,29/ 0,0194
	df/ F/ P	3/ 2,80/ 0,1083	3/19,0/ 0,0005	
14 dana	300	81,7 ± 14,4	50,0 ± 18,0 b	1/ 5,64/ 0,0764
	400	98,3 ± 2,9	90,0 ± 10,0 a	1/1,92/ 0,2378
	500	100,0 ± 0,0	96,7 ± 5,8 a	1/ 1,0/ 0,3739
	600	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0 a	1/ -/ -
	df/ F/ P	3/ 4,41/ 0,0414	3/14,04/ 0,0015	

Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim slovom, te za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i vrijeme ekspozicije (7 i 14 dana) unutar pojedinog reda vrijednosti mortaliteta s istim velikim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Kako u kontrolnim uzorcima nije uočen mortalitet odraslih jedinki *T. castaneum* i *R. dominica* (nakon 7 i 14 dana ekspozicije) ili je bio $< 5\%$ (*S. oryzae*, nakon 7 dana ekspozicije), mortalitet je iznosio 6,6%, te je za te podatke učinjena korekcija mortaliteta prema Schneider-Orelli formuli.

Utjecaj na potomstvo

Nakon procjene utjecaja na potomstvo F1 generacije testiranih vrsta kukaca koji su se razvili u tretiranom ječmu sorte Bingo, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane i to pri najnižoj koncentraciji (tablica 31.). Između koncentracija formulacije N Form nisu zabilježene statističke značajne razlike u broju potomstva. Kod *R. dominica*, inhibicija potomstva kretala se od 91,2% do 99,6% ovisno o apliciranoj koncentraciji. Udio živih odraslih jedinki unutar razvijene F1 generacije kretao se od 33,3% do 100,0%. Kod *S. oryzae*, inhibicija potomstva kretala se od 92,6% do 96,0%, ovisno o koncentraciji, a udio živih odraslih jedinki od 8,6% do 74,0%. Prosječno mali broj potomstva *T. castaneum* se razvio kako u kontrolnom tretmanu tako i u tretmanu s formulacijom N Form, a inhibicija potomstva se kretala od 67,6% do 98,6%.

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], poboljšano djelovanje formulacije N Form bilo je izraženo u većoj inhibiciji potomstva *R. dominica* (prosječno 96,7%, odnosno 91,2%), *S. oryzae* (prosječno 94,8%, odnosno 88,3%) i *T. castaneum* (prosječno 89,6%, odnosno 85,6%). Također, kod vrste *R. dominica* zabilježen je značajno manji prosječan broj razvijenog potomstva u tretmanu s formulacijom N Form pri koncentracijama od 400 ppm, 500 ppm i 600 ppm ($F=30,72$; $P=0,0052$; ($F=76,24$; $P=0,0009$; odnosno $F=19,22$; $P=0,0118$).

Tablica 31. Potomstvo F1 generacije roditeljskih parova vrsta *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* razvijenih na ječmu sorte Bingo tretiranim formulacijom N Form i DZ SilicoSec® u četiri koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm)

Potomstvo F1 generacije	Koncentracija (ppm)	Tretman u ječmu sorte Bingo		
		N Form	DZ SilicoSec®	df/ F/P
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	355,3 ± 103,1 a	355,3 ± 103,1 a	-
	300	31,3 ± 12,6 b	51,3 ± 16,1 b	1/ 2,88/0,1649
	400	8,3 ± 5,9 bB	31,3 ± 4,2 bA	1/30,72/0,0052
	500	7,7 ± 1,5 bB	31,7 ± 4,5 bA	1/76,24/0,0009
	600	1,3 ± 1,5 bB	11,7 ± 3,8 bA	1/19,22/0,0118
	df/ F/ P	4/32,94/<,0001	4/29,07/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0 a	-
	300	100,0 ± 0,0 A	97,4 ± 0,8 abB	1/32,82/0,0046
	400	91,7 ± 14,4	99,1 ± 1,6 b	1/0,78/0,4269
	500	94,4 ± 9,6	100,0 ± 0,0 a	1/ 1,0/0,3739
	600	33,3 ± 57,7	100,0 ± 0,0 a	1/ 4,0/0,1161
	df/ F/ P	4/3,35/0,0551	4/6,19/0,0090	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	91,2	85,6	
	400	97,7	91,2	
	500	97,8	91,1	
	600	99,6	96,7	
<i>Sitophilus oryzae</i>				
Broj potomstva (Σ± SD ^a)	0	265,7 ± 60,2 a	265,7 ± 60,2 a	-
	300	19,7 ± 11,9 b	45,3 ± 14,0 b	1/5,84/0,0731
	400	12,0 ± 3,5 b	32,3 ± 13,2 b	1/ 6,66/0,0613
	500	13,7 ± 7,6 b	27,3 ± 16,2 b	1/ 1,74/0,2580
	600	10,7 ± 8,1 b	19,7 ± 6,6 b	1/ 2,22/0,2108
	df/ F/ P	4/48,76/<,0001	4/38,65/<,0001	
Udio živih jedinki (%± SD ^a)	0	100,0 ± 0,0 a	100,0 ± 0,0	-
	300	74,0 ± 8,9 ab	70,0 ± 5,8	1/0,42/0,5516
	400	34,6 ± 51,5 ab	54,1 ± 47,9	1/0,46/0,5362
	500	8,6 ± 8,3 b	38,0 ± 25,8	1/ 3,54/0,1329
	600	20,4 ± 17,9 b	31,0 ± 53,6	1/ 0,11/0,7619
	df/ F/ P	4/7,07/0,0057	4/2,25/0,1366	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	92,6	83,0	
	400	95,5	87,8	
	500	94,9	89,7	
	600	96,0	92,6	

<i>Tribolium castaneum</i>				
Broj potomstva ($\Sigma \pm SD^a$)	0	20,7 $\pm$ 5,5 a	20,7 $\pm$ 5,5 a	-
	300	6,7 $\pm$ 1,5 b	6,0 $\pm$ 1,7 b	1/0,25/0,6433
	400	1,3 $\pm$ 1,2 b	3,0 $\pm$ 2,6 b	1/ 1,0/0,3739
	500	0,3 $\pm$ 0,6 b	1,3 $\pm$ 1,5 b	1/ 1,13/0,3486
	600	0,3 $\pm$ 0,6 b	1,7 $\pm$ 1,5 b	1/ 2,0/0,2302
	<i>df/ F/ P</i>	4/32,61/<,0001	4/21,94/<,0001	
Udio živih jedinki (% $\pm SD^a$)	0	100,0 $\pm$ 0,0 a	100,0 $\pm$ 0,0 a	-
	300	80,2 $\pm$ 5,4 a	93,3 $\pm$ 11,5 a	1/ 1,0/1494
	400	66,7 $\pm$ 57,7 ab	100,0 $\pm$ 0,0 a	1/1,0/0,3739
	500	0,0 $\pm$ 0,0 b	55,6 $\pm$ 50,9ab	1/3,57/0,1318
	600	0,0 $\pm$ 0,0 b	11,1 $\pm$ 19,2 b	1/ 1,0/0,3739
	<i>df/ F/ P</i>	8/ 9,69/ 0,0018	4/7,27/0,0052	
Inhibicija potomstva (%)	0	-	-	
	300	67,6	71,0	
	400	93,7	85,5	
	500	98,6	93,7	
	600	98,6	91,8	

^aZa svaku vrstu kukaca, unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (300, 400, 500 i 600 ppm) i pojedinu kategoriju procjene potomstva (broj potomstva i udio živih jedinki) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.1.3.5. Letalne koncentracije formulacije N Form za vrste *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* u tretmanima na ječmu sorti Lord, Lukas i Bingo

Procijenjene vrijednosti letalnih koncentracija LD₅₀ i LD₉₀ formulacije N Form su bile različite ovisno o vrsti kukca i sorti ječma na kojima je proveden tretman zaprašivanja (tablica 32.). Letalne koncentracije LD₅₀ su za vrstu *R. dominica* su procijenjene na približno podjednake vrijednosti na sve tri sorte ječma (192,4 ppm, 195,4 ppm, i 245,1 ppm) s tim da je najniža vrijednosti za LD₉₀ procijenjena na sorti Lord (317,0 ppm). U usporedbi sa DZ SilicoSec[®], letalne koncentracije formulacije N Form za suzbijanje 50% i 90% (LD₅₀ i LD₉₀) populacije *R. dominica* su bile niže na sve tri sorte ječma. Kod vrste *S. oryzae* također najjače (LD₅₀ i LD₉₀) djelovanje formulacije N Form je postignuto na sorti Bingo (92,1 ppm, odnosno 307,2 ppm) u odnosu na tretmane na sortama Lord i Lukas. U usporedbi sa DZ SilicoSec[®], i ovdje su letalne koncentracije formulacije N Form za suzbijanje 50% i 90% populacije bile niže na sve tri sorte ječma. Za vrstu *T. castaneum*, formulacija N Form je bila najučinkovitija u tretmanu na sorti Bingo, u kojem je pri najnižoj koncentraciji postignut mortalitet viši od 93%, stoga radi preuskog raspona vrijednosti mortaliteta, letalne vrijednosti nisu procijenjene. U usporedbi s DZ SilicoSec[®], prema letalnim koncentracijama LD₅₀ i LD₉₀, formulacija N Form je i za vrstu *T. castaneum* bila učinkovitija na sve tri sorte ječma.

Tablica 32. Letalne koncentracije (LD₅₀, LD₉₀) formulacije N Form i DZ SilicoSec® za vrste *R. dominica*, *S. oryzae* i *T. castaneum* u tretmanu na ječmu sorti Lord, Lukas i Bingo

Tretman	Sorta	95% Confidence Limit (koncentracija ppm)		Chi-square test** Chi-sq / df / p
		LD ₅₀ * (Lower – Upper Limit)	LD ₉₀ * (Lower – Upper Limit)	
<i>Rhyzopertha dominica</i>				
N Form	Lord	192,4 (182,0-254,1)	317,0 (257,3-361,1)	4,12/ 10/ 0,942
	Lukas	195,4 (. -285,6)	386,3 (306,0-528,9)	23,20/10/0,010
	Bingo	245,1 (161,3-284,4)	386,4 (357,7-431,0)	12,24/ 10/ 0,269
DZ SilicoSec®	Lord	224,5 (68,4-292,7)	520,7 (469,6-523,2)	8,10/ 10/ 0,619
	Lukas	262,9 (179,7-307,7)	470,3 (433,6-530,6)	8,90 / 10/ 0,542
	Bingo	275,0 (47,5-343,8)	498,7 (435,2-689,2)	23,5/ 10/ 0,009
<i>Sitophilus oryzae</i>				
N Form	Lord	226,5 (67,3-269,4)	336,9 (307,7-383,3)	3,58/ 10/ 0,965
	Lukas	162,8 (74,9-241,0)	367,2 (317,9-418,8)	4,43/ 10/ 0,926
	Bingo	92,1 (. -209,4)	307,2 (153,7-362,4)	7,13/ 10/ 0,713
DZ SilicoSec®	Lord	238,1 (12,0-304,5)	410,4 (357,0-527,1)	21,26/ 10/ 0,019
	Lukas	215,3 (84,6-296,9)	442,2 (383,5-568,9)	17,78/ 10/ 0,059
	Bingo	201,8 (51,9-262,2)	390,6 (353,3-441,9)	9,10/ 10/ 0,522
<i>Tribolium castaneum</i>				
N Form	Lord	217,2 (23,7-265,0)	333,3 (300,1-379,4)	7,34/ 10/ 0,693
	Lukas	153,9 (. -237,4)	314,8 (220,8-360,9)	6,16/ 10/ 0,801
	Bingo	(-)***	(-)***	13,79/ 10/ 0,183
DZ SilicoSec®	Lord	294,7 (216,8-331,9)	419,2 (382,0-497,0)	18,26/ 10/ 0,051
	Lukas	201,9 (11,7-258,5)	345,6 (307,7-391,2)	5,98 10/ 0,817
	Bingo	211,0 (. -263,9)	305,7 (149,6-371,2)	2,63/ 10/ 0,989

* LD₅₀ i LD₉₀ vrijednosti su izražene u ppm (mg kg⁻¹)

** Pearson Goodness of - Fit Test (Probit)

*** Procjena letalnih vrijednosti nije moguća radi pre visokog mortaliteta jedinki (>93% pri 300 ppm) i preuskog raspona vrijednosti

3.1.3.6. Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između sorata ječma

Usporedba učinkovitosti formulacije N Form između tri sorte ječma obavljena je na temelju podataka mortaliteta tri vrste kukaca nakon 14 dana ekspozicije pri koncentracijama od 300, 400, 500 i 600 ppm (tablica 33.). Insekticidna djelotvornost formulacije N Form na vrsti *R. dominica* nije se značajno razlikovala na testiranim sortama, no zabilježeno je nešto niži mortalitet na sorti Lukas pri koncentracijama od 300, 400 i 500 ppm. Također, niži mortalitet *R. dominica* je postignut na istoj sorti i u tretmanu s DZ SilicoSec® u kojem je zabilježena statistički značajna razlika pri koncentraciji od 300 ppm ($F=7,27$; $P=0,0249$). Na sorti Lukas je također djelotvornost N Form bila niža i kod vrste *S. oryzae* gdje je statistički značajno niži mortalitet zabilježen pri koncentracijama od 300 i 400 ppm ($F=17,76$; $P=0,0030$, odnosno $F=20,25$; $P=0,0021$). Isti trend je zabilježen i u tretmanu s DZ SilicoSec®, gdje je statistički značajno niži mortalitet ostvaren pri koncentraciji od 300 ppm ($F=18,55$; $P=0,0027$). Kod vrste *T. castaneum* nisu uočene značajne razlike u djelotvornosti formulacije N Form; na sortama Lord i Bingo postignuta je jednaka smrtnost pri svim koncentracijama, dok je na sorti Lukas bio nešto viši mortalitet pri najnižoj koncentraciji. Isti trend zabilježen je i u tretmanu sa DZ SilicoSec®.

Tablica 33. Usporedba insekticidne učinkovitosti formulacije N Form između tri sorte ječma nakon 14 dana ekspozicije pri različitim koncentracijama

Tretman	Sorta ječma	Srednje vrijednosti mortaliteta (% ± SD) kukaca			
		300 ppm	400 ppm	500 ppm	600 ppm
<i>Rhyzopertha dominica</i>					
N Form	Lord	86,7 ± 7,6	98,3 ± 2,9	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Lukas	69,3 ± 16,8	96,7 ± 2,8	98,3 ± 2,9	100,0 ± 0,0
	Bingo	86,7 ± 7,6	98,3 ± 2,9	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/2,26/0,1856	2/0,3/0,7290	2/1,0/0,4219	2/-/-
DZ SilicoSec®	Lord	68,3 ± 2,9 a	71,7 ± 2,9	85,0 ± 8,7	98,3 ± 2,9
	Lukas	60,0 ± 3,5 b	73,0 ± 11,0	91,0 ± 8,2	100,0 ± 0,0
	Bingo	68,3 ± 2,9 a	71,7 ± 2,9	85,0 ± 8,7	98,3 ± 2,9
	df/ F/ p	2/7,27/0,0249	2/0,04/0,9622	2/0,50/0,6310	2/0,50/0,6297
<i>Sitophilus oryzae</i>					
N Form	Lord	100,0 ± 100,0 a	100,0 ± 100,0 a	100,0 ± 100,0	100,0 ± 0,0
	Lukas	80,3 ± 8,1 b	91,0 ± 3,5 b	98,3 ± 2,9	100,0 ± 0,0
	Bingo	100,0 ± 100,0 a	100,0 ± 100,0 a	100,0 ± 100,0	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/17,76/ 0,0030	2/20,25/0,0021	2/1,0/0,4219	2/-/-
DZ SilicoSec®	Lord	98,3 ± 2,9 a	91,7 ± 14,4	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Lukas	66,0 ± 12,1 b	84,0 ± 16,0	94,7 ± 9,2	98,3 ± 2,9
	Bingo	98,0 ± 3,5 a	91,0 ± 15,6	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/18,55/ 0,0027	2/0,23/0,8016	2/1,0/0,4219	2/1,0/0,4219
<i>Tribolium castaneum</i>					
N Form	Lord	81,7 ± 14,4	98,3 ± 2,9	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Lukas	88,3 ± 2,9	96,7 ± 5,8	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Bingo	81,7 ± 14,4	98,3 ± 2,9	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/0,31/0,7420	2/0,17/ 0,8503	2/-/-	2/-/-
DZ SilicoSec®	Lord	50,0 ± 18,0	90,0 ± 10,0	96,7 ± 5,8	100,0 ± 0,0
	Lukas	81,7 ± 10,4	95,0 ± 5,0	100,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0
	Bingo	50,0 ± 18,0	90,0 ± 10,0	96,7 ± 5,8	100,0 ± 0,0
	df/ F/ P	2/3,97/0,0798	2/0,33/0,7290	2/0,50/0,6297	2/-/-

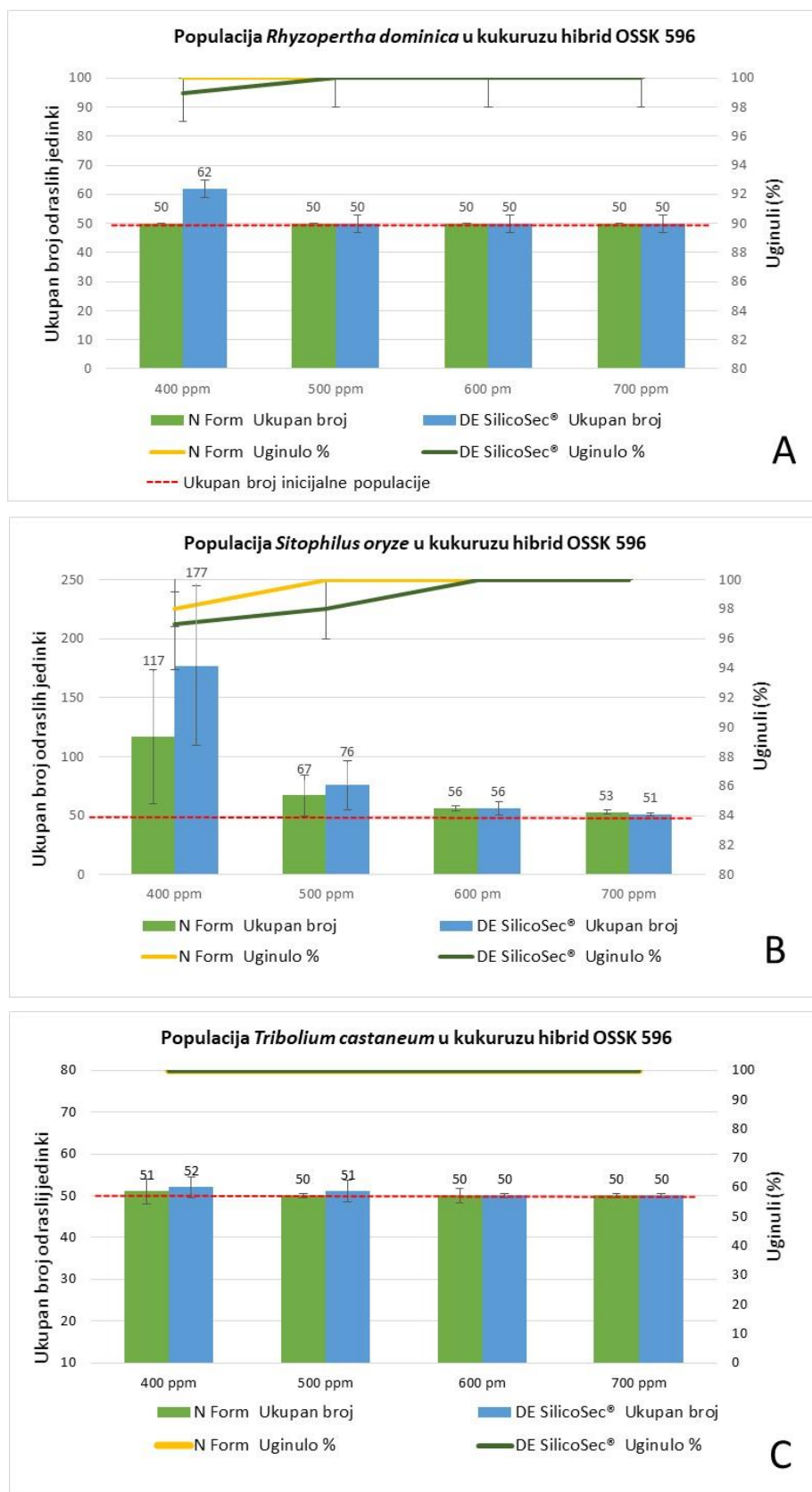
Za pojedini tretman (N Form i DZ SilicoSec®) i vrstu kukca (*Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus oryzae* i *Tribolium castaneum*) unutar pojedinog stupca, vrijednosti mortaliteta s istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu; $P < 0,05$. Za vrijednosti mortaliteta kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike.

3.2. Aktivnost formulacije N Form u skladišnim uvjetima

3.2.1 Aktivnost formulacije N Form u tretmanu na kukuruзу

3.2.1.1. Tretman na kukuruзу hibrid OSSK 596

Nakon čuvanja zrna kukuruза u periodu od šest mjeseci pri skladišnim uvjetima, formulacija N Form je postigla sigurnu zaštitu tretiranog kukuruза hibrida OSSK 596 protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 1.). Razvoj početne populacije *R. dominica* je potpuno zaustavljen pri najnižoj koncentraciji (400 ppm) sa 100% uginulih odraslih jedinki (grafikon 1.A). Između formulacije N Form i DZ SilicoSec[®], nisu zabilježene značajne razlike u aktivnosti niti pri jednoj koncentraciji, iako je pri 400 ppm aktivnost formulacije N Form bila nešto viša. Naime u tretmanu sa DZ SilicoSec[®], populacija *R. dominica* se nastavila razvijati, te za razliku od tretmana s formulacijom N Form, nije zabilježen 100% smrtnosti među jedinkama. Protiv vrste *S. oryzae*, formulacija N Form je bila manje uspješna obzirom da se inicijalna populacija nastavila razvijati tijekom 6 mjeseci. Pri koncentraciji od 400 ppm inicijalna populacija se povećala 2,3 puta dok je među razvijenom populacijom smrtnost jedinki *S. oryzae* iznosila 97,4% (grafikon 1.B). Sa svakim povećanjem koncentracije, ukupan broj odraslih jedinki *S. oryzae* se smanjivao (67, 56, odnosno 53) s uginućem od 100%. Između formulacije N Form i DZ SilicoSec[®], nisu zabilježene značajne razlike u aktivnosti, iako je formulacija N Form ostvarila bolju zaštitu kukuruза, naročito pri nižim koncentracijama (400 i 500 ppm). Ukupan broj razvijene populacije je bio niži u odnosu na DZ SilicoSec[®] pri 400 ppm (117, odnosno 177), te je udio uginulih jedinki bio viši pri 500 ppm (100%, odnosno 98%). Protiv vrste *T. castaneum*, formulacija N Form je nakon 6 mjeseci skladištenja postigla izvrsnu zaštitu, uz potpuno suzbijanje početne populacije sa 100% uginulih jedinki pri svim koncentracijama (grafikon 1.C). Između formulacije N Form i DZ SilicoSec[®] nije bilo statistički značajne razlike u aktivnosti.



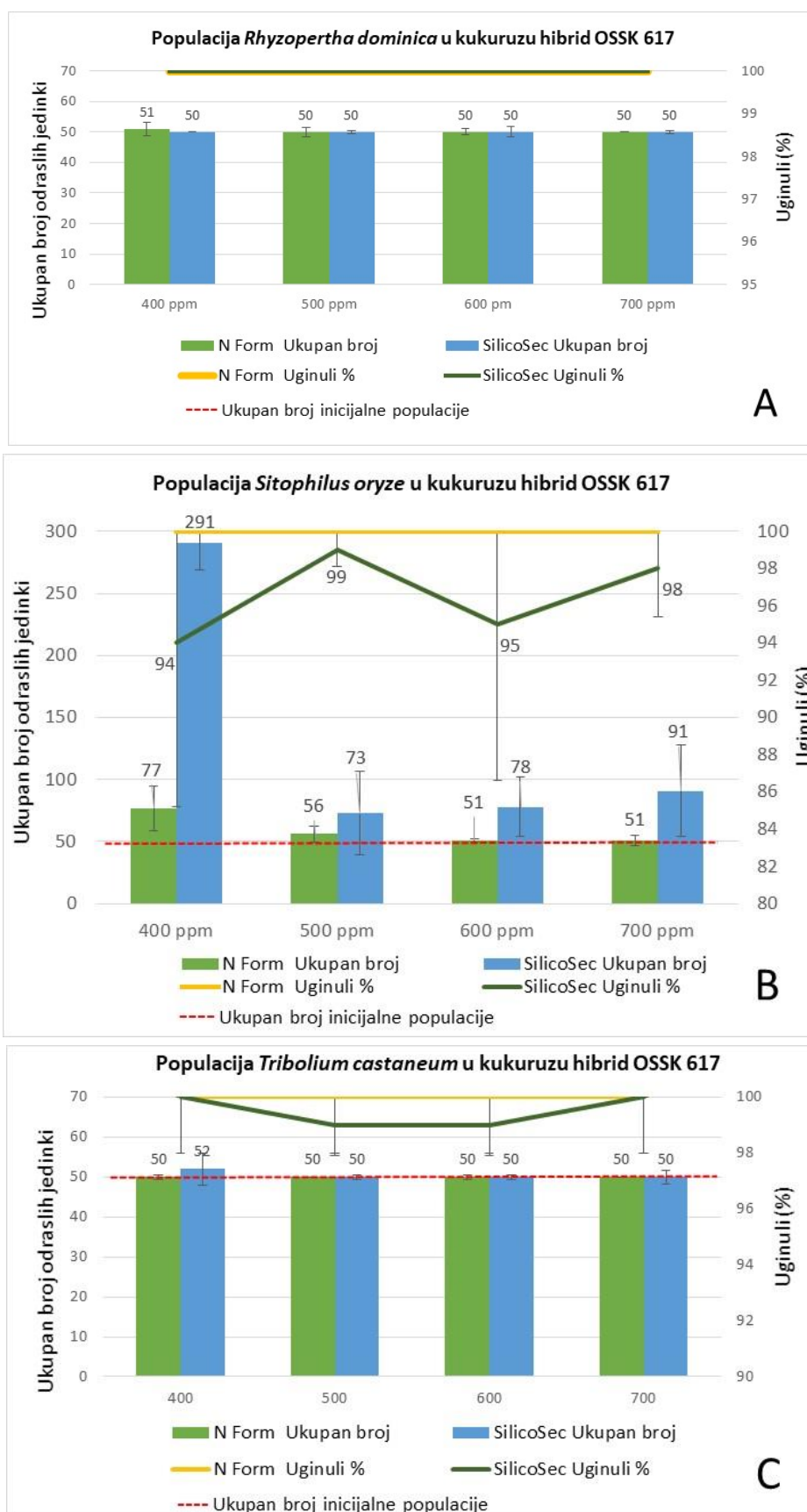
Grafikon 1. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u kukuruзу hibrida OSSK 596 tretiranim formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest mjeseci čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T.*

castaneum. Crvena točkasta linija predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) ANOVA parametri za *R. dominica* pri 400 ppm: $F=3,7$; $P=0,124$, pri 500 ppm: $F=1,0$; $P=0,373$, pri 600 ppm: $F=6,4$; $P=0,064$, pri 700 ppm: $F=3,0$; $P=0,158$; za *S. oryzae* pri 400 ppm: $F=1,3$; $P=0,307$, pri 500 ppm: $F=0,2$; $P=0,622$, pri 600 ppm: $F=0,01$; $P=0,928$, pri 700 ppm: $F=5,8$; $P=0,073$; za *T. castaneum* pri 400 ppm: $F=0,09$; $P=0,778$, pri 500 ppm: $F=0,7$; $P=0,441$, pri 600 ppm: $F=0,4$; $P=0,561$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=1,0$. Df za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* pri 400 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$ pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *S. oryzae* pri 400 ppm: $F=0,4$; $P=0,566$, pri 500 ppm: $F=2,4$; $P=0,196$; pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *T. castaneum* pri 400 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$ pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$. Df za sve parametre je 1.

3.2.1.2. Tretman na kukuruzu hibrid OSSK 617

U tretmanu s kukuruzom hibrid OSSK 617, s formulacijom N Form postignuta je sigurna zaštita kukuruza protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 2.). Nakon šest mjeseci, razvoj inicijalne populacije *R. dominica* (grafikon 2.A) i *T. castaneum* (grafikon 2.C) je potpuno zaustavljen pri najnižoj koncentraciji (400 ppm), obzirom da daljnji razvoj inicijalne populacije nije niti započeo te su sve jedinke inicijalne populacije uginule. Razvoj populacije je također zaustavljen i kod vrste *S. oryzae*, ali pri višim koncentracijama (600 i 700 ppm) (grafikon 2.B). Pri nižim koncentracijama (400 i 500 ppm), pojedine jedinke *S. oryzae* su nastavile s razvojem tijekom šest mjeseci (ukupan broj odraslih jedinki 76, odnosno 56).

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], aktivnost formulacije N Form je bila podjednaka protiv vrsta *R. dominica* i *T. castaneum*, dok je protiv *S. oryzae* N Form bila učinkovitija. To je bilo najviše izraženo pri najnižoj koncentraciji (400 ppm) pri čemu je zabilježen manji broj razvijenih jedinki (76, odnosno 291) ali bez statistički značajne razlike ($F=0,71$; $P=0,1751$). Također, čak niti pri najvišoj koncentraciji (700 ppm) DE SilicoSec[®] nije postignut 100% mortalitet *S. oryzae* kao što je to postignuto pri najnižoj koncentraciji s formulacijom N Form (grafikon 2.B).

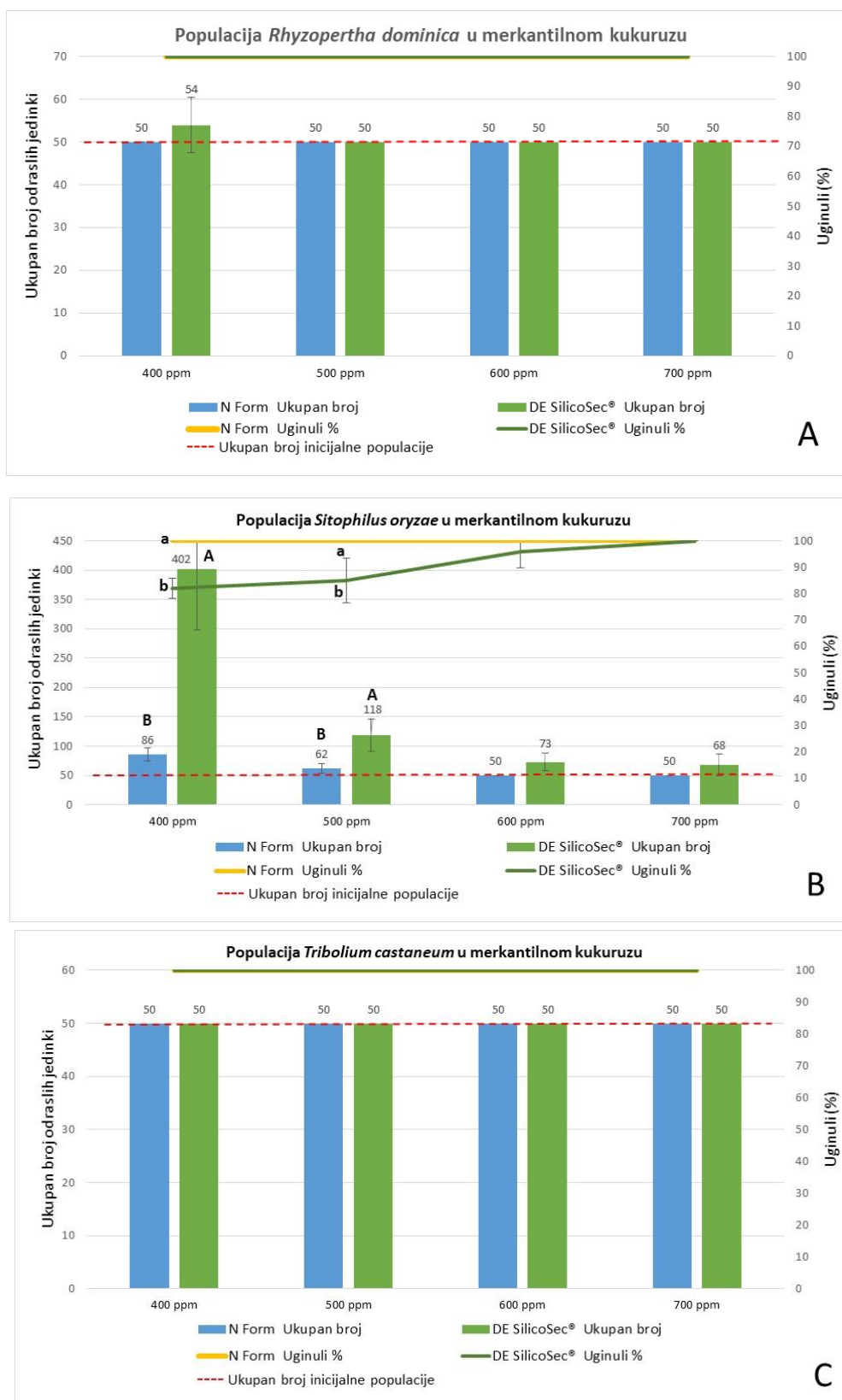


Grafikon 2. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u kukuruzu hibrida OSSK 617 tretiranim formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest mjeseci

čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T. castaneum*. Crvena točkasta linija predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) ANOVA parametri za *R. dominica* pri 400 ppm: $F=1,0$; $P=0,373$, pri 500 ppm: $F=2,0$; $P=0,230$, pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=1,0$, pri 700 ppm: $F=1,0$; $P=0,373$; za *S. oryzae* pri 400 ppm: $F=2,7$; $P=0,175$, pri 500 ppm: $F=0,7$; $P=0,423$, pri 600 ppm: $F=3,6$; $P=0,127$, pri 700 ppm: $F=3,1$; $P=0,150$; za *T. castaneum* pri 400 ppm: $F=1,2$; $P=0,321$, pri 500 ppm: $F=1,0$; $P=0,373$, pri 600 ppm: $F=2,0$; $P=0,230$, pri 700 ppm: $F=1,0$; $P=0,373$. Df za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* pri 400 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$ pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *S. oryzae* pri 400 ppm: $F=1,7$; $P=0,323$, pri 500 ppm: $F=3,1$; $P=0,155$; pri 600 ppm: $F=1,2$; $P=0,329$, pri 700 ppm: $F=2,2$; $P=0,209$; za *T. castaneum* pri 400 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$ pri 500 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$, pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$. Df za sve parametre je 1.

3.2.1.3. Tretman na merkantilnom kukuruzu

U tretmanu s merkantilnim kukuruzom, s formulacijom N Form postignuta je sigurna zaštita kukuruza protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 3.). Nakon šest mjeseci, razvoj inicijalne populacije je potpuno zaustavljen pri najnižoj koncentraciji kod *R. dominica* (grafikon 3.A) i *T. castaneum* (grafikon 3.C), odnosno pri koncentraciji od 600 ppm kod *S. oryzae* (grafikon 3.B), obzirom da daljnji razvoj inicijalne populacije nije niti započeo te su sve jedinke inicijalne populacije uginule. U usporedbi s DZ SilicoSec®, aktivnost formulacije N Form je bila podjednaka protiv vrsta *R. dominica* i *T. castaneum*, dok je protiv *S. oryzae* N Form bila učinkovitija. Ova razlika je najviše bila izražena pri nižim koncentracijama (400 i 500 ppm) pri čemu je zabilježen značajno manji broj razvijenih jedinki ($F=27,7$; $P=0,006$, odnosno $F=11,1$; $P=0,029$) i značajno viši udio uginulih jedinki među razvijenom populacijom *S. oryzae* ($F=67,5$; $P=0,001$, odnosno $F=9,1$; $P=0,029$).

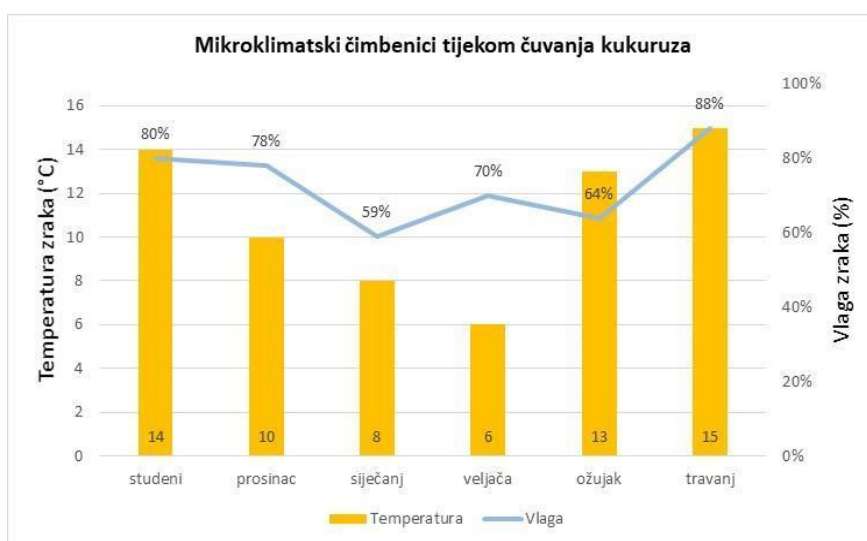


Grafikon 3. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u merkantilnom kukuruзу tretiranom formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest mjeseci čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T.*

castaneum. Crvena točkasta linija predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim tiskanim slovom, se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) ANOVA parametri za *R. dominica* pri 400 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$, pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *S. oryzae* pri 400 ppm: $F=27,7$; $P=0,006$, pri 500 ppm: $F=11,1$; $P=0,029$, pri 600 ppm: $F=7,3$; $P=0,054$, pri 700 ppm: $F=2,9$; $P=0,164$; za *T. castaneum* pri 400 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$. Df za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* pri 400 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$ pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *S. oryzae* pri 400 ppm: $F=67,5$; $P=0,001$, pri 500 ppm: $F=9,1$; $P=0,029$; pri 600 ppm: $F=1,4$; $P=0,298$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *T. castaneum* pri 400 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$ pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$, pri 700 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$. Df za sve parametre je 1.

3.2.1.4. Mikroklimatski čimbenici tijekom čuvanja kukuruza

Skladišni uvjeti (vlaga i temperatura zraka skladišnog prostora) tijekom čuvanja kukuruza praćeni su jednom mjesečno tijekom cjelokupnog perioda od šest mjeseci (grafikon 4.). Temperatura zraka tijekom perioda čuvanja se kretala od 6 °C (veljača) do 15°C (travanj), a vlaga zraka skladišnog prostora od 59% (siječanj) do 88% (travanj).



Grafikon 4. Temperatura (°C) i vlaga zraka (%) skladišnog prostora tijekom čuvanja merkantilnog kukuruza

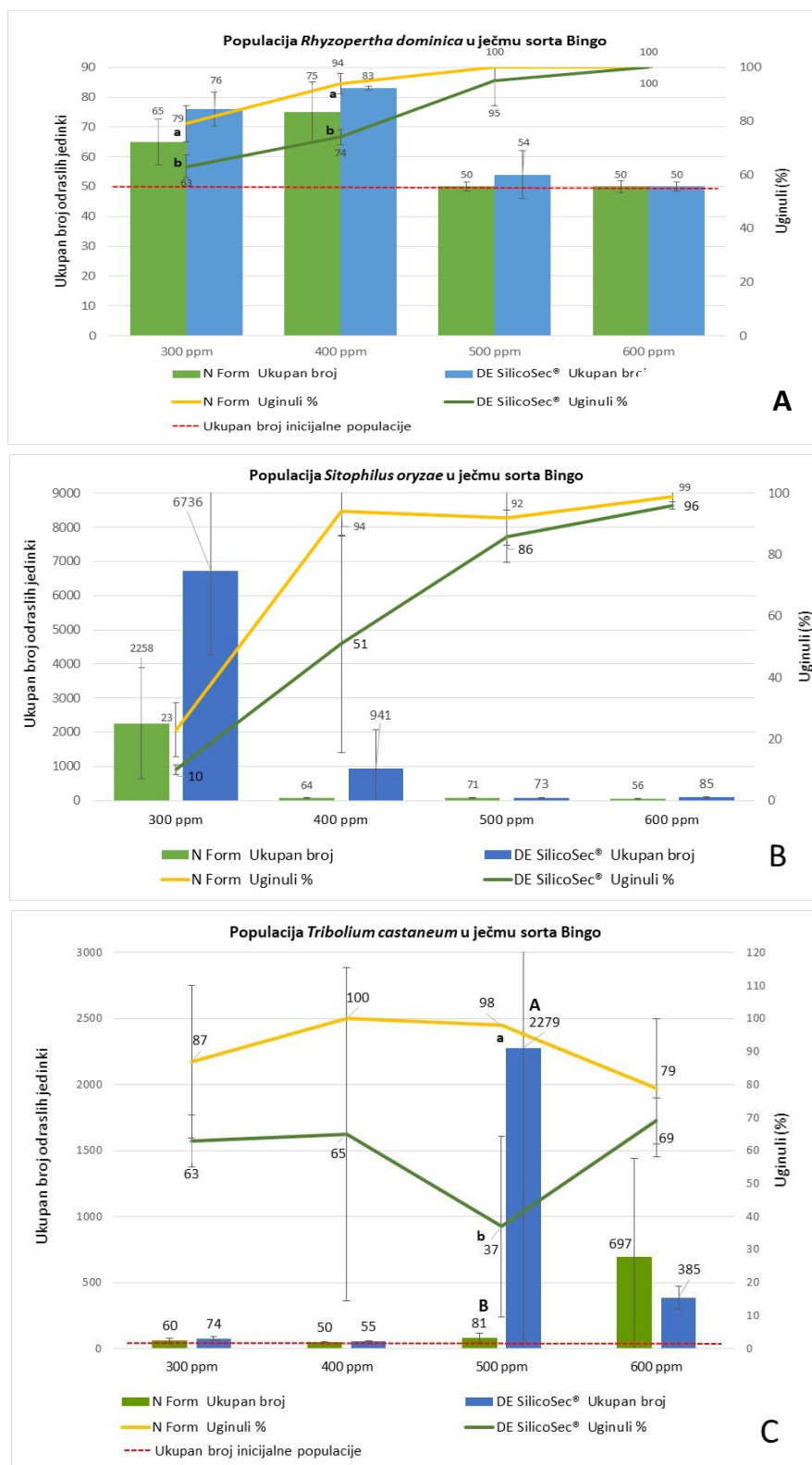
3.2.2. Aktivnost formulacije N Form u tretmanu na ječmu

3.2.2.1. Tretman na ječmu sorta Bingo

Nakon čuvanja zrna ječma sorte Bingo u periodu od šest mjeseci pri skladišnim uvjetima, formulacija N Form je postigla sigurnu zaštitu tretiranog ječma sorte Bingo protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 5.). Razvoj početne populacije *R. dominica* je potpuno zaustavljen pri koncentraciji od 500 ppm sa 100% uginulih odraslih jedinki (grafikon 5.A). Između formulacije N Form i DZ SilicoSec®, zabilježena je značajna razlika u aktivnosti pri nižim koncentracijama (300 i 400 ppm) pri čemu je u tretmanu s formulacijom N Form zabilježen značajno viši udio uginulih jedinki ($F=12,6$; $P=0,024$, odnosno $F=55,1$; $P=0,002$). Osim toga, zabilježen je i manji ukupan broj razvijene populacije *R. dominica*, ali bez značajne razlike. Protiv vrste *S. oryzae*, formulacija N Form je bila manje uspješna obzirom da se inicijalna populacija nastavila razvijati tijekom 6 mjeseci. Pri koncentraciji od 300 ppm inicijalna populacija se povećala čak 45,2 puta a smrtnost jedinki *S. oryzae* iznosila tek 23% (grafikon 5.B). Pri višim koncentracijama (400, 500 i 600 ppm), inicijalna populacija (ukupno 50) je tek neznatno nastavila s razvojem (ukupno 64,71, odnosno 56) s tim da je većina populacije uginula (94%, 92%, odnosno 99%).

Između formulacije N Form i DZ SilicoSec®, nisu zabilježene značajne razlike u aktivnosti, iako pri nižim koncentracijama (300 i 400 ppm), u tretmanu s formulacijom N Form zabilježen manji ukupan broj jedinki (2258, odnosno 6736 i 64, odnosno 941) kao i veća smrtnost među razvijenom populacijom *S. oryzae* (23%, odnosno 10% i 94%, odnosno 51%).

Protiv vrste *T. castaneum*, formulacija N Form je nakon 6 mjeseci skladištenja postigla izvrsnu zaštitu, uz potpuno suzbijanje početne populacije sa 100% uginulih jedinki pri koncentraciji od 400 ppm (grafikon 5.C). Međutim pri višim koncentracijama (500 i 600 ppm) zamijećen je intenzivan porast inicijalne populacije koja se povećala 1,62, odnosno 13,9 puta. Ovaj porast inicijalne populacije *T. castaneum* pri 500 i 600 ppm također je zabilježen i u tretmanu s DZ SilicoSec®, s tim da je pri 500 ppm porast populacije bio značajno viši nego kod formulacije N Form ($F=14,3$; $P=0,019$), osim toga udio uginulih jedinki među razvijenim potomstvom je bio značajno niži ($F=14,3$; $P=0,019$).



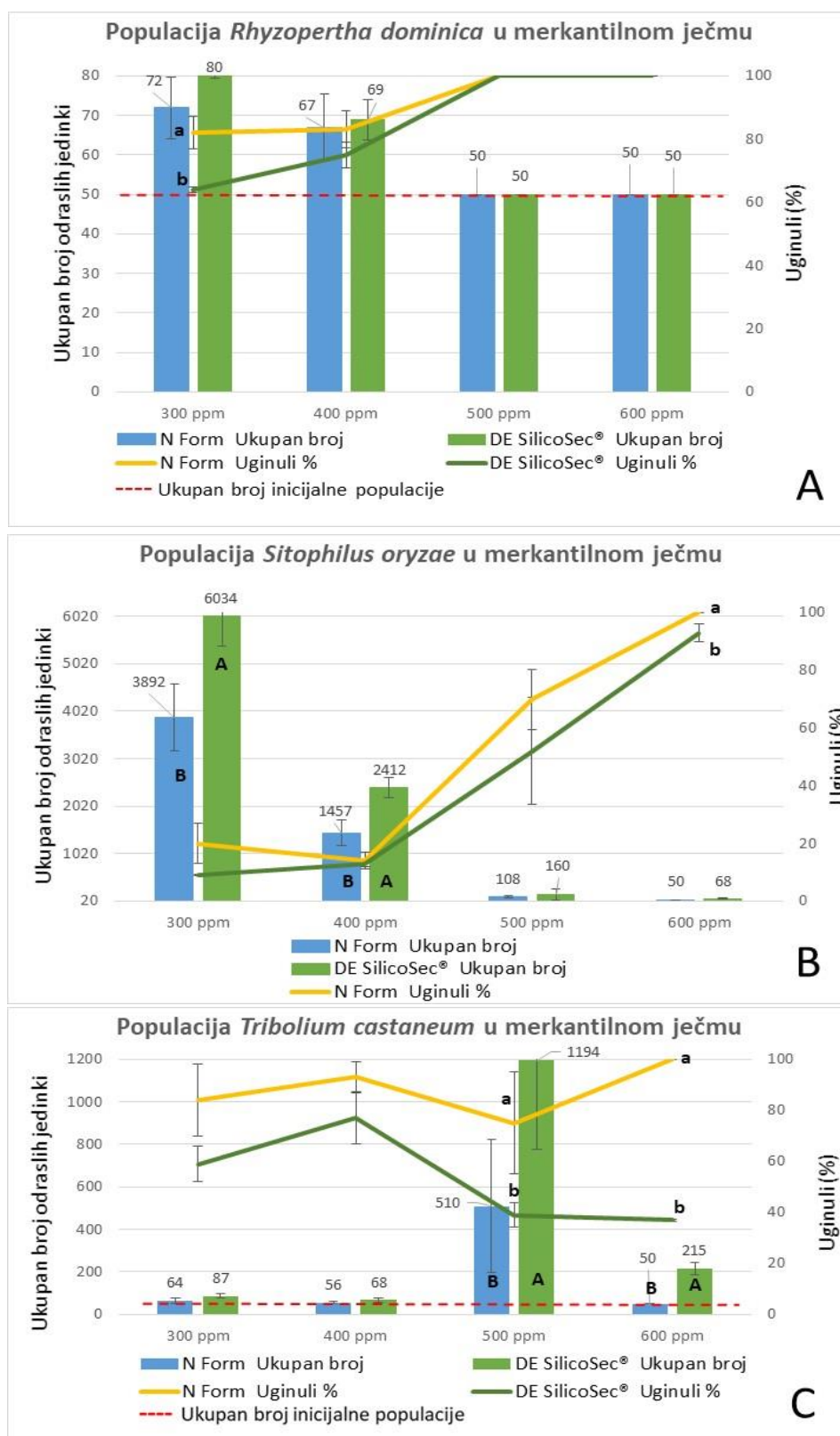
Grafikon 5. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u ječmu sorte Bingo tretiranim formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest mjeseci čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T. castaneum*.

Crvena točkasta linija (grafikon 4. A i 4. C) predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) ANOVA parametri za *R. dominica* pri 300 ppm: $F=3,9$; $P=0,121$, pri 400 ppm: $F=1,7$; $P=0,262$, pri 500 ppm: $F=1,1$; $P=0,382$, pri 600 ppm: $F=0,1$; $P=0,830$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=6,9$; $P=0,058$, pri 400 ppm: $F=1,8$; $P=0,252$, pri 500 ppm: $F=0,0$; $P=0,959$, pri 600 ppm: $F=4,6$; $P=0,099$; za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=1,0$; $P=0,366$, pri 400 ppm: $F=2,4$; $P=0,199$, pri 500 ppm: $F=14,3$; $P=0,019$, pri 600 ppm: $F=0,5$; $P=0,510$. Df za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* pri 300 ppm: $F=12,6$; $P=0,024$, pri 400 ppm: $F=55,1$; $P=0,002$, pri 500 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$, pri 600 ppm: $F=0,0$; $P=0,0$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=5,8$; $P=0,074$, pri 400 ppm: $F=4,3$; $P=0,107$, pri 500 ppm: $F=0,8$; $P=0,431$, pri 600 ppm: $F=7,1$; $P=0,057$; za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=2,9$; $P=0,165$, pri 400 ppm: $F=1,4$; $P=0,298$, pri 500 ppm: $F=14,3$; $P=0,019$, pri 600 ppm: $F=0,6$; $P=0,481$. Df za sve parametre je 1.

3.2.2.2. Tretman na merkantilnom ječmu

U tretmanu s merkantilnim ječmu, s formulacijom N Form postignuta je sigurna zaštita ječma protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 6.). Nakon šest mjeseci, razvoj inicijalne populacije sve tri vrste kukaca je potpuno zaustavljen, i to kod vrste *R. dominica* pri koncentraciji od 500 ppm (grafikon 6.A) i kod vrsta *S. oryzae* i *T. castaneum* pri 600 ppm kod (grafikon 6.B i C).

U usporedbi s DZ SilicoSec[®], zabilježeno je značajno jače djelovanje formulacije N Form i to kod sve tri vrste kukaca. Kod vrste *R. dominica*, zabilježen je značajno veći udio uginulih jedinki pri koncentracijama od 300 ($F=38,04$; $P=0,0035$). Kod vrste *S. oryzae*, pri koncentracijama od 300 i 400 ppm zabilježen je značajno manji broj razvijenog potomstva ($F=7,38$; $P=0,0174$; odnosno $F=23,06$; $P=0,0086$), te značajno veći udio uginulih jedinki pri najvećoj koncentraciji ($F=14,0$; $P=0,0201$). Kod vrste *T. castaneum*, značajno jače djelovanje formulacije N Form bilo je izraženo pro koncentracijama od 500 i 600 ppm, pri čemu je zabilježen značajno manji broj razvijenog potomstva ($F=5,16$; $P=0,0356$, odnosno $F=107,55$; $P=0,0005$) i značajno veći udio uginulih jedinki ($F=9,29$; $P=0,0381$, odnosno $F=55383,8$; $P=0,0001$).

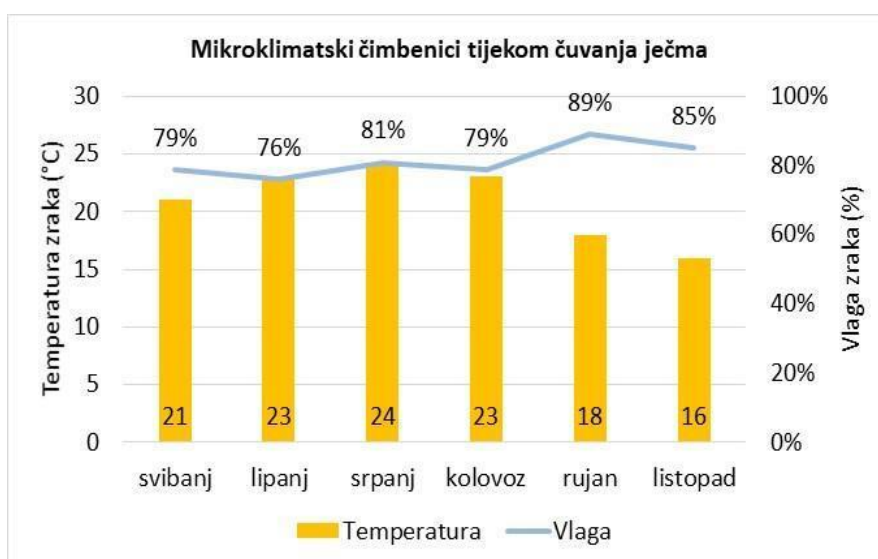


Grafikon 6. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u merkantilnom ječmu tretiranom formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest mjeseci čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T. castaneum*. Crvena točkasta linija (grafikon 6. A i 6. C) predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste

koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) ANOVA parametri za *R. dominica* pri 300 ppm: $F=2,7$; $P=0,178$, pri 400 ppm: $F=0,08$; $P=0,786$, pri 500 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$, pri 600 ppm: $F=4,0$; $P=0,116$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=15,3$; $P=0,017$ pri 400 ppm: $F=23,1$; $P=0,008$, pri 500 ppm: $F=0,7$; $P=0,464$, pri 600 ppm: $F=6,3$; $P=0,006$; za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=5,6$; $P=0,076$, pri 400 ppm: $F=3,3$; $P=0,144$, pri 500 ppm: $F=5,2$; $P=0,003$ pri 600 ppm: $F=107,5$; $P=0,0005$. Df za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* pri 300 ppm: $F=38,06$; $P=0,003$, pri 400 ppm: $F=3,4$; $P=0,141$, pri 500 ppm: $F=3,4$; $P=0,141$ pri 600 ppm: $F=3,4$; $P=0,141$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=7,4$; $P=0,005$, pri 400 ppm: $F=0,7$; $P=0,458$, pri 500 ppm: $F=2,2$; $P=0,211$, pri 600 ppm: $F=14,0$; $P=0,020$; za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=7,4$; $P=0,052$, pri 400 ppm: $F=5,3$; $P=0,082$ pri 500 ppm: $F=9,3$; $P=0,038$, pri 600 ppm: $F=5538,8$; $P=0,001$. Df za sve parametre je 1.

3.2.2.3. Mikroklimatski čimbenici tijekom čuvanja ječma

Skladišni uvjeti (vlaga i temperatura zraka skladišnog prostora) tijekom čuvanja ječma sorte Bingo i merkantilnog ječma praćeni su jednom mjesečno tijekom cjelokupnog perioda od šest mjeseci (grafikon 7.). Temperatura zraka tijekom perioda čuvanja se kretala od 16 °C (listopad) do 24 °C (srpanj), a vlaga zraka skladišnog prostora od 76% (lipanj) do 89% (rujan) do 89% (rujan).



Grafikon 7. Temperatura (°C) i vlaga zraka (%) skladišnog prostora tijekom čuvanja ječma sorte Bingo i merkantilnog ječma

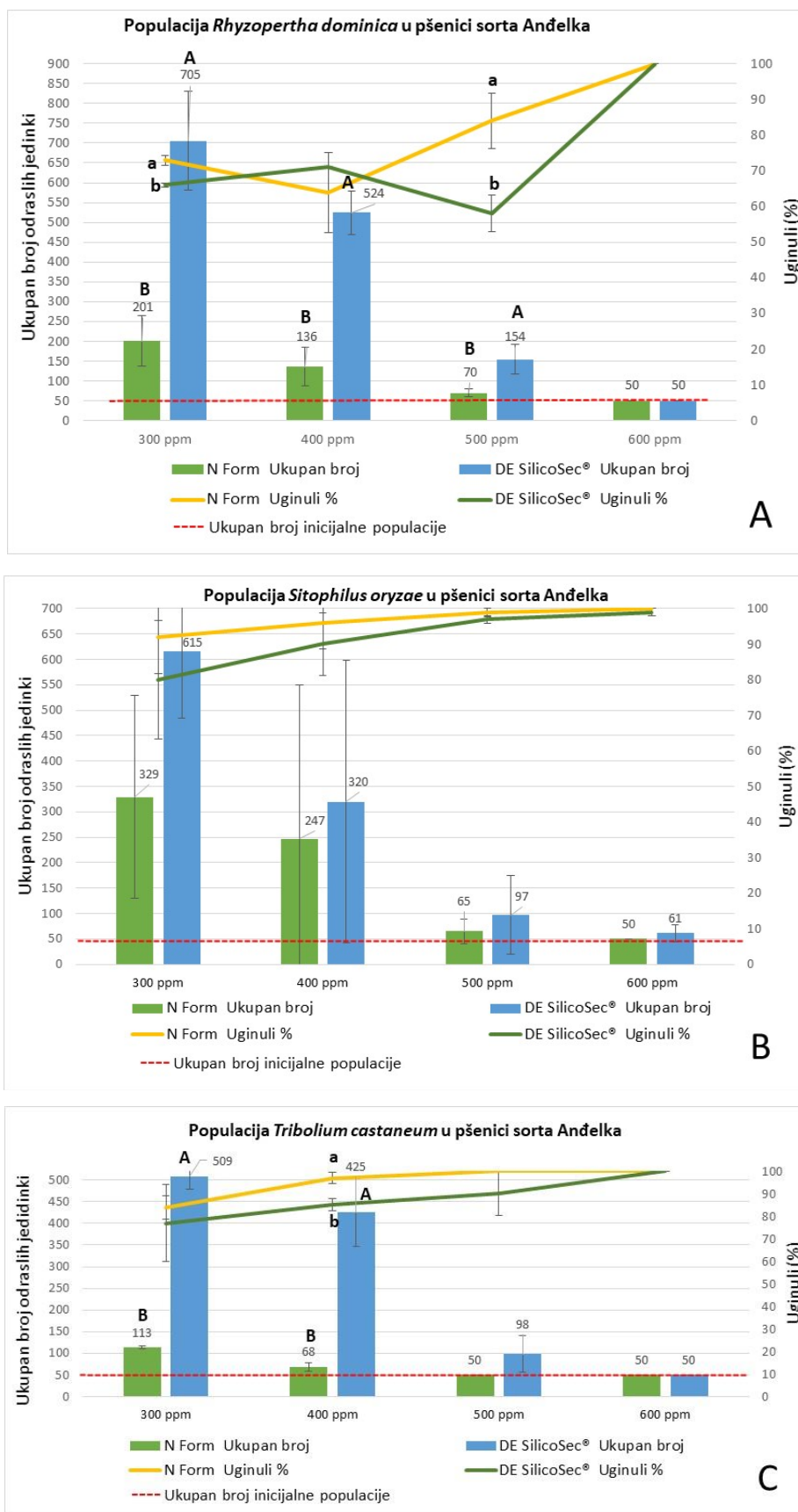
3.2.3. Aktivnost formulacije N Form na pšenici

3.2.3.1. Tretman na pšenici sorta Anđelka

Nakon čuvanja zrna pšenice sorte Anđelka u periodu od šest mjeseci pri skladišnim uvjetima, formulacija N Form je postigla sigurnu zaštitu tretirane pšenice sorte Anđelka protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 8.). Razvoj početne populacije *R. dominica* je potpuno zaustavljen pri koncentraciji od 600 ppm sa 100% uginulih odraslih jedinki (grafikon 8.A). Između formulacije N Form i DZ SilicoSec[®], zabilježene su značajne razlike u aktivnosti. Tako je u tretmanu s formulacijom N Form, pri sve tri koncentracije zabilježen značajno manji ukupan broj jedinki *R. dominica* ($F=38,8$; $P=0,003$, $F=81,5$; $P=0,0008$, odnosno $F=14,2$; $P=0,019$), kao i značajno veći udio uginulih jedinki među razvijenom populacijom pri koncentracijama od 300 i 500 ppm ($F=63,7$; $P=0,001$, odnosno $F=25,0,2$; $P=0,008$). Protiv vrste *S. oryzae*, formulacija N Form je bila manje uspješna obzirom da se inicijalna populacija nastavila razvijati tijekom 6 mjeseci. Pri koncentraciji od 300 i 400 ppm inicijalna populacija se povećala 6,6, odnosno 5 puta (grafikon 8.B). Pri koncentraciji od 500 ppm, razvoj inicijalne populacije je potpuno zaustavljen.

Između formulacije N Form i DZ SilicoSec[®], nisu zabilježene značajne razlike u aktivnosti, iako pri svim koncentracijama u tretmanu s formulacijom N Form zabilježen je manji ukupan broj jedinki kao i veća smrtnost među razvijenom populacijom *S. oryzae*.

Protiv vrste *T. castaneum*, formulacija N Form je nakon 6 mjeseci skladištenja postigla izvrsnu zaštitu, uz potpuno suzbijanje početne populacije sa 100% uginulih jedinki pri koncentraciji od 500 ppm (grafikon 8.C). U odnosu na DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala značajno bolje djelovanje pri čemu je zabilježen značajno manji ukupan broj odraslih jedinki pri koncentracijama od 300 i 400 ppm ($F=495,8$; $P<0,001$, odnosno $F=62,9$ $P=0,001$) i značajno veći udio uginulih jedinki među razvijenom populacijom pri 400 ppm ($F=30,3$, $P=0,005$).



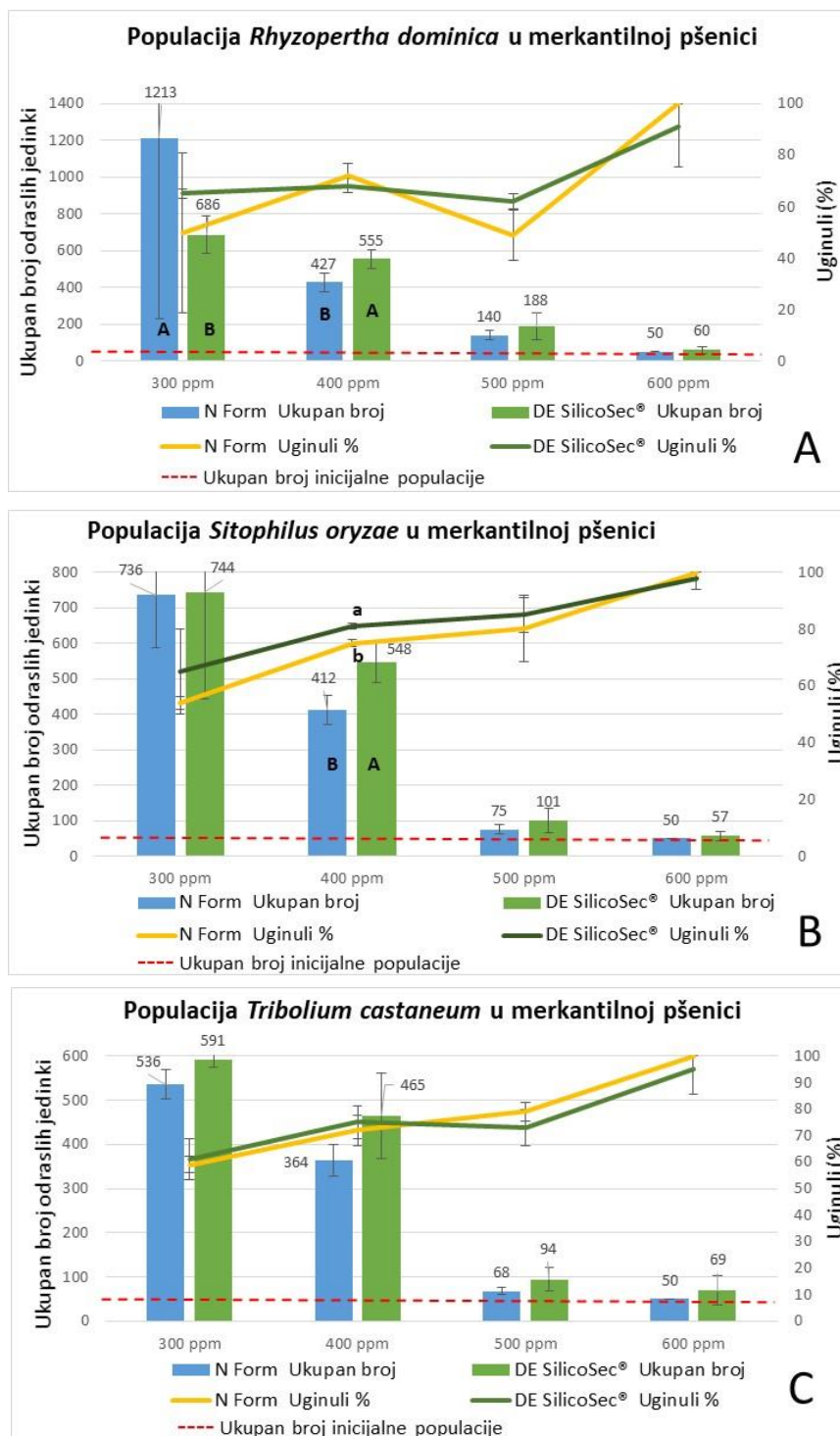
Grafikon 8. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u pšenici sorte Anđelka tretiranim formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest

mjeseci čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T. castaneum*. Crvena točkasta linija predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) za *R. dominica* za pri 300 ppm: $F=38,8$; $P=0,003$, pri 400 ppm: $F=81,5$; $P=0,0008$, pri 500 ppm: $F=14,2$; $P=0,019$ pri 600 ppm: $F=0$; $P=0$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=0,9$; $P=0,379$ pri 400 ppm: $F=0,1$; $P=0,774$ pri 500 ppm: $F=0,5$; $P=0,522$ pri 600 ppm: $F=1,2$; $P=0,333$; za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=495,8$; $P < 0,001$, pri 400 ppm: $F=62,9$ $P=0,001$ pri 500 ppm: $F=3,9$; $P=0,120$ pri 600 ppm: $F=0$; $P=0$. *Df* za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* za pri 300 ppm: $F=63,7$; $P=0,001$, pri 400 ppm: $F=1,0$; $P=0,372$, pri 500 ppm: $F=25,0,2$; $P=0,008$ pri 600 ppm: $F=0$; $P=0$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=1,2$; $P=0,336$ pri 400 ppm: $F=0,8$; $P=0,417$ pri 500 ppm: $F=1,8$; $P=0,250$ pri 600 ppm: $F=3,5$; $P=0,134$ za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=0,5$; $P=0,520$, pri 400 ppm: $F=30,3$, $P=0,005$, pri 500 ppm: $F=3,7$; $P=0,127$, pri 600 ppm: $F=0$; $P=0$. *Df* za sve parametre je 1.

3.2.3.2. Tretman na merkantilnoj pšenici

Nakon čuvanja merkantilne pšenice u periodu od šest mjeseci pri skladišnim uvjetima, formulacija N Form je postigla sigurnu zaštitu tretirane merkantilne pšenice protiv sve tri ispitivane vrste kukaca (grafikon 9.). Početna populacija *R. dominica* se pri nižim koncentracijama (300, 400 i 500 ppm) nastavila razvijati tijekom 6 mjeseci. Razvoj početne populacije *R. dominica* potpuno je zaustavljen tek pri najvišoj koncentraciji od 600 ppm pri čemu je zabilježena potpuno smrtnost odraslih jedinki (grafikon 9.A). Između formulacije N Form i DZ SilicoSec[®], zabilježene su značajne razlike u aktivnosti. Tako je u tretmanu s formulacijom N Form, pri nižim koncentracijama (300 i 400 ppm) zabilježen značajno manji ukupan broj jedinki *R. dominica* ($F=8,5$; $P=0,008$, odnosno $F=9,8$; $P=0,003$). Kod vrste *S. oryzae*, formulacija N Form je imala sličan trend djelovanja kao i kod *R. dominica*; inicijalna populacija se nastavila razvijati tijekom 6 mjeseci pri nižim koncentracijama, dok je razvoj potpuno zaustavljen pri 600 ppm (grafikon 9.B). U odnosu na DZ SilicoSec[®], formulacija N Form je imala bolje djelovanje na *S. oryzae*, a značajno manji ukupni broj razvijenih jedinki zabilježen je pri koncentraciji od 400 ppm ($F=10,8$; $P=0,031$). Isti trend djelovanje formulacije N Form, nastavlja se i kod vrste *T. castaneum*, potpuno suzbijanje početne populacije sa, 100% uginulih jedinki, postignuto je pri

koncentraciji od 600 ppm (grafikon 9.C). U odnosu na DZ SilicoSec®, formulacija N Form je imala jače djelovanje pri svim koncentracijama, što je bilo izraženo kroz manji ukupan broj razvijenog potomstva i veći udio uginulih jedinki pri višim koncentracijama (500 i 600 ppm), ali razlike nisu bile statistički značajne.

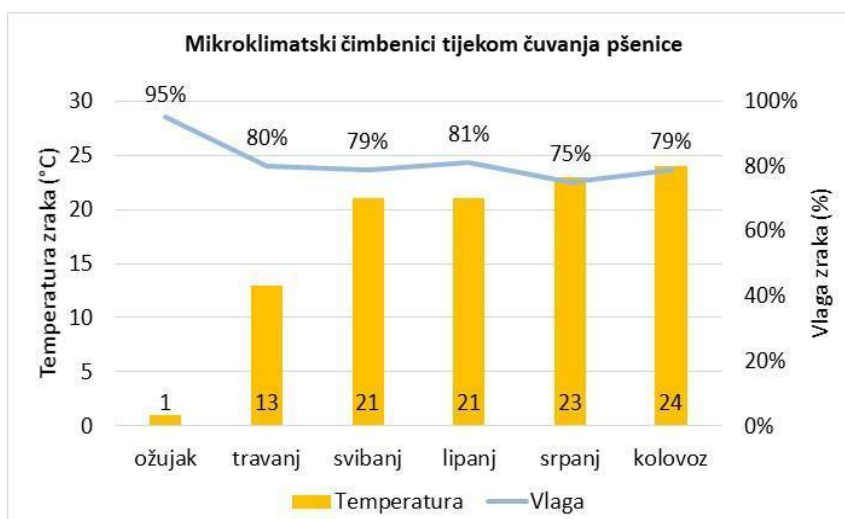


Grafikon 9. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) ukupnog broja i udjela uginulih odraslih jedinki populacije kukaca razvijene u merkantilnoj pšenici tretiranoj formulacijom N Form i DE SilicoSec® nakon šest mjeseci čuvanja pri skladišnim uvjetima: (A) populacija *R. dominica*, (B) populacija *S. oryzae*, (C) populacija *T.*

castaneum. Crvena točkasta linija predstavlja ukupan broj inicijalne populacije (50) svake vrste kukaca postavljenih na početku svakog tretmana. Za svaku pojedinu vrstu kukca unutar iste koncentracije stupci označeni s istim velikim, odnosno linijski dijagram označen istim malim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za ukupan broj odraslih jedinki (stupčasti dijagram) za *R. dominica* za pri 300 ppm: $F=8,5$; $P=0,008$, pri 400 ppm: $F=9,8$; $P=0,003$; pri 500 ppm: $F=1,2$; $P=0,342$ pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=0,0$; $P=0,969$ pri 400 ppm: $F=10,8$; $P=0,031$ pri 500 ppm: $F=1,5$; $P=0,287$ pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$; za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=6,9$; $P=0,089$, pri 400 ppm: $F=2,9$; $P=0,163$ pri 500 ppm: $F=2,6$; $P=0,184$ pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$. Df za sve parametre je 1. Za svaku koncentraciju i svaku vrstu kukca, ANOVA parametri za udio uginulih jedinki (linijski dijagram) za *R. dominica* za pri 300 ppm: $F=0,7$; $P=0,451$, pri 400 ppm: $F=1,9$; $P=0,241$, pri 500 ppm: $F=5,2$; $P=0,086$ pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$; za *S. oryzae* pri 300 ppm: $F=1,5$; $P=0,288$ pri 400 ppm: $F=56,5$; $P=0,002$ pri 500 ppm: $F=0,5$; $P=0,501$ pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$ za *T. castaneum* pri 300 ppm: $F=0,1$; $P=0,753$, pri 400 ppm: $F=0,2$; $P=0,648$, pri 500 ppm: $F=1,9$; $P=0,237$, pri 600 ppm: $F=1,0$; $P=0,374$. Df za sve parametre je 1.

3.2.3.3. Mikroklimatski čimbenici tijekom čuvanja pšenice

Skladišni uvjeti (vlaga i temperatura zraka skladišnog prostora) tijekom čuvanja pšenice sorte Anđelka i merkantilne pšenice praćeni su jednom mjesečno tijekom cjelokupnog perioda od šest mjeseci (grafikon 10.). Temperatura zraka tijekom perioda čuvanja se kretala od 1 °C (ožujak) do 24°C (kolovoz), a vlaga zraka skladišnog prostora od 75% (srpanj) do 95% (veljača i ožujak).



Grafikon 10. Temperatura (°C) i vlaga zraka (%) skladišnog prostora tijekom čuvanja pšenice sorte Anđelka i merkantilne pšenice

3.3. UTJECAJ FORMULACIJE N FORM NA KVALITETU ZRNATE ROBE

3.3.1. Utjecaj formulacije N Form na sjetvene karakteristike sjemenske robe

Utjecaj na sjetvene karakteristike sorata pšenice

Nakon provedenog testa klijavosti tretiranog sjemena pšenice sorata Anđelka, Klasan i Vulkan letalnim koncentracijama (LD₅₀ i LD₉₀) formulacije N Form uočeno je kako formulacija nije imala utjecaja na smanjenje energije klijanja niti standardne klijavosti u odnosu na netretirano sjeme i to kod sve tri sorte pšenice (tablica 34.). U tretmanu sa DZ SilicoSec[®] uočen je pad energije klijanja i pad standardne klijavosti za 1% do 2% u odnosu na netretirano sjeme, odnosno sjeme tretirano formulacijom N Form, ali bez značajnih razlika.

Tablica 34. Klijavost sjemena pšenice sorti Anđelka, Klasan i Vulkan tretiranog s formulacijom N Form i DZ SilicoSec[®]

Klijavost	Koncentracija	Klijavost (%±SD) sjemena tretiranih sorti pšenice		
		N Form	DZ SilicoSec®	
		Sorta Anđelka		df/F/P
Energija klijanja	LD ₅₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/0,50/0,622	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/0,50/0,622	
Sorta Klasan				
Energija klijanja	LD ₅₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	100±0,0	98±1,9	1/3,00/0,134
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/1,29/0,323	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/0,50/0,622	
Sorta Vulkan				
Energija klijanja	LD ₅₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/0,50/0,622	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	100±0,0	99±1,7	1/1,00/0,356
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/0,50/0,622	

Za svaku sortu pšenice (Anđelka, Klasan i Vulkan) i kategoriju klijavosti (energija klijanja i standardna klijavost) unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (LD_{50} , LD_{90} i 0) i pojedinu kategoriju klijavosti (energija klijanja i standardna klijavost) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Vrijednosti koncentracija LD_{50} i LD_{90} kojima je tretirano sjeme svih sorti su: 300 i 400 ppm formulacije N Form, te 300 i 500 ppm DZ SilicoSec®.

Utjecaj na sjetvene karakteristike sorata ječma

Kod ječma, formulacija N Form je imala utjecaj na smanjenje klijavosti ovisno o koncentraciji i sorti (tablica 35.). Kod sorte Lord uočen je značajan pad energije klijanja sjemena tretiranim koncentracijom LD_{90} u odnosu na netretirano sjeme (94%, odnosno 100%; ($F=9,0$; $P=0,007$)). Standardna klijavost je također bila niža (za 4%), no bez značajnih razlika ($F=3,0$; $P=0,100$). Kod tretmana sa DZ SilicoSec® također je uočen pad klijavosti u odnosu na kontrolu no bez značajnih razlika. Kod sorte Lukas uočen je pad energije klijanja i standardne klijavosti za 2%, odnosno 1% kod sjemena tretiranim koncentracijom LD_{90} u odnosu na netretirano sjeme, ali bez značajnih razlika. Pri istoj koncentraciji, uočen je pad energije klijanja (za 1%) i kod tretmana sa DZ SilicoSec®, također bez značajnih razlika u odnosu na netretirano sjeme. Kod sorte Bingo sjeme tretirano formulacijom N Form pri LD_{50} , odnosno LD_{90} , je imalo slabiju energiju klijanja i standardnu klijavost (5%, odnosno 8% i 3%, odnosno 7%) u odnosu na netretirano sjeme, ali ova razlika nije bila statistički značajna. Također, isti trend pada klijavosti uočen je i u tretmanu sa DZ SilicoSec®, iako je pad klijavosti bio nešto manji (3%, odnosno 4% i 1%, odnosno 2%). Između tretmana (N Form i DZ SilicoSec®) nije uočena značajna razlika u klijavosti sjemena ječma niti kod jedne od ispitivanih sorti.

Tablica 35. Klijavost sjemena ječma sorti Lord, Lukas i Bingo tretiranog s formulacijom N Form i DZ SilicoSec®

Klijavost	Koncentracija	Klijavost (%±SD) sjemena tretiranih sorti ječma		
		N Form	DZ SilicoSec®	
		Sorta Lord	df/F/P	
Energija klijanja	LD ₅₀	100±0,0 a	98±4,0	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	94±4,0 b	98±2,3	1/3,00/0,134
	0	100±0,0 a	100±0,0	-
	df/F/P	2/9,0/0,007	2/0,75/0,499	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	100±0,0	1/-/-
	LD ₉₀	96±4,6	99±2,0	1/1,42/0,278
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/3,0/0,100	2/1,0/0,405	
		Sorta Lukas		
Energija klijanja	LD ₅₀	99±2,0	98±2,3	1/0,43/0,537
	LD ₉₀	95±6,0	96±3,3	1/0,09/0,780
	0	97±3,8	97±3,8	-
	df/F/P	2/0,88/0,448	2/0,39/0,687	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	100±0,0	1/-/-
	LD ₉₀	98±4,0	99±2,0	1/0,20/0,670
	0	99±2,0	99±2,0	-
	df/F/P	2/0,60/0,569	2/0,50/0,622	
		Sorta Bingo		
Energija klijanja	LD ₅₀	95±5,0	97±3,8	1/0,40/0,550
	LD ₉₀	92±5,7	96±4,6	1/1,20/0,315
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/3,42/0,079	2/1,44/0,286	
Standardna klijavost	LD ₅₀	97±6,0	99±2,0	1/0,40/0,550
	LD ₉₀	93±5,0	98±2,3	1/3,26/0,121
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/2,41/0,145	2/1,29/0,323	

Za svaku sortu ječma (Lord, Lukas i Bingo) i kategoriju klijavosti (energija klijanja i standardna klijavost) unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (LD₅₀, LD₉₀ i 0) i pojedinu kategoriju klijavosti (energija klijanja i standardna klijavost) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Vrijednosti koncentracija LD₅₀ i LD₉₀ kojima je tretirano sjeme su: za sortu Lord: 200 i 300 ppm formulacije N Form, te 300 i 500 ppm DZ SilicoSec®; za sortu Lukas: 200 i 400 ppm formulacije N Form, te 300 i 400 ppm DZ SilicoSec® i za sortu Bingo: 200 i 300 ppm formulacije N Form, te 200 i 400 ppm DZ SilicoSec®.

Utjecaj na sjetvene karakteristike hibrida kukuruza

Kod kukuruza (tablica 36.) nisu zabilježene statistički značajne razlike u klijavosti sjemena tretiranim formulacijom N Form u odnosu na netretirano sjeme, iako je kod LD₉₀ uočen pad energije klijanja za 3% kod hibrida OSSK 596, te pad energije klijanja i standardne klijavosti za 3% kod hibrida OSSK 617 i za 4%, odnosno 1% kod hibrida Drava 404. Pad klijavosti tretiranog sjemena kukuruza bio je jače izražen kod sjemena tretiranim DZ SilicoSec[®], i to pri obje koncentracije (LD₅₀ i LD₉₀) s rasponom od 2% do 8%, ovisno o hibridu. U usporedbi s netretiranim sjemenom, sjeme tretirano DZ SilicoSec[®] pri LD₉₀, imalo je značajno slabiju energiju klijanja ($F=25,0$; $P=0,0002$). Između tretmana (N Form i DZ SilicoSec[®]) nije uočena značajna razlika u klijavosti sjemena kukuruza niti kod jedne od ispitivanih hibrida.

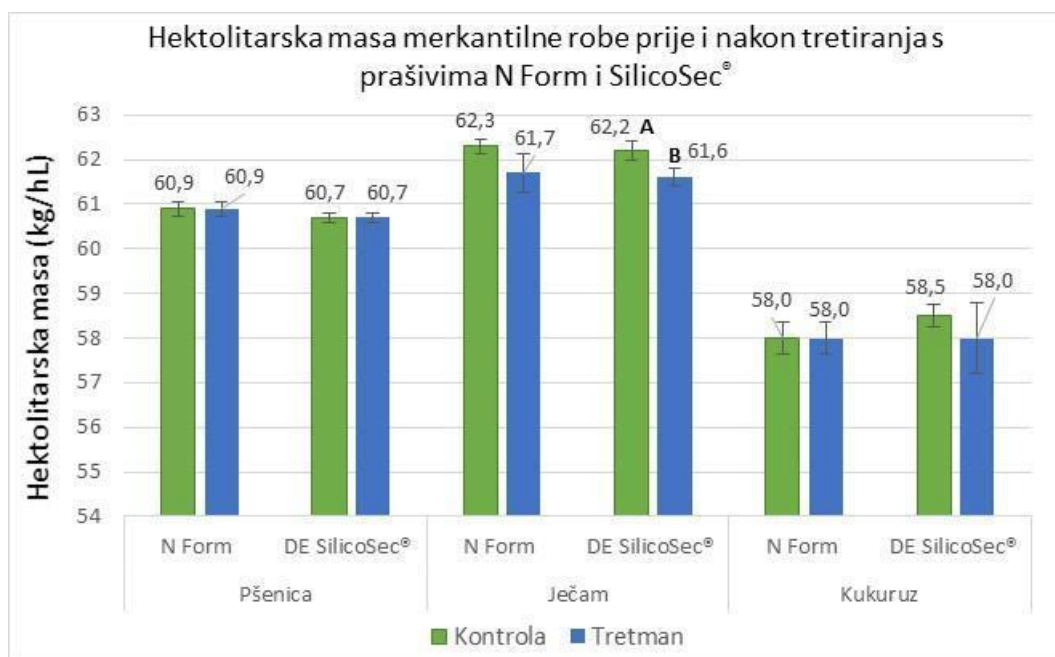
Tablica 36. Klijavost sjemena kukuruza hibrida OSSK 596, OSSK 617 i Drava 404 tretiranog s formulacijom N Form i DZ SilicoSec[®]

Klijavost	Koncentracija	Klijavost (%±SD) sjemena tretiranih hibrida kukuruza		
		N Form	DZ SilicoSec®	
		Hibrid OSSK 596		df/F/P
Energija klijanja	LD ₅₀	100±0,0	98±3,3	1/1,00/0,356
	LD ₉₀	97±3,9	95±6,4	1/,20/0,670
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/3,0/0,100	2/1,50/0,274	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	100±0,0	1/-/-
	LD ₉₀	100±0,0	97±3,8	1/3,00/0,134
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/-/-	2/3,0/0,100	
		Hibrid OSSK 617		
Energija klijanja	LD ₅₀	100±0,0	100±0,0 a	1/-/-
	LD ₉₀	97±6,7	92±3,3 b	1/1,80/0,228
	0	100±0,0	100±0,0 a	-
	df/F/P	2/1,00/0,405	2/25,0/0,0002	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	100±0,0	1/-/-
	LD ₉₀	97±6,7	100±0,0	1/1,00/0,356
	0	100±0,0	100±0,0	-
	df/F/P	2/1,00/0,405	2/-/-	
		Hibrid Drava 404		
Energija klijanja	LD ₅₀	97±3,8	90±15,9	1/0,67/0,445
	LD ₉₀	93±5,4	97±3,8	1/1,00/0,356
	0	97±6,7	97±3,8	-
	df/F/P	2/0,50/0,622	2/0,57/0,584	
Standardna klijavost	LD ₅₀	100±0,0	92±16,7	1/1,0/0,356
	LD ₉₀	97±3,8	100±0,0	1/3,00/0,134
	0	98±3,3	98±3,3	-
	df/F/P	2/1,29/0,323	2/0,81/0,476	

Za svaki hibrid kukuruza (OSSK 596, OSSK 617 i Drava 404) i kategoriju klijavosti (energija klijanja i standardna klijavost) unutar istog stupca, vrijednosti s istim malim slovom nisu statistički značajne prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za svaku razinu koncentracije (LD_{50} , LD_{90} i 0) i pojedinu kategoriju klijavosti (energija klijanja i standardna klijavost) unutar pojedinog reda, vrijednosti s istim velikim tiskanim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. Vrijednosti koncentracija LD_{50} i LD_{90} kojima je tretirano sjeme su: za hibrid OSSK 596: 200 i 400 ppm formulacije N Form, te 300 i 400 ppm DZ SilicoSec®; za hibrid OSSK 617: 200 i 400 ppm formulacije N Form, te 300 i 500 ppm DZ SilicoSec® i za hibrid Drava 404: 200 i 300 ppm formulacije N Form, te 300 i 500 ppm DZ SilicoSec®.

3.3.2. Utjecaj formulacije N Form na hektolitarsku masu pšenice, ječma i kukuruza

Nakon provedenog testa utjecaja formulacije N Form na promjenu hektolitarske mase tretirane merkantilne robe, uočeno je kako formulacija nema negativan utjecaj na promjenu kvalitete robe (grafikon 11.). Naime, kod tretirane pšenice i kukuruza s koncentracijama od 600, odnosno 700 ppm, hektolitarska masa se nije mijenjala u odnosu na hektolitarsku masu netretirane pšenice i kukuruza (60,9 kg/hL i 58,0 kg/hL). Kod ječma je uočen blagi pad hektolitarske mase u odnosu na kontrolu (61,7 kg/hL, odnosno 62,3 kg/hL), ali bez statističke značajnosti ($F=7,75$; $P=0,095$; $df=1$). Za razliku od formulacije, DZ SilicoSec® imala je jači utjecaj na sniženje hektolitarske mase u odnosu na kontrolu, što je uočeno kod kukuruza (58,0 kg/hL, odnosno 58,5 kg/hL), te značajno kod ječma (61,6 kg/hL, odnosno 62,2 kg/hL) ($F=2,9$; $P=0,023$; $df=1$).



Grafikon 11. Srednje vrijednosti ($\pm$ SD) hektolitarske mase zrna pšenice, ječma i kukuruza prije i nakon tretiranja s prašivima N Form i SilicoSec®. Pšenica i ječam su tretirani s koncentracijom od 600 ppm, a kukuruz sa 700 ppm prašiva N Form i SilicoSec®. Između kontrole i pojedinog tretmana unutar iste vrste žitarica stupci označeni s istim velikim slovom se ne razlikuju statistički prema Tukey's HSD testu, $P < 0,05$. Za vrijednosti kod kojih nisu istaknuta slova, nisu zabilježene statističke razlike. ANOVA parametri za N Form za pšenicu: $F=0,0$; $P=1,0$; za ječam $F=7,75$; $P=0,095$, za kukuruz $F=1,0$; $P=1,0$. Df za sve parametre je 1. ANOVA parametri za SilicoSec® za pšenicu: $F=0,0$; $P=1,0$; za ječam $F=2,9$; $P=0,023$, za kukuruz $F=1,23$; $P=0,33$. Df za sve parametre je 1.

4. RASPRAVA

4.1. Djelotvornost formulacije N Form u zaštiti pšenice, ječma i kukuruza na tri vrste skladišnih kukaca u laboratorijskim uvjetima

Rezultati provedenog istraživanja u laboratorijskim uvjetima ukazuju kako je razvijena formulacija N Form, na bazi DZ SilicoSec[®] s dodatkom biljnih tvari (eterično ulje lavandina, ulje kukuruza i prah lišća lovora) i silika gela, postigla visoku razinu zaštite kukuruza, pšenice i ječma, od ispitivanih vrsta skladišnih kukaca. Formulacija je imala značajno insekticidno djelovanje za sve tri vrste kukaca, postigavši 100 %-tni mortalitet gotovo u svim tretmanima na ječmu, kukuruzu (osim kod sorte Drava 404) i na pšenici (osim kod sorte Vulkan), nakon 7 ili 14 dana ekspozicije, ovisno o tretmanu. Promatrajući djelotvornost formulacije N Form pojedinačno na svakoj vrsti žitarica (ne uzimajući u obzir djelotvornost po sortama), uočava se prilično ujednačena smrtnost sve tri vrste kukaca. Na kukuruzu, letalna koncentracija LD₉₀ za *R. dominica* se kretala u rasponu od 300,0 do 370,6 ppm (ovisno o sorti); za *S. oryzae* od 346,4 do 446,3 ppm i za *T. castaneum* od 352,6 do 373,4 ppm. Na pšenici, LD₉₀ za *R. dominica* je iznosila od 380,8 do 475,2 ppm; za *S. oryzae* od 300,7 do 473,4 ppm i za *T. castaneum* od 371,4 do 548,9 ppm. Na ječmu, LD₉₀ za *R. dominica* je iznosila od 317,0 do 386,4 ppm; za *S. oryzae* od 307,2 do 367,2 ppm i za *T. castaneum* od 300,0 do 333,3 ppm. Ovi podaci ukazuju na prilično ujednačenu osjetljivost testiranih vrsta kukaca na formulaciju N Form. Ovakva ujednačena reakcija nije uobičajena, naime dokazano je kako različite vrste skladišnih kukaca pokazuju različitu osjetljivost nakon što su izloženi određenom insekticidnom tretmanu. Naročito se to odnosi u tretmanima s prašivima kao što je DZ (Rigaux i sur., 2001, Korunić i sur., 2016). Razlog tome je kombinacija fiziološkog, morfološkog, genetičkog odgovora i ponašanja vrsta skladišnih kukaca, kao što su različita građa i debljina kutikule, mobilnost kroz tretiranu zrnatu robu ili sposobnost oporavka nakon gubitke tjelesne vode. Općenito je za očekivati kako su vrste s ravnim tijelom i mekom kutikulom osjetljivije na DZ jer se njihova kutikula može lakše oštetiti i tako potaknuti jači proces isušivanja tijela (Subramanyam i Roesli, 2000; Athanassiou i Arthur, 2018; Zeni i sur., 2021). Uočeno je kako su tretirane odrasle jedinke hrđastog brašnara *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens), *R. dominica* i *T. castaneum* različito adsorbirale čestice DZ što se odrazilo u razlici u mortalitetu (Losic i Korunic, 2018). Autori ukazuju kako vrste kukaca koje imaju kutikulu

presvučenu dlačicama ili s izbrazdanom, točkastom kutikulom, zadržavaju veću količinu čestica prašiva u usporedbu s vrstom *T. castaneum* koja ima vrlo glatku površinu, što se odražava na nižu smrtnost ove vrste. Obzirom da formulacija N Form u svom sastavu ima, osim DZ i druge insekticidne tvari, koje su pridonijele insekticidnoj djelotvornosti formulacije, razlika u osjetljivosti između vrsta testiranih kukaca je bila mala. Kod pšenice i ječma, razlika u letalnim koncentracijama LD₉₀ između vrsta kukaca je iznosila < 50 ppm, a kod kukuruza < 15 ppm. U realnim skladišnim uvjetima, ukoliko postoji zaraza skladišnim kukcima, nije uobičajena prisutnost samo jedne vrste, već naprotiv obično primarne vrste koje prve napadaju zdravu, nezaraženu zrnatu robu, prati i prisutnost pripadnika sekundarnih vrsta. Stoga je za uspješnu borbu protiv skladišnih štetnika vrlo važno imati sredstvo koje je podjednako učinkovito za više vrsta skladišnih štetnika.

Ujednačenije djelovanje formulacije N Form među testiranim vrstama kukaca, može protumačiti kao pozitivno svojstvo, no ono ne pokazuje i objektivnu prednost u odnosu na DZ SilicoSec® primijenjenu samu. Realnu prednost dokazuju jačina i brzina insekticidnog djelovanja formulacije N Form u odnosu na tretman s DZ. Gotovo u svim tretmanima (sortama, odnosno hibridima), formulacija N Form je imala jače insekticidno djelovanje na sve tri vrste kukaca. U tretmanima na kukuruzu, statističko značajno viši mortalitet zabilježen je nakon 7 dana ekspozicije na hibridu OSSK 596 (za sve tri vrste kukaca) i na hibridu OSSK 617 (za *T. castaneum* i *R. dominica*), dok je na hibridu Drava 404, mortalitet također bio viši nakon 7 dana za sve tri vrste, ali bez statističke značajne razlike. Na ječmu je jače djelovanje formulacije N Form također bilo značajno izraženo u odnosu na DZ SilicoSec®, na sortama Lord i Bingo (za sve tri vrste, nakon 7 dana), te na sorti Lukas (za *R. dominica* i *S. oryzae*). Na pšenici, na sorti Anđelka formulacija N Form je imala jače djelovanje na sve tri vrste, ali statističko značajno za vrste *T. castaneum* i *R. dominica*, nakon 7, odnosno 14 dana). Na sorti Klasan, također viši mortalitet je zabilježen na sve tri vrste nakon 7 dana, a statistički značajna razlika je zabilježena za vrste *T. castaneum* i *S. oryzae*, dok je na sorti Vulkan statistički značajno viši mortalitet zabilježen za vrste *T. castaneum* i *R. dominica*, nakon 7 dana ekspozicije. Jačem djelovanju formulacije u odnosu na djelovanje same DZ SilicoSec®, zasigurno je pridonijela aktivnost ostalih sastojaka formulacije (biljnih tvari i silika gela), uzimajući u obzir kako je udio DZ u sastavu formulacije samo 48%. Poboljšano djelovanje DZ Celatom® Mn 51 postigli su i autori Liška i sur. (2018) dodatkom biljnih tvari, silika gela i piretrina. Poboljšanim

formulacijama, F1H i F2H, postignut je jači insekticidni učinak vrste *R. dominica* na kukuruзу i pšenici. Korunić i Fields (2020) su također utvrdili kako su tri formulacije na bazi DZ (u kombinaciji s DZ, silika gela, piretrina, eteričnog ulja kopra, disodium oktaborat-tetrahidrata – DOT i kvasca) bile učinkovite u suzbijanju kukaca pri nižim koncentracijama nego DZ aplicirana sama. Rezultati drugih istraživanja također dokazuju kako sinergijski učinak i dodatak drugih tvari mogu značajno poboljšati učinkovitost mješavine, te na taj način koncentraciju DZ je moguće značajno sniziti za otprilike 4 do 10 puta u odnosu na koncentraciju DZ u slučaju kada se aplicira sama, a istovremeno zadržati podjednaku razinu djelotvornosti (Korunić i sur., 2016).

Pretpostavka je kako je dodatak eteričnog ulja lavandina u sastavu formulacije N Form, pridonio njenom jačem insekticidnom djelovanju u odnosu na DZ SilicoSec®. Naime, najučinkovitije komponente eteričnih ulja postižu izraženu insekticidnu aktivnost zahvaljujući niskim dozama i kratkom vremenu izloženosti (Karabörklü i Ayvaz, 2023). Najčešće glavne komponente eteričnog ulja lavandina (kao što su 1,8-cineol, borneol, kamfor i druge komponente) (Bajdar i Kineci, 2009; Pokajewicz i sur., 2022) pripadaju monoterpenima, čiju su insekticidnu aktivnost dokazali brojni znanstvena istraživanja (Lee i sur., 2003; Reis i sur., 2016; Azam i sur., 2025), te se kao takvi uvrštavaju u ekološki sigurna zaštitna sredstva za žitarice i predstavljaju praktičan alat u integriranim programima suzbijanja štetnika (Abdelgaleil i sur., 2021). Za razliku od DZ, koja na kukce djeluje fizikalno i digestivno putem probavnog trakta, te sporo djeluje na smrtnost kukaca, eterična ulja, odnosno njihove aktivne komponente, istovremeno mogu djelovati i fumigantno i kontaktno, izazivajući vrlo brzu insekticidnu toksičnost. Iako je u nekim tretmanima, statistički značajno jače djelovanje formulacije N Form zabilježeno i nakon 14 dana ekspozicije, podatak o značajnije jačem djelovanju nakon 7 dana je daleko relevantnije, obzirom da ukazuje na brže djelovanje formulacije N Form. To je značajno ne samo za bržu smrtnost izloženih odraslih jedinki nego se ona odražava i na slabiji razvoj potomstva F1 generacije. Utjecaj na razvoj potomstva skladišnih kukaca vrlo je važan podatak koji ukazuje na potencijal tretmana inertnog prašiva, odnosno mješavine, za dužim čuvanjem žitarica u skladištima (Perišić i sur., 2018).

Prema rezultatima razvoja potomstva ispitivanih vrsta kukaca, uočeno je kako je formulacija N Form utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane i to pri najnižim koncentracijama. U tretmanima na

kukuruzu, inhibicija potomstva se, ovisno o vrsti, kretala u rasponu od 91 do 100% (na hibridu OSSK 596), 94 do 100% (na hibridu OSSK 617) i od 42 do 81% (na hibridu Drava 404). U tretmanima na pšenici, inhibicija potomstva se kretala u rasponu od 71 do 100% (na sorti Anđelka), od 76 do 100% (na sorti Klasan) i od 54 do 98% (na sorti Vulkan). Gotovo u svim tretmanima (sortama, odnosno hibridima) formulacija N Form je imala jači utjecaj na smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na DZ SilicoSec®. Za pretpostaviti je kako je ova razlika u djelovanju uglavnom rezultat jače smrtnosti roditeljskih parova 7. dana ekspozicije, a kod onih preživjelih, na slabiju kopulaciju ili smanjeno polaganje jajašaca. Slične zaključke donose i autori Lampiri i sur. (2022), testirajući insekticidni učinak mješavine formulacije na bazi inertnog prašiva atapulgita i eteričnog ulja origana s dodatkom karvakrola, koji naglašavaju kako uslijed visoke smrtnosti roditeljskih parova *S. oryzae* u kratkom vremenskom periodu, nije bilo dovoljno vremena za penetraciju i polaganje jajašaca unutar zrna. Također, još jedan razlog smanjenju populacije testiranih vrsta kukaca, mogao je biti i produženo djelovanje formulacije N Form djelujući tako smrtno i za niže razvojne stadije (jajašca i ličinke), kod onih vrsta kukaca koje polažu jajašca na površini robe, te im se potomstvo razvija izvan zrna, kao što je *T. castaneum*, te u manjoj mjeri *R. dominica*. Nadalje, kako je dokazano da biljna ulja imaju i ovicidno i larvicidno djelovanje (Credland, 1992), to može objasniti one potpunu inhibicije potomstva u onim slučajevima u kojima smrtnost roditelja nije bila 100%-tna. Smanjenje razvoja potomstva kukaca predstavlja kritičan parametar u zaštiti uskladištenih proizvoda, budući da značajno može utjecati na smanjenje oštećenja zrna u odsutnosti odraslih populacija (Gad i sur., 2022).

Bolja učinkovitost formulacije N Form u odnosu na samu DZ SilicoSec® postignuta je zahvaljujući mješavinom sastojaka s dokazanim insekticidnim djelovanjem i drugačijim načinom djelovanja što je u konačnici pridonijelo njenom ukupnom jačem djelovanju. Uz opće poznatu aktivnost eteričnog ulja i DZ, upotreba biljnih ulja, kao što su kokosovo, palmino, suncokretovo, sezamovo ili kukuruzno, aplicirana na žitarice pokazala se kao dobra zaštita za uskladištene žitarice (Obeng-Ofori, 2010). Nadalje, silika gelovi, također doprinose insekticidnom djelovanju različitih formulacija. Silika gelovi se proizvode sušenjem vodenih otopina natrijevog silikata i vrlo su lagana hidrofobna prašiva, koja se odlikuju visokim udjelom silicijevog dioksida (do 99,5%), te imaju iznimno male čestice, manje od 3 µm (Quarles, 1992). Upravo ova svojstva im osiguravaju izvrsnu sposobnost upijanja, pokrivanje znatno veće površine od DZ i vrlo brzo inicijalno djelovanje na kukce,

što ih čini učinkovitijim od DZ (Subramanyam i Roesli, 2000). Slične rezultate poboljšanog djelovanja DZ dodatkom silika gela Sipernat 50S u zaštiti pšenice od *R. dominica* i *T. confusum*, prikazali su i autori Delgram i sur. (2020), naglašavajući kako je dodatak Sipernata osigurao povećanje udjela SiO₂ i smanjio veličinu čestica mješavine što je utjecalo na poboljšano djelovanje u odnosu na DZ. Neke komercijalne formulacije DZ koje su dostupne na tržištu, kao što su Fossil Shield[®], Protect-It[™], Protector[®], DESgBait, Probe-A[®], sadrže određeni udio silika gela, kako bi se poboljšala njihova insekticidna djelotvornost (Ziaee i sur., 2021; Agrafioti i sur., 2023).

4.2. Djelotvornost formulacije N Form ovisno o vrsti i sorti, odnosno hibridu tretiranih žitarica

Vrsta zrnate robe koja se tretira DZ ili mješavinom na bazi DZ, važan je kritičan čimbenik koji treba uzeti u obzir. U praksi zaštite uskladištenih žitarica, djelotvornost tretmana s DZ nije ujednačena na svim vrstama žitarica, što sugerira da postoje specifične karakteristike zrna koje mogu djelomično inaktivirati čestice DZ.

U provedenom istraživanju laboratorijskih pokusa, očekivano su uočene razlike u djelotvornosti formulacije N Form između vrsta žitarica. Uzimajući u obzir prosječne LD₉₀ vrijednosti po sortama, odnosno hibridima, uočeno je kako djelotvornost za pojedinu vrstu kukca nije bila ujednačena na svim vrstama žitarica. Tako je za *R. dominica*, prosječna LD₉₀ vrijednost na kukuruzu, pšenici i ječmu iznosila 380,0 ppm, 419,1 ppm, odnosno 363,2 ppm; za *S. oryzae* 381,7 ppm, 386,5, odnosno 337,1 ppm; te za *T. castaneum* 367,2 ppm, 432,0 ppm, odnosno 316,0 ppm. Međutim, u praksi kontrole štetnika, ove razlike nisu toliko značajne. Najveća prosječna razlika u LD₉₀ vrijednostima između tretiranih vrsta žitarica za *R. dominica* iznosila je 55,8 ppm, za *S. oryzae* 38,2 ppm, te za *T. castaneum* 116,0 ppm. Za sve tri vrste kukaca, insekticidna djelotvornost N Form je bila najjača na ječmu, zatim na kukuruzu, te najslabija na pšenici.

Prema podacima drugih znanstvenih istraživanja sa čistom DZ, ovakav rang učinkovitosti nije uobičajen. Generalno, DZ i formulacije na bazi DZ nisu jednako učinkovite na svim vrstama žitarica, te je u nizu istraživanja (Athanassiou i sur., 2004; Kavallieratos i sur., 2005; Korunić, 2016) dokazano kako su tretmani s DZ manje učinkoviti na kukuruzu nego na strnim žitaricama, kao što su pšenica, riža i ječam. Prema

vrijednostima ostvarene letalne doze LD₅₀, od najviše do najniže, Korunić navodi slijedeći redoslijed vrsta žitarica: riža > kukuruz > zob > ječam > pšenica (Korunić, 2013). Ova razlika se može pripisati različitom udjelu ulja u zrnu pojedine vrste žitarica (Athanassiou i Kavallieratos, 2005). Naime, zbog veće količine ulja kukuruza u odnosu na ostale žitarice, izraženija je apsorpcija ulja od strane čestica DZ, što može utjecati na njenu slabiju insekticidnu učinkovitost (Wakil i sur., 2013). Za razliku od prethodnog, autori Vayias i sur. (2006) su utvrdili bolju aktivnost DZ na kukuruzu nego na pšenici, slično djelovanju formulacije N Form. Prema Athanassiou i sur. (2003), razlog tomu moglo bi se pripisati i fizikalnim karakteristikama zrna kukuruza; naime zbog veličine i oblika zrna, više je međuzrnatog prostora u kojem se kukci skrivaju i izbjegavaju tretirano zrno. Djelotvornost N Form na kukuruzu nije bilo slabije, protivno očekivanju, vjerojatno zbog dodatka drugih tvari (silika gela, biljnih ulja i prašiva) koji su pridonijeli insekticidnom djelovanju formulacije.

Značajne razlike u djelotvornosti različitih inertnih prašiva i njihovih mješavina mogu biti izražene i na različitim klasama, odnosno varijetetima žitarica. Tako su uočene razlike u osjetljivosti DZ na *R. dominica* među tretmanima s različitim sortama pšenice (Aldryhim, 1993), kao i razlike u insekticidnosti na *T. confusum*, između tretmana na tvrdoj i mekoj pšenici (Vayias i Athanassiou, 2004).

U provedenom istraživanju, razlike u djelotvornosti formulacije N Form na testirane vrste skladišnih kukaca, uočene su na sve tri vrste žitarica. Na kukuruzu, na hibridu Drava 404 zabilježen je značajno niži mortalitet kod sve tri vrste kukaca u odnosu na ostala dva hibrida. Na pšenici, na sorti Vulkan uočen je značajno niži mortalitet vrste *R. dominica* i nešto niži kod vrste *S. oryzae*. Na ječmu, na sorti Lukas zabilježen je značajno niži mortalitet *S. oryzae*, i nešto niži vrste *R. dominica*. Imajući na umu kako na djelotvornost DZ i njenih mješavina, značajno utječu mikroklimatski čimbenici (vlaga i temperatura zrna i zraka), ovaj čimbenik kao mogući razlog različite djelotvornosti formulacije, može se isključiti obzirom da su svi tretmani provedeni u istim klimatskim (kontroliranim) uvjetima. Ono što povezuje ove dvije sorte pšenice i ječma, odnosno hibrida kukuruza, kod kojih je uočena značajno slabija djelotvornost, je nešto niži udio proteina u odnosu na ostale sorte, odnosno hibride. Fizikalno-kemijske karakteristike zrna bi mogle biti značajan čimbenik za insekticidnu djelotvornost inertnih prašiva (Korunić, 2016; Saeed i sur., 2018). Ove karakteristike zrna određuju jačinu prijanjanja čestica DZ za površinu zrna, a

prianjanje je jedno od važnijih faktora koji direktno utječu na insekticidnu djelotvornost DZ (Korunić, 1997). Dobro prianjanje čestica DZ je stoga poželjno svojstvo koje omogućuje da primijenjena doza osigura očekivanu insekticidnu djelotvornost (Plumier i sur., 2019). Izgled i površina zrna utječu na količinu čestica koja će se zadržati. Što je površina zrna neravnija, s izraženijim brazdama, to će se više čestica prašiva zadržati za razliku od zrna ujednačene, ravne, glatke površine (Saeed i sur., 2018). Pored činjenice što su u pojedinim tretmanima s formulacijom N Form uočene razlike između sorata, odnosno hibrida, u tretmanima sa čistom DZ SilicoSec[®], razlika u djelotvornosti je bila značajnije izražena, naročito između sorata pšenice i ječma. Za pretpostaviti je kako je dodatak drugih insekticidnih tvari u formulaciji N Form doprinio da te razlike u djelotvornosti budu manje izražene.

Još jedan čimbenik koji bi mogao doprinijeti različitoj djelotvornosti insekticidnih tretmana u različitim sortama žitarica je činjenica da skladišni štetnici imaju različite preferencije za hranom (Mehta i sur., 2021). Tako određene sorte koje su privlačne određenoj vrsti kukca, mogu utjecati na stopu preživljavanja, težinu jedinki, reproduktivni potencijal i dugovječnost jedinki, povećavajući otpornost populacije na nepogodne uvjete sredine, kao što su primjerice insekticidni tretmani (Afful i sur., 2018; Ebadollahi i sur., 2019; Zhang i sur., 2022). Dosadašnja istraživanja ukazuju kako su za preferenciju kukaca prema određenim sortama u velikoj mjeri odgovorne fizikalno-kemijske i biokemijske karakteristike zrna (Germinara i sur., 2008; Nawrot i sur., 2010; Kordan, i sur., 2023). To je još jedan čimbenik koji ne treba zanemariti kod procjene djelotvornosti nekog insekticidnog sredstva.

U praksi suzbijanja skladišnih kukaca, vrlo je važno da insekticidno sredstvo koje se primjenjuje bude podjednako učinkovito za više vrsta štetnika, ali istovremeno bez većih varijacija u učinkovitosti među različitim vrstama robe koja se tretira. Znanstveni radovi koji uključuju testiranje djelotvornosti DZ i njenih mješavina među različitim sortama, odnosno hibridima žitarica su rijetki. Stoga ovo istraživanje daje nove informacije o razumijevanju djelotvornosti prirodnih prašiva u zaštiti uskladištenih žitarica od skladišnih kukaca.

4.3. Djelotvornost formulacije N Form u zaštiti pšenice, ječma i kukuruza na tri vrste skladišnih kukaca u skladišnim uvjetima

Većina znanstvenih radova koja iznose rezultate insekticidnog djelovanja DZ ili mješavina na bazi DZ, uključuju testove koja se provode u laboratorijskim, kontroliranim uvjetima, s kratkom ekspozicijom (kraćom od 30 dana) i obično u bočicama sa tek nekoliko grama zrna (Athanassiou i sur., 2003, 2005, 2011; Chintzoglou i sur., 2008; Kavallieratos i sur., 2012, 2017, 2019; Rigopoulou i sur., 2023). Kao početni pokazatelj djelotvornosti, testovi u laboratorijskim uvjetima mogu dati vrlo precizne podatke koji se mogu koristiti kao polazna točka za daljnje testove. No, za što objektivnije podatke o djelovanju nekog sredstva kod primjene u praksi, nužno je ispitati njihovu djelotvornost u realnim, skladišnim uvjetima. Međutim, dosad je objavljeno tek nekoliko istraživanja o učinkovitosti dijatomejske zemlje (DE) u stvarnim skladišnim uvjetima (Stathers i sur., 2002; Rigopoulou i sur., 2023), dok su istraživanja koja se bave djelotvornošću mješavina DZ u takvim uvjetima još rjeđa.

Nakon provedenih testova u skladišnim uvjetima, formulacija N Form je bila učinkovita za sve tri vrste testiranih skladišnih kukaca. Iako su skladišni mikroklimatski čimbenici varirali tijekom 6 mjeseci (temperatura i RVZ skladišnog prostora su se kretali od 1°C do 24°C, odnosno od 59% do 95%), početna populacija sve tri vrste kukaca je potpuno suzbijena u svim ispitivanim tretmanima na kukuruzu (hibridi OSSK 596 i OSSK 617 i merkantilni kukuruz), pšenici (sorta Anđelka i merkantilna pšenica) i ječmu (sorta Bingo i merkantilni ječam). Autori Rigopoulou i sur. (2023) su također uočili kako promjenjivi skladišni uvjeti nisu utjecali na promjenu učinkovitosti DZ na vrstama *T. confusum*, *S. zeamais* i *T. castaneum* tijekom 4 mjeseca čuvanja tretirane pšenice. Zadovoljavajuće produženo djelovanje DZ SilicoSec® na pšenici tijekom perioda od jedne godine, zabilježili su i autori Mortazavi i sur. (2020) za vrste *Sitophilus granarius* L., *R. dominica* i *T. confusum*. Međutim, za takvu zaštitu pšenice, prema njihovim rezultatima, preporučena je trostruko veća koncentracija (1500 ppm), nego u provedenom istraživanju s formulacijom N Form. Bolju insekticidnu učinkovitost formulacija na bazi DZ s dodatkom praha lovorovog lista, eteričnog ulja lavandina kukuruznog ulja, silika gela i piretrina (F1H i F2H) u odnosu na komercijalnu DZ Celatom® MN 51 na vrsti *R. dominica*, potvrdili su autori Liska i sur. (2018), nakon 6 mjeseci skladištenja pšenice i kukuruza. Autori pojašnjavanju kako je mješavina biljnih prašiva i ulja utjecala na postizanje bržeg

„knock-down“ efekta odraslih jedinki početne populacije *R. dominica* što je spriječilo kopulaciju i polaganje jajašaca.

Nakon 6 mjeseci skladištenja, rezultati našeg istraživanja ukazuju na blagu varijaciju u osjetljivosti vrsta kukaca, obzirom da su početne populacije *R. dominica* i *T. castaneum* u tretmanima na kukuruзу i ječmu potpuno suzbijene pri manjim koncentracijama (400 i 500 ppm), dok je razvoj populacije *S. oryzae* potpuno zaustavljen pri većim koncentracijama (600 i 700 ppm), ovisno o sorti, odnosno hibridu. Dok je u tretmanima na pšenici, početna populacija *R. dominica* potpuno suzbijena pri najvećoj koncentraciji (600 ppm), a preostale dvije populacije pri 500 ppm. Razlike u osjetljivosti vrsta na tretmane s različitim formulacijama DZ na pšenici i kukuruзу, uočili su i autori Baliota i sur. (2024), međutim, za razliku od naših rezultata, autori navode kako je *R. dominica* bila manje osjetljiva od *S. oryzae*. Suprotno tome, u pojedinim radovima naglašava se kako je *R. dominica* visoko osjetljiva na tretmane s DZ (Baliota i Athanassiou, 2020, Rigopoulou i sur., 2023). Na uočene razlike u učinkovitosti DZ mogu utjecati brojni čimbenici, kao što su različita insekticidna svojstva pojedinih formulacija DZ, ali i fiziološke, morfološke te biološke značajke ciljanih kukaca, koje u značajnoj mjeri određuju njihovu osjetljivost na tretmane (Korunić, 1997; Baliota i Athanassiou, 2020; Zeni i sur., 2021).

Kao i u tretmanima provedenih u laboratorijskim uvjetima, formulacija N Form je i u skladišnim uvjetima imala, u većini tretmana, bolje djelovanje u odnosu na tretmane sa čistom DZ SilicoSec®. Zamijećeno je kako je formulacija N Form bila učinkovitija pri manjim koncentracijama. Ovakav rezultat je vjerojatno postignut dodatkom biljnih dijelova (prašiva u ulja) i silika gela koji su pojačali insekticidnost same DZ SilicoSec®, obzirom da je već od prije dokazano kako su različite te DZ općenito slabije učinkovite pri manjim koncentracijama (Shah i Khan, 2014). Pierattini i sur. (2019) istraživali su sinergijsko djelovanje eteričnih ulja *Pistacia lentiscus* L. (Sapindales: Anacardiaceae), *Ocimum basilicum* L. (Lamiales: Lamiaceae) i *Foeniculum vulgare* Mill. (Apiaceae) u mješavini s DZ SilicoSec® protiv *S. granarius*. Sva ispitana eterična ulja pokazala su sinergističko djelovanje s DE, pri čemu je učinkovitost tretmana bila povećana u odnosu na pojedinačne primjene. Nadalje, poboljšano djelovanje postignuto je i s mješavinom DZ i eteričnog ulje *O. Basilicum*, što je rezultiralo produljenom zaštitom uskladištene pšenice do 240 dana.

Na temelju rezultata dobivenih nakon šest mjeseci, zabilježen je neočekivan porast populacije *Tribolium castaneum* i to pri višim koncentracijama u ječmu (na sorti Bingo pri 500 i 600 ppm i na merkantilnom ječmu pri 500ppm). Ova nagli porast populacije je zabilježen i u tretmanu s formulacijom N Form i s DZ SilicoSec®. Budući da su brojnost populacije *Sitophilus oryzae* i *Rhyzopertha dominica* pod istim uvjetima i tretmanima padala, pretpostavlja se da bi porast populacije *T. castaneum* mogao predstavljati adaptivnu strategiju vrste u stresnim uvjetima. Roth i Kurtz (2008) pokazali su da *T. castaneum* može ubrzati svoj razvoj kada se aktivira imunosna obrana. Također, ranija istraživanja su pokazala da su masa ličinki i stopa preživljavanja kod *T. castaneum* bile značajno više u odnosu na kontrolnu skupinu, nakon hranjenja ličinki hermetičkim koncentracijama azadirachtina (Mukherjee i sur., 1993). Nadalje, navedeni autori sugeriraju da hermetička koncentracija azadirachtina utječe na sintezu ili represiju esteraze u ličinki *T. castaneum*, što im omogućuje učinkovitiji rast i preživljavanje, budući da je esteraza povezana s metabolizmom hormona i probavom (Kapin i Ahmad, 1980). Cutler (2013) ističe kako se već duže vrijeme primjećuje da nakon primjene insekticida povremeno dolazi do naglog porasta populacije kukaca, i to bržim tempom nego što bi se dogodio bez primjene insekticida, što se označava kao pojava *hormesis*. Iako je pojava *hormesis* obično povezana s primjenom sub-letalnih doza insekticida, u našem je istraživanju do porasta broja jedinki došlo pri primjeni viših doza N Form i DE (500 i 600 ppm). Iako se ovi rezultati možda ne mogu izravno povezati s *hormesis* pojavom, očito je da su odrasle jedinke u ječmu tretiranom višim dozama reagirale promjenama u ponašanju i reprodukciji.

4.4. Utjecaj formulacije N Form na kvalitetu pšenice, ječma i kukuruza

Dijatomejska zemlja je kao zaštitno sredstvo odobrena za suzbijanje štetnika, te postoje komercijalne formulacije DZ koje su dostupne i kao učinkovito zaštitno sredstvo za uskladištene žitarice. Unatoč tome, žitna industrija se ne odlučuje rado za njihovu izravnu primjenu u smjesi sa zrnatom robom, jer čestice dijatomeja mogu nepovoljno utjecati na neka fizička i mehanička svojstva tretiranog zrna. Sniženje hektolitarske mase jedan je od značajnijih negativnih učinaka primjene DZ na žitarice. Utvrđeno je kako djelotvornija inertna prašiva pri nižim dozama jednako smanjuju hektolitarsku masu kao i manje učinkovita prašiva pri znatno višim dozama (Liška i sur., 2017). Čak i pri vrlo

niskim dozama, u rasponu od 10 do 50 ppm, dolazi do smanjenja hektolitarske mase (Korunić, 2016). Analizirajući 42 uzorka DZ iz različitih dijelova svijeta Korunić (1997) je utvrdio značajnu povezanost između insekticidne učinkovitosti DZ i njezine sposobnosti prijanjanja uz zrna, kao i smanjenja hektolitarske mase. Naime, nakon što se čestice DZ zalijepe za površinu zrna, povećava se razmak između pojedinih sjemenki, što utječe na njihovu protočnost, osobito u sustavima za mehanizirano rukovanje (Korunić i sur., 1998).

U provedenom istraživanju, utvrđeno je kako formulacija N Form nije imala negativan utjecaj na sniženje hektolitarske mase. Naime, hektolitarska masa pšenice i kukuruza tretirane s najvećim koncentracijama (600 i 700 ppm) nije se mijenjala u odnosu na hektolitarsku masu netretirane pšenice i kukuruza. Kod ječma je uočen blagi pad hektolitarske mase u odnosu na kontrolu (61,7 kg/hL, odnosno 62,3 kg/hL), ali ova razlika nije bila statistički značajna. Korunić i sur. (2020) su uspoređujući hektolitarsku masu tretirane pšenice, utvrdili kako su razvijene formulacije na bazi DZ i biljnih tvari, piretrina, silika gela i piperonil-butoksida imale manji utjecaj na sniženje hektolitarske mase nego DZ Celatom® MN 51 aplicirana sama, iako je i kod ovih formulacija hektolitarska masa bila značajno manja u odnosu na netretiranu pšenicu. Iako se hektolitarska masa smatra jednim od pokazatelja kvalitete žitarica, stvarni utjecaj DE na ukupnu kvalitetu žitarica ostaje upitan. Naime, Bodroža-Solarov i sur. (2012) su utvrdili značajna poboljšanja reoloških svojstava pšenice tretirane inertnim prašivima, poput veće apsorpcije vlage u uzorcima pšenice i brašna (tijesta), a posebice povećanje energetske vrijednosti tijesta. Bianchi i sur. (2025) su testirali utjecaj DZ i eteričnog ulja bosiljka *Ocimum basilicum* (L.), te njihove mješavine na kvalitetu tijesta dobivenog iz tretiranog pšeničnog brašna, posebice arome i organoleptičkih svojstava, te utvrdili kako ova kombinacija sačuvala tehnološke i senzorne kvalitete dobivenih prehrambenih proizvoda.

Međutim, sve dok tržište žitarica u kategorije kvalitete i konačno formiranje cijene uključuje kategoriju hektolitarske vrijednosti, njezino smanjenje ostat će ograničavajući čimbenik u trgovini žitaricama.

Što se tiče utjecaja na klijavosti sjemenske robe, formulacije N Form nije utjecala na promjenu klijavosti kod sorata pšenice. Međutim, kod hibrida kukuruza i ječma, uočene su promjene - zabilježen je pad energije klijavosti u rasponu od 2% do 8%, te smanjenje standardne klijavosti od 1% do 7%. Iako te promjene nisu bile statistički značajne u

usporedbi s netretiranim sjemenom. Za razliku od naših rezultata, neka druga istraživanja ukazuju čak na povećanje klijavosti kod sjemena tretiranog različitim kombinacijama inertnih prašiva. Tako je Morsy (2021) u svom istraživanju utvrdio kako DZ poboljšava klijavost pšenice, pri čemu je pri višim koncentracijama DE zabilježena klijavosti od 99%, u usporedbi s 53% kod netretiranog sjemena. El-Shewy i sur. (2024) uočili su kako su četiri od pet testiranih inertnih prašiva pozitivno utjecala na klijavost riže, u odnosu na kontrolu. Također, Florescu i sur. (2024) su u laboratorijskim uvjetima zabilježili povećanje klijavosti i poboljšani rast i razvoj biljaka u uzorcima sjemena suncokreta tretiranim DZ.

Važno je napomenuti da svako od navedenih istraživanja ima svoje specifičnosti — bilo da se radi o različitom kemijskom sastavu dijatomejske zemlje, bilo o primijenjenim koncentracijama u testovima — što može značajno utjecati na varijabilnost rezultata. Stoga, donošenje općenitih zaključaka ili generalizacija o utjecaju DZ-a ili njenih mješavina na kvalitetu tretiranog sjemena nije objektivno. Umjesto toga, nužno je provesti pojedinačna testiranja za svaku formulaciju koja se razmatra ili predlaže kao potencijalno insekticidno sredstvo.

4. ZAKLJUČCI

Istraživanje je provedeno u cilju pronalaska prirodnog insekticidnog sredstva kao optimalnog rješenja za zaštitu merkantilne i sjemenske zrnate robe od najznačajnijih skladišnih štetnika, rižinog žiška *Sitophilus oryzae* (L.), žitnog kukuljičara *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) i kestenjastog brašnara *Tribolium castaneum* (Herbst). Na temelju dobivenih rezultata utvrđena je insekticidna djelotvornost proizvedene formulacije N Form, na bazi dijatomejske zemlje SilicoSec[®], te biljnih i inertnih tvari, u laboratorijskim i skladišnim uvjetima na merkantilnoj pšenici, ječmu i kukuruзу, kao i sjemenskom materijalu odabranih sorti pšenice i ječma, odnosno hibrida kukuruза. Procijenjen je i utjecaj formulacije N Form na kvalitetu tretiranih žitarica. Prema postavljenim ciljevima i hipotezama, dobiveni su sljedeći zaključci:

1. U laboratorijskim uvjetima, formulacija N Form je postigla visoku razinu zaštite kukuruза, pšenice i ječma, od ispitivanih vrsta skladišnih kukaca. Formulacija je imala značajno insekticidno djelovanje za sve tri vrste kukaca, postigavši 100 %-tni mortalitet gotovo u svim tretmanima na ječmu, kukuruзу i na pšenici, nakon 7 ili 14 dana ekspozicije, ovisno o tretmanu. Također, formulacija N Form je utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane i to pri najnižim koncentracijama.
2. U provedenom istraživanju, uočene su razlike u djelotvornosti formulacije N Form na različitim vrstama žitarica, ali i između sorata, odnosno hibrida. Za sve tri vrste kukaca, insekticidna djelotvornost N Form je bila najjača na ječmu, zatim na kukuruзу, te najslabija na pšenici. Na kukuruзу, na hibridu Drava 404 zabilježen je značajno niži mortalitet kod sve tri vrste kukaca u odnosu na hibride OSSK 617 i OSSK 596. Na pšenici, na sorti Vulkan postignut je značajno niži mortalitet kod *R. dominica* i nešto niži kod vrste *S. oryzae*, u odnosu na sorte Anđelka i Klasan. Na ječmu, na sorti Lukas postignut je značajno niži mortalitet kod *S. oryzae*, i nešto niži kod vrste *R. dominica*, u odnosu na sorte Lord i Bingo.
3. U skladišnim uvjetima, nakon čuvanja žitarica u periodu od šest mjeseci, formulacija N Form je postigla sigurnu zaštitu tretiranog zrna protiv sve tri ispitivane vrste kukaca, pri čemu je potpuno zaustavljen razvoj inicijalne

populacije kukaca na kukuruзу (merkantilnom i hibridima OSSK 596 i OSSK 617), pšenici (sorta Anđelka) i ječmu (sorta Bingo).

4. U odnosu na dijatomejsku zemlju SilicoSec[®], formulacija N Form je gotovo u svim tretmanima (sortama, odnosno hibridima) u laboratorijskim uvjetima, imala jače i brže insekticidno djelovanje na sve tri vrste kukaca, pri čemu je statistički značajno viši mortalitet postignut već nakon 7 dana ekspozicije. Također, formulacija N Form je imala jači utjecaj na inhibiciju potomstva F1 generacije kod sve tri vrste kukaca. Nakon 6 mjeseci u skladišnim uvjetima, formulacija N Form je imala podjednako djelovanje kao i DZ SilicoSec[®], iako je u pojedinim tretmanima zabilježeno značajno jače djelovanje formulacije što je bilo vidljivo kroz manji ukupan broj razvijenog potomstva, te veći udio uginulih jedinki među razvijenim potomstvom.
5. Nakon provedenog testa klijavosti sjemena tretiranog formulacijom N Form kod sorata pšenice nije utvrđen pad klijavosti u odnosu na netretirano sjeme. Kod sorata ječma, odnosno hibrida kukuruza, zabilježeno je smanjenje energije klijanja i standardne klijavosti; i to kod sorata ječma od 2 do 8%, odnosno 1% do 7%, te kod hibrida kukuruza od 3%, odnosno od 1% do 4%. Smanjenje vrijednosti klijavosti nije bilo statistički značajno (osim kod ječma sorte Lord).
6. Nakon provedenog testa utjecaja formulacije N Form na hektolitarsku masu tretirane merkantilne robe, uočeno je kako formulacija nema negativan utjecaj na kvalitetu robe. Kod tretirane pšenice i kukuruza s koncentracijama od 600, odnosno 700 ppm, hektolitarska masa se nije mijenjala u odnosu na hektolitarsku masu netretiranog zrna, dok je kod ječma uočen blagi pad hektolitarske mase u odnosu na kontrolu, ali bez statističke značajnosti.

Prema zaključcima koji proizlaze iz rezultata doktorskog rada, razvijena formulacija N Form može se preporučiti kao ekološki prihvatljiva metoda zaštite žitarica od najznačajnijih štetnih kukaca. Formulacija osigurava brz insekticidni učinak te pouzdanu dugoročnu zaštitu, bez značajnih promjena u kvaliteti tretirane robe. S obzirom na utvrđene razlike u djelotvornosti među različitim sortama žitarica, za postizanje optimalnog rezultata potrebno je uzeti u obzir morfološke i kemijske karakteristike zrna.

6. LITERATURA

1. Abass, A.B., Ndunguru, G., Mamiro, P., Alenkhe, B., Mlingi, N., Bekunda, M. (2014): Post-harvest food losses in a maize-based farming system of semi-arid savannah area of Tanzania. *J. Stored Prod. Res.*; 57:49–57. doi: 10.1016/j.jspr.2013.12.004.
2. Abdelgaleil, S.A.M., Gad, H.A., Ramadan, G.R.M., El-Bakry, A.M., El-Sabrou, A.M. (2021): Monoterpenes: chemistry, insecticidal activity against stored product insects and modes of action—a review. *International Journal of Pest Management*, 70 (3), 267–289. <https://doi.org/10.1080/09670874.2021.1982067>
3. Afful, E., Elliott, B., Nayak, M.K., Phillips, T.W. (2018): Phosphine resistance in North American field populations of the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae). *J. Econ. Entomol.*, 111, 463–469.
4. Agrafioti, P., Vrontaki, M., Rigopoulou, M., Lampiri, E., Grigoriadou, K., Ioannidis, P.M., Rumbos, C.I., Athanassiou, C.G. (2023): Insecticidal Effect of Diatomaceous Earth Formulations for the Control of a Wide Range of Stored-Product Beetle Species. *Insects*, 14 (7), 656. <https://doi.org/10.3390/insects14070656>
5. Aldryhimm, Y.N. (1993): Combination of classes of wheat and environmental factors affecting the efficacy of amorphous silica dust, dryacide, against *Rhyzopertha dominica* (F.), *Journal of Stored Products Research*, 29, 3, 271-275, ISSN 0022-474X, [https://doi.org/10.1016/0022-474X\(93\)90010-2](https://doi.org/10.1016/0022-474X(93)90010-2).
6. Atay, T., Alkan, M., Ertürk, S., Toprak, U. (2023): Individual and combined effects of α -Pinene and a native diatomaceous earth product on control of stored product beetle pests. *Journal of Asia-Pacific Entomology*, 26 (4), 102149, ISSN 1226-8615, <https://doi.org/10.1016/j.aspen.2023.102149>.
7. Athanassiou, C.G., Kavallieratos, N.G., Tsaganou, F.C., Vayias, B.J., Dimizas, C.B., Buchelos, C.T. (2003): Effect of grain type on the insecticidal efficacy of SilicoSec against *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae). *Crop Protection*, 22: 1141-1147.
8. Athanassiou, C.G., Kavallieratos, N.G., Andris, N.S. (2004): Insecticidal effect of three diatomaceous earth formulations against adults of *Sitophilus*

- oryzae* (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium confusum* (Coleoptera: Tenebrionidae) on oat, rye, and triticale. J.Econ. Entomol. 2004, 97, 2160–2167. <https://doi.org/10.1093/jee/97.6.2160>
9. Athanassiou, C.G., Vayias, B.J., Dimizas, C.B., Kavallieratos, N.G., Papagregoriou, A.S., Buchelos, C.Th. (2005): Insecticidal efficacy of diatomaceous earth against *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium confusum* du Val (Coleoptera: Tenebrionidae) on stored wheat: influence of dose rate, temperature and exposure interval, Journal of Stored Products Research, 41 (1), 47-55, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2003.12.001>.
 10. Athanassiou, C.G., Kavallieratos, N.G., Vayias, B.J., Tomanović, Z., Petrović, A., Rozman, V., Adler, C., Korunić, Z., Milovanović, D. (2011): Laboratory evaluation of diatomaceous earth deposits mined from several locations in central and southeastern Europe as potential protectants against coleopteran grain pests. Crop Prot., 30:329–339. doi: 10.1016/j.cropro.2010.10.004.
 11. Athanassiou, C., Kavallieratos, N. (2005): Insecticidal effect and adherence of PyriSec® in different grain commodities. Crop Prot 24:703–710
 12. Athanassiou, C.G., Arthur, F.H. (2018): Recent Advances in Stored Product Protection; Springer GmbH Germany: Berlin/Heidelberg, Germany, <https://doi.org/10.1007/978-3-662-56125-6>
 13. Azam, A.M., Butt, A., Arshad, N., Ain, Q.U. (2025): Formulation, characterization and bioactivity of *Eucalyptus rudis* and *Eucalyptus microtheca* essential oil nanoemulsions against *Rhyzopertha dominica* (F.). Journal of Essential Oil Research, 1–13. <https://doi.org/10.1080/10412905.2025.2470781>
 14. Baliota, G.V., Athanassiou, C.G. (2020): Evaluation of a Greek diatomaceous earth for stored product insect control and techniques that maximize its insecticidal efficacy. Appl. Sci. 2020, 10, 6441.
 15. Baydar, H., Kineci, S. (2009): Scent composition of essential oil, concrete, absolute and hydrosol from lavandin (*Lavandula × intermedia* Emeric ex Loisel.). J. Essent. Oil-Bear. Plants , 12, 131–136. <https://doi.org/10.1080/0972060X.2009.10643702>
 16. Bell, C.H. (2014): Pest control of stored food products: insects and mites. In: Hygiene in Food Processing: Principles and Practice, 2nd Edn., eds H.L. Lelieveld, J. Holah, and D. Napper (York: Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition), 494–538. doi: 10.1533/9780857098634.3.494

17. Bianchi, A., Farina, P., Venturi, F., Trusendi, F., Flamini, G., Ascrizzi, R., Sarrocco, S., Ortega-Andrade, S., Echeverria, M. C., Conti, B., & Taglieri, I. (2025): Reduced doses of diatomaceous earth and basil essential oil on stored grain Against the wheat-damaging *Sitophilus oryzae*: Influence on Bread Quality and Sensory Profile. *Foods*, 14(4), 572. <https://doi.org/10.3390/foods14040572>
18. Birsh, L.C. (1971): The influence of temperature, humidity and density on the oviposition of the small strain of *Calandra oryzae* Linn. and *Rhyzopertha dominica* Fab. (Coleoptera). *Aust. J. exp. Biol. med. Sci.*, 1945.
19. Bodroža-Solarov, M., Kljajić, P., Andrić, G., Filipčev, B., Dokić, Lj. (2012): Quality parameters of wheat grain and flour as influenced by treatments with natural zeolite and diatomaceous earth formulations, grain infestation status and endosperm vitreousness, *J. Stored Prod. Res.*, 51, 61-68, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2012.07.001>
20. Bucher, G. (2006): The beetle book. <http://wwwuser.gwdg.de/~gbucher1/tribolium-castaneum-beetle-book1.pdf>
21. Calvert, R. (1930): *Diatomaceous Earth*. American Chemical Society Monograph. Reprint 1976, University Microfilms, Annals Arbor, MI. pp. 251.
22. Chanbang, Y., Arthur, F.H., Wilde, G.E., Throne, J.E. (2008): Hull characteristics as related to susceptibility of different varieties of rough rice to *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae). *Journal of Stored Products Research*, 44(3):205-212.
23. Chintzoglou, G., Athanassiou, C.G., Arthur, F.H. (2008): Insecticidal effect of spinosad dust, in combination with diatomaceous earth, against two stored-grain beetle species, *Journal of Stored Products Research*, 44 (4), 347-353, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2008.03.005>.
24. Credland, P.F. (1992): The structure of bruchid eggs may explain the ovicidal effect of oils, *J. Stored Prod. Res.*, 28, 1-9, 10.1016/0022-474X(92)90025-L
25. Cutler, G.C. (2013): Insects, Insecticides and Hormesis: Evidence and considerations for study. *Dose-Response*, 11(2), 154-177. <https://doi.org/10.2203/dose-response.12-008>.
26. Delgarm, N., Ziaee, M., McLaughlin, A. (2020): Enhanced-efficacy Iranian diatomaceous earth for controlling two stored-product insect pests. *J Econ Entomol* 113:506–510

27. Desmarchelier, J.M., Dines, J.C. (1987): Dryacide treatment of stored wheat: its efficacy against insects, and after processing. *Australian Journal of Experimental Agriculture*, 27: 309-312. doi: <http://dx.doi.org/10.1071/EA9870309>
28. Ebadollahi, A., Borzoui, E. (2019): Growth performance and digestive enzymes activity of *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae) feeding on six rice cultivars. *J. Stored Prod. Res.*, 82, 48–53.
29. Ebeling, W. (1971): Sorptive Dusts for Pest Control. *Annu. Rev. Entomol.*, 16, 123–158.
30. El-Shewy, A.M., Abd El-Halim, H., El-Deeb, S. (2024): Used five inert dusts to control two insect pests on stored rice grains, *Egyptian Academic Journal of Biological Sciences. A, Entomology*, 17(2), 1-11. doi: 10.21608/eajbsa.2024.351178
31. FAO. Global Food Losses and Food Waste. Available online: <https://www.fao.org/3/mb060e/mb060e00.htm> (pristup 7 studenog 2022.).
32. Fields, P.G., Korunić, Z. (2002): Post-harvest insect control with inert dusts. in *Dekker Encyclopedia of Pest Management* (ed. D. Pimentel) Marcel Dekker, New York, pp. 650-653.
33. Flanders, S.F. (1941): Dust as an inhibiting factor in the reproduction of insects. *Journal of Economic Entomology*, 34(3): 470-472.
34. Florescu, I., Radu, I., Teodoru, A., Chireceanu, C. (2024): Effect of the Pătârlagele diatomite on seed germination and growth of sunflower plants, *Romanian Agricultural Research*, 41, DII 2067-5720 RAR 2024-88. doi.org/10.59665/rar4141.
35. Gad, H.A., Atta, A.A.M., Abdelgaleil, S.A.M. (2022): Effectiveness of diatomaceous earth combined with chlorfluazuron and hexaflumuron in the control of *Callosobruchus maculatus* and *C. chinensis* on stored cowpea seeds, *Journal of Stored Products Research*, 97, 101985, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2022.101985>
36. Galović, I., Halamić, J., Grizelj, A., Rozman, V., Liška, A., Korunić, Z., Lucić, P., Baličević, R. (2017): Croatian diatomites and their possible application as a natural insecticide. *Geologia Croatica*, 7/1, 27-39. doi:10.4154/gc.2017.04

37. Gerken A.R., Morrison III, W.R. (2022): Pest Management in the Postharvest Agricultural Supply Chain Under Climate Change. *Frontiers in Agronomy*, Vol 4, 918845. <https://doi.org/10.3389/fagro.2022.918845>
38. Germinara, G.S., De Cristofaro, A., Rotundo, G. (2008): Behavioral responses of adult *Sitophilus granarius* to individual cereal volatiles. *J. Chem. Ecol.*, 34, 523–529.
39. Glasilo biljne zaštite (2023): Pregled sredstava za zaštitu bilja u Hrvatskoj za 2023. godinu, 1-2/2023, ISSN 1332-9545, Hrvatsko društvo biljne zaštite, Zagreb.
40. Guru P.N., Mridula D., Dukare A.S., Ghodki B.M., Paschapur A.U., Samal I., Nikhil Raj M., Padala V.K., Rajashekhar M., Subbanna A.R.N.S. (2022): A comprehensive review on advances in storage pest management: Current scenario and future prospects. *Front. Sustain. Food Syst.* 6:993341. doi: 10.3389/fsufs.2022.993341
41. Hagstrum, D.W., Flinn, P.W., Gaffney, J.J. (1998): Temperature gradient on *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae) adult dispersal in stored wheat. *Environmental Entomology*, 27 (1), 123–129. <https://doi.org/10.1093/ee/27.1.123>
42. Hagstrum, D.W., Phillips, T.W. (2017): Evolution of stored-product entomology: protecting the world food supply. *Annu. Rev. Entomol.* 62, 379–397. doi: 10.1146/annurev-ento-031616-035146
43. Hamel, D. (2007): Storing maize in stores and protection from pests. (Čuvanje kukuruza u skladištu i zaštita od štetnika). *Glasilo Biljne Zaštite*, 7(5):344-349.
44. Hamel, D., Rozman, V., Liška, A. (2020): Storage of Cereals in Warehouses with or without Pesticides. *Insects*, 11, 846. <https://doi.org/10.3390/insects11120846>
45. Hayashi, N. (1966): A contribution to the knowledge of the larvae of Tenebrionidae occurring in Japan (Coleoptera: Cucujoidea). PhD Thesis- Hokkaido University. *Insecta Matsumurana*, Supplement 1, July 1966.
46. Hertlein, M.B., Thompson, G.D., Subramanyam, B., Athanassiou, C.G. (2011): Spinosad: A new natural product for stored grain protection. *Journal of Stored Products Research*, 47(3), 131-146. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2011.01.004>.
47. IBM Corp. Released 2019. IBM SPSS Statistics for Windows, Version 26.0. Armonk, NY: IBM Corp.
48. Kapin, M.A., Ahmad, S. (1980): Esterases in larval tissues of gypsy moth, *Lymantria dispar* (L.): optimum assay conditions, quantification and

- characterization. *Insect Biochemistry*, 10 (3), 331-337.
[https://doi.org/10.1016/0020-1790\(80\)90028-1](https://doi.org/10.1016/0020-1790(80)90028-1)
49. Karabörklü, S., Ayvaz, A. A(2023): comprehensive review of effective essential oil components in stored-product pest management. *J Plant Dis Prot* 130, 449–481.
<https://doi.org/10.1007/s41348-023-00712-0>.
 50. Kavallieratos, N.G., Athanassiou, C.G., Paschalidou, F.G. Andris, N.S., Tomanovic, Z. (2005): Influence of grain type on the insecticidal efficacy of two diatomaceous earth formulations against *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrychidae). *Pest Manag. Sci.*, 61, 660–666. <https://doi.org/10.1002/ps.1034>.
 51. Kavallieratos, N.G., Athanassiou, C.G., Mpassoukou, A.E., Mpakou, F.D., Tomanović, Ž., Manessioti, T.B., Papadopoulou, S.Ch. (2012): Bioassays with diatomaceous earth formulations: Effect of species co-occurrence, size of vials and application technique, *Crop Protection*, 42, 170-179, ISSN 0261-2194, <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2012.06.016>.
 52. Kavallieratos, N.G., Athanassiou, C.G., Diamantis, G.C., Gioukari, H.G., Boukouvala, M.C. (2017): Evaluation of six insecticides against adults and larvae of *Trogoderma granarium* Everts (Coleoptera: Dermestidae) on wheat, barley, maize and rough rice, *Journal of Stored Products Research*, 71, 81-92, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2016.12.003>.
 53. Kavallieratos, N.G., Michail, E.J., Boukouvala, M.C., Nika, E.P., Skourti, A. (2019): Efficacy of pirimiphos-methyl, deltamethrin, spinosad and silicoSec against adults and larvae of *Tenebrio molitor* L. on wheat, barley and maize, *Journal of Stored Products Research*, 83, 161-167, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2019.06.012>.
 54. Kedia, A., Dubey, N.K. (2018): Nanoencapsulation of Essential Oils: A Possible Way for an Eco-Friendly Strategy to Control Postharvest Spoilage of Food Commodities From Pests. U: *Nanomaterials in Plants, Algae, and Microorganisms*, Tripathi D.G., Ahmad P., Sharma S., Chauhan D.K., Dubey N.K. (Eds). Chapter 22, 501-522, Academic Press, 2018, ISBN 9780128114872, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811487-2.00022-0>.
 55. Kordan, B., Nietupski, M., Ludwiczak, E., Gabryś S.B., Cabaj, R. (2023): Selected cultivar-specific parameters of wheat grain as factors influencing intensity of

- development of grain weevil *Sitophilus granarius* (L.). *Agriculture* 2023, 13, 1492. <https://doi.org/10.3390/agriculture13081492>.
56. Korunić, Z. (1990): Štetnici uskladištenih poljoprivrednih proizvoda. *Biologija, ekologija i suzbijanje*. "Gospodarski list" – Novinsko-izdavačko poduzeće Zagreb, Trg Republike 3. Zagreb, 1990.
 57. Korunić, Z. (1997): Rapid assessment of the insecticidal value of diatomaceous earths without conducting bioassays, *Journal of Stored Products Research*, 33, 3, 219-229, ISSN 0022-474X, [https://doi.org/10.1016/S0022-474X\(97\)00004-0](https://doi.org/10.1016/S0022-474X(97)00004-0).
 58. Korunić, Z. (1998): Diatomaceous earths, a group of natural insecticides. *J. Stored Prod. Res.*, 34:87–97. doi: 10.1016/S0022-474X(97)00039-8.
 59. Korunić, Z. (2013): Diatomaceous Earths – Natural Insecticides. *Pestic. Phytomed.* (Belgrade), 28(2), 77–95; DOI: 10.2298/PIF1302077K
 60. Korunić, Z. (2016): Overview of undesirable effects of using diatomaceous earths for direct mixing with grains. *Pestic. Phytomed.* (Belgrade) 2016, 31, 9–18. <https://doi.org/10.2298/PIF1602009K>
 61. Korunić, Z., Fields, P.G., Kovacs, M.I.P., Noll, J.S., Lukow, O.M., Demianyk, C.J., Shibley, K.J. (1996): The effect of diatomaceous earth on grain quality. *Postharvest Biol. Technol.*, 9, 373–387. doi: 10.1016/S0925-5214(96)00038-5.
 62. Korunić, Z., Cenkowski, S., Fields, P.G. (1998): Grain bulk density as affected by diatomaceous earths and application method. *Postharvest Biol. Technol.* 13, 81–89, ISSN 0925-5214, [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(97\)00076-8](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(97)00076-8).
 63. Korunic, Z., Fields, P.G. (2020): Evaluation of three new insecticide formulations based on inert dusts and botanicals against four stored-grain beetles. *J. Stored Prod. Res.* 2020, 88, 101633. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2020.101633>
 64. Korunic, Z., Liska, A., Rozman, V., Lucic, P. (2016): A review of natural insecticides based on diatomaceous earth. *Poljopr. Agric.*, 22, 10–18. <https://doi.org/10.18047/poljo.22.1.2>
 65. Korunić, Z., Liška, A., Lucić, P., Hamel, D., Rozman, V. (2020): Evaluation of diatomaceous earth formulations enhanced with natural products against stored product insects, *Journal of Stored Products Research*, 86, 101565, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2019.101565>.
 66. Krinsky, W.L. (2019): Beetles (Coleoptera). In: *Medical and Veterinary Entomology*, (Eds: Mülle, G.R.; Durden, L.A.), Third edition, Academic press,

- 2019, pp 129-143. ISBN 9780128140437, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814043-7.00009-1>.
67. Lampiri, E., Agrafioti, P., Vagelas, I., Athanassiou, C.G. (2022): Insecticidal Effect of an Enhanced Attapulgite for the Control of Four Stored-Product Beetle Species. *Agronomy*, 12, 1495. <https://doi.org/10.3390/agronomy12071495>
 68. Lee, S., Peterson, C.J., Coats, J.R. (2003): Fumigation toxicity of monoterpenoids to several stored product insects, *Journal of Stored Products Research*, 39, 1, 77-85, ISSN 0022-474X, [https://doi.org/10.1016/S0022-474X\(02\)00020-6](https://doi.org/10.1016/S0022-474X(02)00020-6).
 69. Leelaja, B.C., Rajashekar, Y., Rajendran, S. (2007): Detection of eggs of stored-product insects in flour with staining techniques. *Journal of Stored Products Research* 43(3): 206-210.
 70. Liška, A., Korunić Z., Rozman, V., Halamić, J., Galović, I., Lucić, P., Baličević, R. (2017): Efficacy of nine croatian inert dusts against rice weevil *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera: Curculionidae) on wheat, *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 29 (7), pp. 485 - 494. DOI: 10.9755/ejfa.2016-09-1302
 71. Liska, A., Korunic, Z., Rozman, V., Lucic, P., Balicevic, R., Halamic, J., Galovic, I. (2018): Evaluation of the potential value of the F1H and F2H formulations as grain protectants against *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) (Coleoptera: Bostrichidae). In *Proceedings of the 12th International Working Conference on Stored-Product Protection (IWCSPP)*, Berlin, Germany, 7–11 October 2018; Adler, C.S., Opit, G., Fürstenau, B., Müller-Blenkle, C., Kern, P., Arthur, F.H., Athanassiou, C.G., Bartosik, R., Campbell, J., Carvalho, M.O., et al., Eds.; Julius-Kühn-Institut: Berlin, Germany, 2018; pp. 540–546.
 72. Losic, D., Korunic, Z. (2018): Diatomaceous Earth, a Natural Insecticide for Stored Grain Protection: Recent Progress and Perspectives. In *Diatom Nanotechnology: Progress and Emerging Applications*. (Losic, D., Ed.). Royal Society of Chemistry: Croydon, UK, 2018; pp. 219–247.
 73. Mahroof, R., Subramanyam, B., Flinn, P. (2005): Reproductive performance of *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae) exposed to the minimum heat treatment temperature as pupae and adults. *Journal of Economic Entomology*, 98 (2), 626–633. <https://doi.org/10.1093/jee/98.2.626>

74. Mahroof, R., Hagstrum, D.W. (2012): Biology, behavior, and ecology of pests in processed commodities. In: Stored product protection (Eds: Hagstrum, D.W., Philips, T.W., Cuperus, G.). Kansas State University, Manhattan, pp 33–44.
75. Mason, L.J. (2003): Grain insect fact sheet E-224-W: red and confused flour beetles, *Tribolium castaneum* (Bhst.) and *Tribolium confusum* Duval. Purdue University, Department of Entomology.
<http://extension.entm.purdue.edu/publications/E-224.pdf>.
76. Mehta, V., Kumar, S., Koranga, R., Thakur, H. (2021): Host Plant Resistance and Botanicals, As Potential Management Tactics for Insect Pests of Stored Grains. J. Exp. Zool. India, 24, 1431–1443.
<https://connectjournals.com/03895.2021.24.1431>.
77. Morsy, M.M. (2021): Sustainable storage pest management using diatomaceous earth against *Sitophilus oryzae* L., Journal of Applied Plant Protection, 10(1), 59-67,
https://japp.journals.ekb.eg/article_223217_b6a98b36d56b424296825cd2c01f0076.pdf
78. Mortazavi, H., Toprak, U., Emekci, M., Bagci, F., Ferizli, A.G. (2020): Persistence of diatomaceous earth, SilicoSec® against three stored grain beetles, Journal of Stored Products Research, 89, 101724, ISSN 0022-474X,
<https://doi.org/10.1016/j.jspr.2020.101724>.
79. Mortazavi, H., Ferizli, A.G., Toprak, U., Tütüncü, S., Emekci, M., Ormanoğlu, N. (2025): Long-term efficacy of diatomaceous earth, SilicoSec® against three major stored grain insect pests. Journal of Stored Products Research, 111, 102531, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2024.102531>.
80. Mukherjee, S.N., Rawal, S.K., Ghumare, S.S., Sharma, R.N. (1993): Hormetic concentrations of azadirachtin and isoesterase profiles in *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). Experientia, 49, 557–560.
<https://doi.org/10.1007/BF01955163>
81. Nawrot, J., Gawlak, M., Szafranek, J., Szafranek, B., Synak, E., Warchalewski, J.R., Piasecka-Kwiatkowska, D., Błaszczak, W., Jeliński, T., Fornal, J. (2010): The effect of wheat grain composition, cuticular lipids and kernel surface microstructure on feeding, egg-laying, and the development of the granary weevil,

- Sitophilus granarius (L.), Journal of Stored Products Research, 46 (2), 133-141, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2010.02.001>.
82. Ngamo, T.S.L., Ngassoum, M.B., Mapongmestsem, P.M., Noudjou, W.F., Malaisse, F., Haubruge, E., Lognay, G., Kouninki, H., Hance, T. (2007): Use of essential oils of aromatic plants as protectant of grains during storage. Agricultural Journal, 2(2):204-209.
 83. Obeng-Ofori, D. (2010): Residual insecticides, inert dust and botanicals for the protection of durable stored products against pest infestation in developing countries. In: Carvalho, M.O., et al. (Eds.), Proceedings of The 10th International Working Conference on Stored Product Protection IWCSPP, Julius Kühn-Archiv 425, Estoril, Portugal, 774-788.
 84. Patel, K., Valand, V., Patel, S. (1993): Powder of neem-seed kernel for control of lesser grain borer (*Rhyzopertha dominica*) in wheat (*Triticum aestivum*), Indian J. Agric. Sci., 63:754–755.
 85. Perisic, V., Vukovic, S., Perisic, V., Pesic, S., Vukajlovic, F., Andric, G., Kljajic, P. (2018): Insecticidal activity of three diatomaceous earths on lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* F., and their effects on wheat, barley, rye, oats and triticale grain properties. Journal of Stored Products Research, 75, 38-46, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2017.11.006>.
 86. Phillips, T.W., Throne, J.E. (2010): Biorational Approaches to Managing Stored-Product Insects. Annual Review of Entomology, 55, 375-397. <https://doi.org/10.1146/annurev.ento.54.110807.090451>.
 87. Pierattini, E.C., Bedini, S., Venturi, F., Ascrizzi, R., Flamini, G., Bocchino, R., Girardi, J., Giannotti, P., Ferroni, G., Conti, B. (2019): Sensory quality of essential oils and their synergistic effect with diatomaceous earth, for the control of stored grain insects. Insects, 10, 114. <https://doi.org/10.3390/insects10040114>
 88. Plumier, B., Zhao, Y., Cook, S., Ambrose, R.P.K. (2019): Adhesion of diatomaceous earth dusts on wheat and corn kernels, Journal of Stored Products Research, 83, 347-352, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2019.08.001>.
 89. Pokajewicz, K., Białoń, M., Svydenko, L., Hudz, N., Balwierz, R., Marciniak, D., Wieczorek, P.P. (2022): Comparative Evaluation of the Essential Oil of the New

- Ukrainian *Lavandula angustifolia* and *Lavandula* × *intermedia* Cultivars Grown on the Same Plots. *Molecules*, 27, 2152. <https://doi.org/10.3390/molecules27072152>
90. Pravilnik o metodama uzorkovanja i ispitivanja kvalitete sjemena 2008: https://narodne-novine.nn.hr/clanci/sluzbeni/2008_08_99_3020.html
 91. Püntener, W. (1981): Manual for field trials in plant protection, Second edition. Agricultural Division, Ciba-Geigy Limited.
 92. Quarles, W. (1992). Silica gel for pest control. *IPM Practitioner* 14, 1-11.
 93. Rajasri, M., Rao, P.S., Meena Kumari, K.V.S. (2014): Inert Dusts - Better Alternatives for the Management of Angoumois Grain Moth, *Sitotroga cerealella* in Stored Rice. *International Journal of Science and Research (IJSR)*. Volume 3 Issue 10, ISSN (Online): 2319-7064
 94. Rajendran, S. (2020): Insect Pest Management in Stored Products. In: *Outlooks on Pest Management*, Volume 31, Number 1, February 2020, pp. 24-35(12), Research Information, doi: https://doi.org/10.1564/v31_feb_05
 95. Rajendran, S., Sriranjini, V. (2008): Plant products as fumigants for stored-product insect control. *J. Stored Prod. Res.* 44, 126–135. doi: 10.1016/j.jspr.2007.08.003
 96. Rani, L., Thapa, K., Kanojia, N., Sharma, N., Singh, S., Grewal, A.S., Srivastav, A.L., Kaushal, J. (2021): An extensive review on the consequences of chemical pesticides on human health and environment, *Journal of Cleaner Production*, 283, 124657. ISSN 0959-6526. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124657>.
 97. Rees, D. (2007): *Insects of Stored grain – a pocket reference*. Second edition, CSIRO PUBLISHING, ISBN 9780643093850.
 98. Reis, S.L., Mantello, A.G., Macedo, J.M., Gelfuso, E.A., Da Silva, C.P., Fachin, A.L., Cardoso, A.M., Beleboni, R.O. (2016): Typical Monoterpenes as Insecticides and Repellents against Stored Grain Pests. *Molecules*, 21, 258. <https://doi.org/10.3390/molecules21030258>
 99. Ridley, A.W., Hereward, J.P., Daglish, G.J., Raghu, S., Collins, P.J., Walter, G.H. (2011): The spatiotemporal dynamics of *Tribolium castaneum* (Herbst): adult flight and gene flow. *Mol. Ecol.* 20, 1635–1646. doi: 10.1111/j.1365-294X.2011.05049.x
 100. Rigaux, M., Haubruge, E., Fields, P.G. (2001): Mechanisms for tolerance to diatomaceous earth between strains of *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). *Entomol. Exp. Appl.*, 101, 33–39.

101. Rigopoulou, M., Baliota, G.V., Athanassiou, C.G. (2023): Persistence and efficacy of diatomaceous earth against stored product insects in semi-field trials. *Crop Protection*, 174, 106416, ISSN 0261-2194, <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2023.106416>.
102. Romei, F., Schilman, P.E. (2024): Diatomaceous earth as insecticide: physiological and morphological evidence of its underlying mechanism. *Pest Mang Sci*, 80: 3301–3307. (wileyonlinelibrary.com) DOI 10.1002/ps.8033
103. Roth, O., Kurtz, J. (2008): The stimulation of defence accelerates development in the red flour beetle (*Tribolium castaneum*). *Journal of Evolutionary Biology*, 21, 1703-1710. <https://doi.org/10.1111/j.1420-9101.2008.01584.x>
104. Rozman, V., Korunić, Z., Liška, A. (2015): Kukci – gospodarski štetnici uskladištenih poljoprivrednih proizvoda i hrane te prepoznavanje prema nastalim štetama. DDD Trajna edukacija – Cjelovito (integrirano) suzbijanje štetnika hrane, uskladištenih poljoprivrednih proizvoda, predmeta opće uporabe te muzejskih štetnika – Zbornik predavanja. Zagreb, svibanj 2015. str. 21-49.
105. Saeed, N., Farooq, M., Shakeel, M., Ashraf, M. (2018): Effectiveness of an improved form of insecticide-based diatomaceous earth against four stored grain pests on different grain commodities. *Environ Sci Pollut Res* 25, 17012–17024, <https://doi.org/10.1007/s11356-018-1835-3>.
106. Shah, M., Khan, A. (2014): Use of Diatomaceous Earth for the Management of Stored Product Pests. *International Journal of Pest Management*. 60, 1-14. 10.1080/09670874.2014.918674
107. Silva, V., Yang, X., Fleskens, L., Ritsema, C.J., Geissen, V. (2022): Environmental and human health at risk – Scenarios to achieve the Farm to Fork 50% pesticide reduction goals. *Environment International*, 165, 107296. ISSN 0160-4120. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2022.107296>.
108. Singh, K., Agrawal, N.S., Girish, G.K. (1973): Population of *Sitophilus oryzae* Linn. in high yielding varieties of wheat under different ecological conditions. [Bull. Grain Technol.](#), 1973, Vol. 11, No. 1, 50-58.
109. Singh, K., Agrawal, N.S., Girish, G.K. (1974): The oviposition and development of *Sitophilus oryzae* (L.) in different high-yielding varieties of wheat. *Journal of Stored Product Research*, 10 (2), 105-111. [https://doi.org/10.1016/0022-474X\(74\)90017-4](https://doi.org/10.1016/0022-474X(74)90017-4).

110. Skourti, A., Kavallieratos, N.G., Papanikolaou, N.E. (2019): Laboratory evaluation of development and survival of *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae) under constant temperatures, Journal of Stored Products Research, 83, 305-310, ISSN 0022-474X, <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2019.07.009>
111. Srivastava, C., Subramanian, S. (2016): Storage insect pests and their damage symptoms: an overview. J. Grain Stor. Res. 78, 53–58. doi: 10.5958/0974-8172.2016.00025.0
112. Stathers, T.W., Mvumi, B.M., Golob, P. (2002): Field assessment of the efficacy and persistence of diatomaceous earths in protecting stored grain on small-scale farms in Zimbabwe, Crop Protection, 21 (10), 1033-1048, ISSN 0261-2194, [https://doi.org/10.1016/S0261-2194\(02\)00088-1](https://doi.org/10.1016/S0261-2194(02)00088-1).
113. Subramanyam, Bh., Roesli, R. (2000): Inert dusts. In: Alternatives to Pesticides in Stored-Product IPM. Subramanyam, Bh. and Hagstrum, D. W., eds., Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, pp. 321-380.
114. Vayias, B, Athanassiou, C.G. (2004): Factors affecting the insecticidal efficacy of the diatomaceous earth formulation SilicoSec against adults and larvae of the confused flour beetle, *Tribolium confusum* DuVal (Coleoptera: Tenebrionidae), Crop Protection, 23, 7, 565-573, ISSN 0261-2194, <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2003.11.006>.
115. Wakil, W., Riasat, T., Lord, J.C. (2013): Effects of combined thiamethoxam and diatomaceous earth on mortality and progeny production of four Pakistani populations of *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae) on wheat, rice and maize. J Stored Prod Res 52:28–35
116. Weiqi, F., Yuexuan, S., Zhiqian, Y., Yixi, S., Yiwen, P., Fan, Z., Sigurdur, B. (2022): Diatom morphology and adaptation: Current progress and potentials for sustainable development. Sustainable Horizons, 2, 100015, ISSN 2772-7378, <https://doi.org/10.1016/j.horiz.2022.100015>. [World Population Prospects: The 2019 Revision, www.Worldmeters.info](https://www.worldometers.info/world-population-prospects-the-2019-revision/)
117. Yazdanian, M, Reihani, M. (2021): Chemical composition of myrtle essential oil and its insecticidal activity in combination with diatomaceous earth against adults of the granary weevil, *Sitophilus granarius* (L.). Journal of Plant Protection (Mashhad), 35 (2), 203-216, doi:10.22067/jpp.2021.69214.1015

118. Zacher, F. (1937): Neue untersuchungen über die einwirkung oberflächenaktiver pulver auf insekten. Zool. Anzeiger, 10: 264-271.
119. Zeni, V., Baliota, G.V., Benelli, G., Canale, A., Athanassiou, C.G. (2021): Diatomaceous earth for arthropod pest control: Back to the future. Molecules, 26, 7487. <https://doi.org/10.3390/molecules26247487>
120. Zhang, K.X., Li, H.Y., Quandahor, P., Gou, Y.P., Li, C.C., Zhang, Q.Y., Haq, I.U., Ma, Y., Liu, C.Z. (2022): Responses of six wheat cultivars (*Triticum aestivum*) to wheat aphid (*Sitobion avenae*) infestation. Insects, 13(6), 508. <https://doi.org/10.3390/insects13060508>
121. Ziaee, M., Ebadollahi, A., Wakil, W. (2021): Integrating inert dusts with other technologies in stored products protection. Toxin Rev. <https://doi.org/10.1080/15569543.2019.1633673>

7. SAŽETAK

Skladišni kukci predstavljaju veliki problem u posliježetvenom procesu, uzrokujući značajne gubitke poljoprivrednih uskladištenih proizvoda koji na godišnjoj razini mogu iznositi od 30% do 35%. Najčešća praksa suzbijanja skladišnih štetnika je primjena sintetičkih insekticida. Njihova dugotrajna i neodgovarajuća primjena dovela je do neželjenih posljedica s kojima se danas suočavamo, kao što su: onečišćenje tla, vode i zraka, gubitak bioraznolikosti, sve češća pojava rezistentnosti, te štetnost za ne ciljane organizme i ljudsko zdravlje. Jedno od alternativnih odgovora sintetskim insekticidima je prirodno prašivo, dijatomejska zemlja (DZ). Pored značajnih prednosti njene primjene, postoje i određeni nedostaci DZ radi kojih primjena ovog učinkovitog prirodnog insekticida nije u potpunosti našla širu primjenu u zaštiti većih količina uskladištenih žitarica. Kako bi se smanjile negativne strane DZ, postoji mogućnost kombiniranja DZ s nekim drugim prirodnim insekticidom. Vođeni ovom činjenicom, idejni cilj ovog istraživanja je bio poboljšati komercijalnu DZ SilicoSec® dodatkom biljnih tvari (praha lovora, kukuruznog ulja i eteričnog ulja lavandina) i inertnog praha (silika gela), te pomoću takve prirodne formulacije ponuditi optimalno rješenje za zaštitu merkantilne i sjemenske zrnate robe od najznačajnijih skladišnih štetnika, rižinog žiška *Sitophilus oryzae* (L.), žitnog kukuljičara *Rhyzopertha dominica* (Fabricius) i kestenjastog brašnara *Tribolium castaneum* (Herbst). Specifični ciljevi istraživanja su bili sljedeći: 1. utvrditi insekticidni učinak formulacije N Form na tri vrste skladišnih kukaca u kontroliranim, laboratorijskim, uvjetima na tretiranoj merkantilnoj i sjemenskoj pšenici, ječmu i kukuruзу; 2. procijeniti utjecaj sorata pšenice i ječma, odnosno hibrida kukuruза na djelotvornost formulacije N Form; 3. utvrditi djelotvornost formulacije N Form na tri vrste skladišnih kukaca u skladišnim uvjetima nakon šest mjeseci čuvanja pšenice, ječma i kukuruза; 4. procijeniti djelotvornost formulacije N Form u odnosu na djelotvornost komercijalne dijatomejske zemlje (DZ) SilicoSec®; 5. utvrditi utjecaj formulacije N Form na kvalitetu merkantilne i sjemenske robe, kroz procjenu hektolitarske mase i klijavosti. Procjena insekticidne učinkovitosti proizvedene formulacije N Form je provedena kroz dva tipa istraživanja. Jedan dio istraživanja je proveden u laboratorijskim uvjetima, u kojima je praćen mortalitet kukaca nakon 7 i 14 dana ekspozicije na tretiranoj zrnatoj robi kao i utjecaj formulacije na razvoj potomstva F1 generacije. Drugi dio istraživanja proveden je u skladišnim uvjetima,

a procjena djelotvornosti formulacije je obavljena nakon 6 mjeseci. Nakon određivanja letalnih koncentracija formulacije N Form, proveden je test utjecaja formulacije na kvalitetu merkantilne i sjemenske robe kroz ispitivanje utjecaja na hektolitarsku masu, odnosno klijavost. Prema dobivenim rezultatima formulacija N Form je imala značajno insekticidno djelovanje za sve tri vrste kukaca, postigavši 100 %-tni mortalitet gotovo u svim tretmanima na ječmu, kukuruзу i na pšenici, nakon 7 ili 14 dana ekspozicije, te je utjecala na značajno smanjenje potomstva sve tri vrste kukaca u odnosu na kontrolne tretmane. Uočene su razlike u djelotvornosti formulacije na različitim vrstama žitarica, ali i između sorata, odnosno hibrida. Za sve tri vrste kukaca, insekticidna djelotvornost N Form je bila najjača na ječmu, zatim na kukuruзу, te najslabija na pšenici. U skladišnim uvjetima nakon 6 mjeseci, formulacija N Form je postigla zadovoljavajuću zaštitu tretiranog zrna protiv sve tri ispitivane vrste kukaca, pri čemu je potpuno zaustavljen razvoj inicijalne populacije kukaca na kukuruзу (merkantilnom i hibridima OSSK 596 i OSSK 617), pšenici (sorta Anđelka) i ječmu (sorta Bingo). U odnosu na dijatomejsku zemlju SilicoSec®, formulacija N Form je gotovo u svim tretmanima (sortama, odnosno hibridima) u laboratorijskim uvjetima, imala jače i brže insekticidno djelovanje na sve tri vrste kukaca. Nakon 6 mjeseci u skladišnim uvjetima, formulacija N Form je imala podjednako djelovanje kao i DZ SilicoSec®, iako je u pojedinim tretmanima zabilježeno značajno jače djelovanje formulacije što je bilo vidljivo kroz manji ukupan broj razvijenog potomstva, te veći udio uginulih jedinki među razvijenim potomstvom. Nakon provedenog testa klijavosti sjemena tretiranog formulacijom N Form kod sorata pšenice nije utvrđen pad klijavosti u odnosu na netretirano sjeme, dok je kod sorata ječma, odnosno hibrida kukuruза, zabilježeno smanjenje energije klijanja i standardne klijavosti; i to kod sorata ječma od 2 do 8%, odnosno 1% do 7%, te kod hibrida kukuruза od 3%, odnosno od 1% do 4%. Formulacija N Form na pšenici i kukuruзу nije utjecala na smanjenje hektolitarske mase u odnosu na netretirano zrno, dok je kod ječma uočen blagi pad vrijednosti, ali bez statističke značajnosti. Prema dobivenim rezultatima i zaključcima proizašlih iz provedenog istraživanja, razvijena prirodna formulacija N Form postigla je zadovoljavajuću razinu djelotvornosti za najznačajnije vrste skladišnih kukaca, postigavši produženu zaštitu pšenice, ječma i kukuruза tijekom 6 mjeseci skladištenja, a istovremeno bez značajnijeg utjecaja na kvalitetu tretiranih žitarica. Istraživanje provedeno u okviru ovog doktorskog rada daje nove informacije o razumijevanju djelotvornosti prirodnih prašiva u zaštiti uskladištenih žitarica od skladišnih kukaca.

8. SUMMARY

Eco-friendly methods for protecting different species and varieties of cereals from storage pests

Stored-product insects pose a significant problem in the post-harvest process, causing substantial losses in stored agricultural products, amounting to 30% to 35% annually. The most common method of controlling storage pests is the use of synthetic insecticides. However, their prolonged and uncontrolled use has led to undesirable consequences we face today, such as soil, water, and air pollution, biodiversity loss, increasing resistance, and harm to non-target organisms and human health. One of the alternatives to synthetic insecticides is a natural dust known as diatomaceous earth (DE). Despite its significant advantages, certain limitations of DE have prevented its widespread use in the protection of large quantities of stored grains. To mitigate the downsides of DE, it can be combined with other natural insecticides.

Motivated by this, the conceptual aim of this research was to improve the commercial DE product SilicoSec® by supplementing it with plant-based substances (bay leaf powder, corn oil, and lavandin essential oil) and inert dust (silica gel). The goal was to create a natural formulation offering an optimal solution for the protection of both marketable and seed grain against major stored-product pests: the rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.), the lesser grain borer (*Rhyzopertha dominica* Fabricius), and the red flour beetle (*Tribolium castaneum* Herbst). The specific objectives of the research were: 1. To determine the insecticidal effect of the N Form formulation on the three insect species under controlled laboratory conditions, applied to treated marketable and seed wheat, barley, and corn; 2. To assess the influence of different wheat and barley varieties, and corn hybrids, on the efficacy of the N Form formulation; 3. To evaluate the efficacy of N Form against the three insect species under storage conditions after six months of grain storage (wheat, barley, and corn); 4. To compare the effectiveness of the N Form formulation to the commercial DE product SilicoSec®; 5. To assess the impact of the N Form formulation on the quality of marketable and seed grain by evaluating test weight and germination. The insecticidal efficacy of the N Form formulation was assessed through two types of studies. One part was conducted under laboratory conditions, monitoring insect mortality after 7 and 14 days of exposure to treated grain, as well as the formulation's

effect on the development of F1 progeny. The second part was conducted under storage conditions, with efficacy evaluated after 6 months. Following the determination of the lethal concentrations of the N Form formulation, a test was carried out to examine its effect on grain quality by evaluating test weight and germination.

According to the obtained results, the N Form formulation demonstrated significant insecticidal activity against all three insect species, achieving 100% mortality in almost all treatments on barley, corn, and wheat after 7 or 14 days of exposure. It also significantly reduced the progeny of all three insect species compared to control treatments. Differences were observed in efficacy across grain types and between varieties/hybrids. For all three insect species, the insecticidal efficacy of N Form was highest on barley, followed by corn, and lowest on wheat. Under storage conditions after six months, the N Form formulation provided satisfactory protection of treated grain against all three tested insect species. It completely suppressed the development of initial insect populations in corn (both marketable and hybrids OSSK 596 and OSSK 617), wheat (variety Anđelka), and barley (variety Bingo). Compared to DE SilicoSec®, the N Form formulation demonstrated stronger and faster insecticidal action in nearly all laboratory treatments (across varieties/hybrids) on all three insect species. After six months in storage, N Form had comparable efficacy to DE SilicoSec®. However, certain treatments showed significantly stronger effects, indicated by a lower total number of developed offspring and a higher proportion of dead individuals among the offspring. Following seed germination testing on seeds treated with N Form, no decrease in germination was found for wheat varieties compared to untreated seeds. However, for barley varieties and corn hybrids, a reduction in germination energy and standard germination was observed: in barley from 2% to 8% and 1% to 7%, and in corn hybrids from 3% and 1% to 4%, respectively. The N Form formulation on wheat and maize did not affect the reduction of hectoliter weight compared to untreated grain, whereas a slight decrease was observed in barley, however, it was not statistically significant. Based on the obtained results and conclusions of the conducted research, the developed natural N Form formulation achieved a satisfactory level of efficacy against the most significant stored-product insect species, providing long-term protection of wheat, barley, and corn during six months of storage, while having no major impact on the quality of treated grains. The research conducted within this doctoral study provides new insights into the efficacy of natural dust formulations in the protection of stored grain from storage pests.

ŽIVOTOPIS

Ivan Paponja, mag. ing. agr., rođen 18. rujna 1989. godine u Đakovu, državljanin je Republike Hrvatske. Materinji jezik mu je hrvatski, a aktivno govori engleski i njemački jezik.

Završio je Srednju strukovnu školu u Đakovu 2008. godine, nakon čega upisuje Poljoprivredni fakultet u Osijeku, smjer agroekonomika. Godine 2012. stječe akademski naziv sveučilišni prvostupnik inženjer agronomije. Iste godine upisuje diplomski studij smjera zaštita bilja, koji završava 2015. godine te stječe akademski naziv magistar inženjer bilinogojstva. Godine 2015. završava program pedagoško-psihološko-didaktičko-metodičke izobrazbe na Filozofskom fakultetu u Osijeku. Poslijediplomski doktorski studij poljoprivrednih znanosti smjer zaštita bilja, upisuje 2016. godine.

Stručno osposobljavanje u trajanju od godinu dana odrađuje u poduzeću AUSTRIA BIO GARANTIE d.o.o., gdje potom zasniva radni odnos i radi od 1. lipnja 2017. do 31. listopada 2017. godine. Od travnja 2018. do ožujka 2024. godine, zaposlen je kao tehnolog na OPG-u Petrović Radica, a nakon toga od svibnja do kolovoza 2024. Godine, u tvrtki AGRO HAHNE DOLEE d.o.o. Od 2024. godine zaposlen je kao tehnolog na OPG-u Sabo Barica, gdje i trenutno radi. U svibnju 2023. godine otvara vlastiti obrt za savjetovanje u poljoprivredi te stječe licencu ovlaštenog agronoma. Iste godine osniva i vlastiti OPG, na kojem uzgaja ratarske kulture primjenjujući načela integrirane zaštite bilja.

Aktivno provodi edukacije poljoprivrednika, s naglaskom na suvremenu i održivu poljoprivredu. Od 2020. do 2024. godine obnaša dužnost predsjednika udruge Poljoprivredni uzgajivači i proizvođači oraha, lijeske, jabučastog voća, agruma i koštičavog voća, gdje se ističe svojim stručnim i organizacijskim radom u sektoru voćarstva.

Do sada je u koautorstvu objavio 7 znanstvenih radova, od toga 3 znanstvena rada u časopisima indeksiranim u bazi Web of Science Core Collection, te 1 znanstveni rad u časopisu indeksiran u bazama Agricola, CAB Abstracts. Ima objavljenih 7 znanstvenih radova, te 3 sažetka u zbornicima međunarodnih skupova.

Posjeduje vozačku dozvolu B kategorije. Aktivno koristi računalo, Microsoft Office alate i internet, a osobito je zainteresiran za primjenu ekoloških i inovativnih metoda u poljoprivredi. Oženjen je i otac jedne kćeri.