



**BRENDA CAROLINA FREIRE BRAGA**

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS PARA *Spodoptera frugiperda* (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E *Tuta absoluta* (LEPIDOPTERA: GELECHIIDAE) E SELETIVIDADE PARA *Trichogramma pretiosum* (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

**LAVRAS – MG**

**2023**

**BRENDA CAROLINA FREIRE BRAGA**

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS PARA *Spodoptera frugiperda*  
(LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E *Tuta absoluta* (LEPIDOPTERA: GELECHIIDAE)  
E SELETIVIDADE PARA *Trichogramma pretiosum* (HYMENOPTERA:  
TRICHOGRAMMATIDAE)**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Entomologia para a obtenção do título de Doutor.

**Prof. Dr. Geraldo Andrade de Carvalho**

**Orientador**

**Prof. Dr. Dejane Santos Alves**

**Coorientadora**

**LAVRAS – MG**

**2023**

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

Braga, Brenda Carolina Freire.

Toxicidade de óleos essenciais para *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) e *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae) e seletividade para *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae) / Brenda Carolina Freire Braga. - 2023.

97 p. : il.

Orientador(a): Geraldo Andrade Carvalho.

Coorientador(a): Dejjane Santos Alves.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2023.

Bibliografia.

1. Óleos essenciais. 2. Controle de pragas. 3. Toxicidade. I. Carvalho, Geraldo Andrade. II. Alves, Dejjane Santos. III. Título.

**BRENDA CAROLINA FREIRE BRAGA**

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS PARA *Spodoptera frugiperda*  
(LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E *Tuta absoluta* (LEPIDOPTERA: GELECHIIDAE)  
E SELETIVIDADE PARA *Trichogramma pretiosum* (HYMENOPTERA:  
TRICHOGRAMMATIDAE)**

**TOXICITY OF ESSENTIAL OILS AGAINST *Spodoptera frugiperda* (LEPIDOPTERA:  
NOCTUIDAE) AND *Tuta absoluta* (LEPIDOPTERA: GELECHIIDAE) AND THEIR  
SELECTIVITY FORZ *Trichogramma pretiosum* (HYMENOPTERA:  
TRICHOGRAMMATIDAE)**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Entomologia para a obtenção do título de Doutor.

APROVADA em 30 de janeiro de 2023.

Banca examinadora:

Dra. Shaiene Moreno Gouvêa - IFRJ : Campus Pinheiral

Dr. Bruno Henrique Sardinha de Souza - UFLA

Dr. Leandro do Prado Ribeiro - EPAGRI

Dr. Claubert Wagner Guimarães de Menezes - IFNMG: Campus Januária

**Prof. Dr. Geraldo Andrade de Carvalho**

**Orientador**

**Prof. Dr. Deiane Santos Alves**

**Coorientadora**

**LAVRAS – MG**

**2023**

*Aos meus pais Angeli e Messias, pelo amor, apoio e pela generosidade, e*

*ao meu marido Régys e ao meu filho Gabriel pelo amor, força e motivação,  
**DEDICO.***

## AGRADECIMENTOS

À Deus pela minha vida, saúde e proteção durante o caminho.

À Universidade Federal de Lavras, ao DEN/ESAL/UFLA e à CAPES, pelo apoio financeiro e infraestrutura.

Ao meu orientador Geraldo Carvalho, pela amizade, apoio, pelos conselhos e suporte profissional e emocional; por estar sempre disposto a ajudar em qualquer circunstância dentro e fora da UFLA e por todo conhecimento compartilhado.

À minha coorientadora DeJane, pelo suporte e pelas experiências compartilhadas.

Aos meus pais Angeli e Messias e ao meu irmão Bruno por serem a minha base e companhia da vida toda; por apoiar meus sonhos e me ajudar em todos os aspectos da minha vida, em especial pela presença e carinho com meu filho amado Gabriel.

Aos meus sobrinhos Leonardo e Rafael pela alegria, amor e companhia aos fins de semana.

Ao meu marido Régys pelo apoio, carinho e compreensão; pelas alegrias e suporte nos momentos desafiadores.

Ao meu filho Gabriel por ser a força e incentivo na reta final do processo; por alegrar meus dias com seu jeito intenso e feliz e por me apresentar uma nova perspectiva da vida.

À minha família que sempre me apoia e não mede esforços em me ajudar, especial à minha avó Carmen e primas-irmãs Luiza e Camila.

À família do meu marido, em especial, à minha sogra Nair, cunhada Amanda, avó Zuleica e sogros Odair e Amarildo pelos momentos de descontração e amizade.

Aos meus amigos pela força, amizade, alegrias e suporte emocional, em especial a Lays, Andreísa, Ana Paula e Josélia.

Aos meus amigos e parceiros que passaram pelo Laboratório de Ecotoxicologia e Manejo Integrado de Pragas – LEMIP, pela motivação, inspiração, humor e disposição em ajudar.

À equipe do Departamento de Entomologia, dentre eles, os professores, secretárias, alunos, técnicos e pessoal de serviços gerais. Todo o apoio e suporte foram essenciais.

## RESUMO GERAL

*Tuta absoluta* (Meyrick, 1971) (Lepidoptera: Gelechiidae) e *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuide) são importantes artrópodes-praga causadores de grandes perdas econômicas em diferentes culturas agrícolas. Esses insetos apresentam rápida dispersão, difícil controle e resistência aos principais inseticidas sintéticos. Desta forma, pesquisas com óleos essenciais (OEs) são importantes para o desenvolvimento de novos inseticidas. Objetivou-se avaliar a atividade inseticida dos OEs e dos compostos majoritários de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare* var. *dulce* (Apiaceae) para *S. frugiperda* e a seletividade fisiológica para o inimigo natural *Trichogramma pretiosum* Riley 1879 (Hymenoptera: Trichogrammatidae). Além disso, no segundo artigo foi avaliado os efeitos dos OEs de *Melaleuca alternifolia* (Myrtaceae) e *Eucalyptus staigeriana* (Myrtaceae) para *T. absoluta*. Os OEs e os compostos majoritários foram solubilizados em acetona e aplicados no dorso das lagartas por meio de microseringa. Os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* foram tóxicos para *S. frugiperda*. Especificamente, foi observado efeito negativo na duração da fase larval, fecundidade e nos parâmetros demográficos da tabela de vida. Por meio de análises cromatográficas verificou-se seis compostos em *E. caryophyllus*, sendo que os majoritários foram eugenol (76,2%) e (E)-cariofileno (19,9%). *F. vulgare* var. *dulce* apresentou 11 constituintes, sendo (E)-anetol o mais abundante e responsável pela atividade inseticida para *S. frugiperda*. Apenas o OE e os majoritários de *E. caryophyllus* causaram toxicidade ao inimigo natural. O OE de *F. vulgare* var. *dulce* e o majoritário (E)-Anetol foram seletivos para *T. pretiosum* no período de ovo-larva e na fase de pupa. Com relação aos resultados obtidos no segundo artigo, os OEs de *M. alternifolia* (DL<sub>50</sub> = 76,5 µg/lagarta) e *E. staigeriana* (DL<sub>50</sub> = 78,5 µg/lagarta) foram tóxicos para *T. absoluta* em aplicação tópica. As duas espécies de plantas afetaram negativamente a duração da fase de pupa, a longevidade dos adultos, a taxa intrínseca de aumento, a taxa finita de aumento e a taxa reprodutiva líquida de *T. absoluta*. Os OEs foram submetidos à análise cromatográfica. *M. alternifolia* contém 19 compostos, sendo os majoritários 4-terpineol (42,2 %), γ-terpineno (22,1%) e α-terpineno (10,4%). Enquanto que a espécie *E. staigeriana* apresentou 25 constituintes, sendo limoneno (27,3%), geranial (13,8%) e neral (9,9%) os compostos majoritários. Os resultados obtidos demonstram o potencial inseticida dos OEs e majoritários visando ao controle de *S. frugiperda* e *T. absoluta* e novos estudos devem ser realizados sobre inimigos naturais.

**Palavras-chave:** Lagartas. Parasitoide. Poaceae. Solanáceas. Produtos botânicos. Controle. Toxicidade.

## GENERAL ABSTRACT

*Tuta absoluta* (Meyrick, 1971) (Lepidoptera: Gelechiidae) and *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) are important arthropod pests which cause great losses in different agricultural crops. These insects present rapid dispersal, difficult control and resistance to the main synthetic insecticides. In this way, researchers with essential oils (EO) are important for the development of new insecticides. The objective was to evaluate the insecticidal activity of the EO and the major compounds of *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) and *Foeniculum vulgare* var. *dulce* (Apiaceae) against *S. frugiperda* and the physiological selectivity for the natural enemy *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae). In addition, in the second manuscript, the effects of the EOs of *Melaleuca alternifolia* (Myrtaceae) e *Eucalyptus staigeriana* (Myrtaceae) were evaluated against *T. absoluta*. The EO and major compounds were solubilized in acetone and applied to the back of the caterpillars using a microsyringe. The EO of *E. caryophyllus* and *F. vulgare* were toxic to *S. frugiperda*. Specifically, a negative effect was observed on the duration of the larval stage, fecundity and on the demographic parameters of the life table of *S. frugiperda*. Through chromatographic analysis was verified six compounds in *E. caryophyllus*, the major ones being eugenol (76.2%) and (E)-caryophyllene (19.9%). *F. vulgare* var. *dulce* showed 11 constituents, being (E)-anethole the most abundant and responsible for the insecticidal activity for *S. frugiperda*. Only the EO and the majorities of *E. caryophyllus* caused toxicity to the natural enemy. The EO of *F. vulgare* var. *dulce* and the major (E)-anethole were selective for *T. pretiosum* in the egg-larva period and in the pupal stage. Regarding the results obtained in the second manuscript, the EO of *M. alternifolia* (LD<sub>50</sub> = 76.5 µg/caterpillar) and *E. staigeriana* (LD<sub>50</sub> = 78.5 µg/caterpillar) were toxic to *T. absoluta* in topical application. The two plant species affected the duration of the pupal stage, longevity, the intrinsic rate of increase, the finite rate of increase and the net reproductive rate of *T. absoluta*. The EO were submitted to chromatographic analysis. *M. alternifolia* contained 19 compounds, the major ones being 4-terpineol (42.2%), γ-terpinene (22.1%) and α-terpinene (10.4%). While the species *E. staigeriana* had 25 constituents, with limonene (27.3%), geranial (13.8%) and neral (9.9%) being the majority compounds. The obtained results demonstrate the insecticidal potential of the EO and majorities aiming at the control of *S. frugiperda* and *T. absoluta*.

**Keywords:** Caterpillars. Parasitoid. Poaceae. Solanaceous. Botanicals products. Control. Toxicity.

## SUMÁRIO

### PRIMEIRA PARTE

INTRODUÇÃO GERAL .....	11
REFERÊNCIAS.....	14
SEGUNDA PARTE: ARTIGOS .....	18
ARTIGO I.....	19
Resumo.....	21
Abstract .....	22
1.Introdução .....	23
2. Material e Métodos .....	25
2.1. Material biológico e condições ambientais .....	25
2.2. OEs e caracterização química .....	25
2.3. Toxicidade aguda dos OEs para <i>S. frugiperda</i> via aplicação tópica .....	26
2.4. Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta .....	26
2.5. Efeitos dos compostos majoritários dos OEs sobre <i>S. frugiperda</i> .....	27
2.6. Efeitos de doses subletais dos OEs nos parâmetros de história de vida de <i>S. frugiperda</i> .....	27
2.7. Seletividade fisiológica dos OEs e do composto majoritário (E)-Anetol para <i>T. pretiosum</i> .....	28
2.7.1. Procedimentos gerais.....	28
2.7.2. Seletividade dos OEs e de (E)-Anetol para fêmeas adultas de <i>T. pretiosum</i> ....	28
2.7.3. Seletividade dos OEs e de (E)-Anetol para <i>T. pretiosum</i> em sua fase imatura	29
2.8. Análise dos dados obtidos.....	29
3. Resultados.....	31
3.1. Caracterização química CG e CG-MS dos OEs.....	31
3.2. Toxicidade aguda dos OEs para <i>S. frugiperda</i> via aplicação tópica .....	31
3.3. Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta .....	31
3.4. Efeitos dos compostos majoritários dos OEs sobre <i>S. frugiperda</i> .....	32
3.5. Efeitos de doses subletais dos OEs nos parâmetros de história de vida de <i>S. frugiperda</i> .....	32
3.6. Seletividade dos OEs e (E)-Anetol para fêmeas adultas de <i>T. pretiosum</i> .....	33
3.7. Seletividade dos OEs e (E)-Anetol para <i>T. pretiosum</i> em sua fase imatura .....	34

4. Discussão.....	34
5. Conclusão.....	38
6. Referências .....	38
7. Legendas das figuras .....	49
ARTIGO II.....	62
Resumo.....	64
Abstract .....	65
1. Introdução .....	66
2. Material e métodos .....	68
2.1 Material biológico e condições experimentais .....	68
2.2 Obtenção dos OEs e caracterização química.....	68
2.3 Toxicidade aguda dos OEs para <i>T. absoluta</i> em ensaio de aplicação tópica .....	69
2.4 Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta de OEs para <i>T. absoluta</i> .....	70
2.5 Efeitos de doses subletais de OEs nos parâmetros de história de vida de <i>T. absoluta</i> .....	70
2.6 Análises estatísticas .....	71
3. Resultados.....	72
3.1. Caracterização química dos OEs.....	72
3.2. Toxicidade aguda dos OEs para <i>T. absoluta</i> em ensaio de aplicação tópica .....	72
3.3. Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta de OEs para <i>T. absoluta</i> .....	72
3.4. Efeitos de doses subletais de OEs nos parâmetros de história de vida de <i>T. absoluta</i> .....	73
4. Discussão.....	74
5. Conclusão.....	77
6. Referências .....	78
7. Legenda das Figuras.....	85
CONSIDERAÇÃO FINAIS.....	96

## **PRIMEIRA PARTE**

## INTRODUÇÃO GERAL

A produção mundial de alimentos é afetada anualmente pelo ataque de inúmeros insetos-praga. Dentre eles, algumas espécies destacam-se, como a lagarta-do-cartucho do milho *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) e a traça-do-tomateiro *Tuta absoluta* (Meyrick, 1917) (Lepidoptera: Gelechiidae). *Spodoptera frugiperda* é considerada praga-chave na região das Américas pela capacidade em reduzir a produtividade da cultura do milho (CRUZ, 1995; EARLY *et al.*, 2018), podendo alimentar-se de mais de 350 espécies de plantas hospedeiras (GUO *et al.*, 2022; MONTEZANO *et al.*, 2018; RWOMUSHANA, 2019). Além disso, o hábito migratório, a capacidade de suportar condições ambientais extremas por longos períodos e a grande capacidade reprodutiva, são características que favorecem o alto poder destrutivo dessa espécie (DESNEUX *et al.*, 2011; HORIKOSHI *et al.*, 2021; LO PINTO; VELLA; AGRÒ, 2022).

A traça-do-tomateiro é uma importante praga de solanáceas e uma grande ameaça à produção mundial de tomate (BIONDI *et al.*, 2018; DESNEUX *et al.*, 2010, 2021). Esse lepidóptero-praga tem de 10-12 gerações por ano (NOZAD-BONAB *et al.*, 2021), alta capacidade reprodutiva e curto tempo de geração (BIONDI *et al.*, 2018; DESNEUX *et al.*, 2010; GUEDES; PICANÇO, 2012), e pode ocasionar perdas de até 100% de produção (BIRATU, 2018), devido as lagartas se alimentarem de folhas, flores, caules e frutos de tomate (DESNEUX *et al.*, 2010, 2011; YADAV *et al.*, 2022).

O controle dessas importantes pragas em sistemas agrícolas convencionais é realizado principalmente pelo uso de inseticidas químicos sintéticos (GUEDES *et al.*, 2019; KUMAR *et al.*, 2022; YADAV *et al.*, 2022). No entanto, existem inúmeros relatos de populações de *S. frugiperda* ou *T. absoluta* resistentes a diversos inseticidas (GUEDES *et al.*, 2019; HADDI *et al.*, 2017; HADDI *et al.*, 2012; LIRA *et al.*, 2020; OKUMA *et al.*, 2018; OMOTO *et al.*, 2016; VAN DEN BERG; DU PLESSIS, 2022). Além disso, a utilização inadequada desses compostos causa contaminação do ambiente, impacto negativo em inimigos naturais e polinizadores, resíduos nos agroecossistemas, ressurgimento de pragas secundárias e seleção de populações de pragas resistentes (CARNEIRO *et al.*, 2022; SERRÃO *et al.*, 2022; SILVA *et al.*, 2022).

A seleção de populações de pragas resistentes aos principais inseticidas sintéticos utilizados demonstra a necessidade do desenvolvimento de novos produtos visando ao

manejo das diferentes pragas agrícolas. Os inseticidas botânicos têm recebido grande atenção devido à sua origem natural e à grande variedade de metabólitos secundários que as plantas apresentam (ACHEUK *et al.*, 2022; KEDIA *et al.*, 2015; VILLAFANE *et al.*, 2011). Os metabólitos secundários de plantas são considerados promissores no controle de artrópodes-praga (SOMBRA *et al.*, 2020); entre eles, os óleos essenciais (OEs) têm recebido grande atenção em função de seus efeitos letal e subletais sobre pragas (DEVRNJA; MILUTINOVIĆ; SAVIĆ, 2022; GIUNTI *et al.*, 2022; WALIA *et al.*, 2017).

OEs são compostos que podem reduzir o risco para a seleção de populações de pragas resistentes por causa de sua complexa composição química, que pode influenciar sua performance em função dos diferentes sítios que atuam no corpo do organismo alvo e também porque são capazes de provocar efeitos negativos nos artrópodes pragas em diferentes estágios de desenvolvimento (ACHEUK *et al.*, 2022; CHAUDHARI *et al.*, 2021). Em adição, essas substâncias são rapidamente degradadas na natureza, sendo assim, os OEs são geralmente considerados seguros para o ambiente e para a saúde humana (GIUNTI *et al.*, 2022; ISMAN, 2006; PAVELA, 2016). Apesar dessas informações existentes, são necessárias pesquisas que busquem avaliar não somente o impacto dos OEs sobre as pragas, mas também sobre os inimigos naturais, como exemplo a espécie *Trichogramma pretiosum* (Riley, 1879) (Hymenoptera: Trichogrammatidae), importante parasitoide de ovos de pragas que acometem diversas culturas no Brasil como milho, tomate, soja e brássicas (OLIVEIRA *et al.*, 2019; OLIVEIRA; RUAN, *et al.*, 2020; RAKES *et al.*, 2021). Além disso, *T. pretiosum* é utilizado no controle biológico de pragas em mais de 15 milhões de hectares no mundo (PONCE *et al.*, 2022) e contribui para a redução da pressão de seleção de populações de insetos, uma vez que é capaz de parasitar hospedeiros resistentes ou não aos pesticidas, permitindo assim a preservação da eficácia de moléculas inseticidas (PONCE *et al.*, 2022; VAN LENTEREN *et al.*, 2018).

Dentre as famílias botânicas produtoras de OEs de interesse, se destacam as Myrtaceae e Apiaceae, visto que incluem plantas aromáticas que estão sendo exploradas para a produção de agroquímicos, em função de que apresentam atividades antialimentar, repelência, inseticida, fumigante e toxicidade de contato e ingestão para muitas espécies de insetos-praga (EBADOLLAHI, 2013; DONNELL *et al.*, 2016; NEGAHBAN; MOHARRAMIPOUR; SEFIDKON, 2006). Sendo assim, o objetivo do presente trabalho foi

avaliar o potencial inseticida dos OEs de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare var. dulce* (Apiaceae), e de seus compostos majoritários (E)-Anetol e cariofileno) para o controle de *S. frugiperda* e sua seletividade fisiológica para o parasitoide de ovos *T. pretiosum*, e dos OEs das mirtáceas *Melaleuca alternifolia* e *Eucalyptus staigeriana* para *T. absoluta*.

## REFERÊNCIAS

- ACHEUK, Fatma *et al.* Status and prospects of botanical biopesticides in Europe and Mediterranean countries. *Biomolecules*, v.12, n.2, 2022.
- BIONDI, Antonio *et al.* Ecology, worldwide spread, and management of the invasive South American tomato pinworm, *Tuta absoluta*: past, present, and future. *Annual review of Entomology*, v.63, p.239–258, 2018.
- BIRATU, Wakuma. Review on the effect of climate change on tomato (*Solanum lycopersicon*) production in Africa and mitigation strategies. *Journal of Natural Sciences Research*, v.8, n.5, p.2225–2921, 2018.
- CARNEIRO, Lenise Silva *et al.* Acute oral exposure to imidacloprid induces apoptosis and autophagy in the midgut of honey bee *Apis mellifera* workers. *Science of The Total Environment*, v.815, 2022.
- CHAUDHARI, Anand Kumar *et al.* Essential oils and their bioactive compounds as eco-friendly novel green pesticides for management of storage insect pests: prospects and retrospects. *Environmental Science and Pollution Research*, v.28, n.15, 2021.
- CRUZ, Ivan. A lagarta-do-cartucho na cultura do milho. *Embrapa Milho e Sorgo-Circular Técnica (INFOTECA-E)*, 1995.
- DESNEUX, Nicolas *et al.* Biological invasion of European tomato crops by *Tuta absoluta*: ecology, geographic expansion and prospects for biological control. *Journal of Pest Science*, v.83, n.3, p.197–215, 2010.
- DESNEUX, Nicolas *et al.* Integrated pest management of *Tuta absoluta*: practical implementations across different world regions. *Journal of Pest Science*, 95: 17–39, 2021.
- DESNEUX, Nicolas *et al.* The invasive South American tomato pinworm, *Tuta absoluta*, continues to spread in Afro-Eurasia and beyond: the new threat to tomato world production. *Journal of Pest Science*, v.84, n.4, p.403–408, 2011.
- DEVARNJA, Nina; MILUTINOVIĆ, Milica; SAVIĆ, Jelena. When scent becomes a weapon—plant essential oils as potent bioinsecticides. *Sustainability*, v.14, n.11, 2022.
- EARLY, Regan *et al.* Forecasting the global extent of invasion of the cereal pest *Spodoptera frugiperda*, the fall armyworm. *NeoBiota*, v.40, p.25–50, 2018.
- EBADOLLAHI, Asgar. Essential oils isolated from Myrtaceae family as natural insecticides. *Annual Research & Review in Biology*, v. 3, p.148–175, 2013.

GIUNTI, Giulia *et al.* Non-target effects of essential oil-based biopesticides for crop protection: Impact on natural enemies, pollinators, and soil invertebrates. *Biological Control*, v.176, 2022.

GUEDES, R N C *et al.* Insecticide resistance in the tomato pinworm *Tuta absoluta*: patterns, spread, mechanisms, management and outlook. *Journal of Pest Science*, v.92, n.4, p. 1329–1342, 2019.

GUEDES, R N C; PIKANÇO, M C. The tomato borer *Tuta absoluta* in South America: pest status, management and insecticide resistance. *EPPO Bulletin*, v.42, n.2, p.211–216, 2012.

GUO, Zhimin *et al.* Insecticide susceptibility and mechanism of *Spodoptera frugiperda* on different host plants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.70, n.36, p. 11367–11376, 2022.

HADDI, Khalid *et al.* Mutation in the ace-1 gene of the tomato leaf miner (*Tuta absoluta*) associated with organophosphates resistance. *Journal of Applied Entomology*, v.141, n.8, p.612–619, 2017.

HADDI, Khalid *et al.* Identification of mutations associated with pyrethroid resistance in the voltage-gated sodium channel of the tomato leaf miner (*Tuta absoluta*). *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, v.42, n.7, p.506–513, 2012.

HORIKOSHI, Renato J *et al.* A new generation of Bt maize for control of fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*). *Pest Management Science*, v.77, n.8, p.3727–3736, 2021.

ISMAN, Murray B. Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual Review Entomological*, v.51, p.45–66, 2006.

KEDIA, Akash *et al.* Botanicals as eco friendly biorational alternatives of synthetic pesticides against *Callosobruchus* spp. (Coleoptera: Bruchidae)—a review. *Journal of Food Science and Technology*, v.52, n.3, p.1239–1257, 2015.

KUMAR, Revappa M *et al.* Sustainable management of invasive fall armyworm, *Spodoptera frugiperda*. *Agronomy*, v.12, n.9, 2022.

LIRA, Ewerton C *et al.* Resistance of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) to spinetoram: inheritance and cross-resistance to spinosad. *Pest Management Science*, v.76, n.8, p.2674–2680, 2020.

LO PINTO, Mirella; VELLA, Leandro; AGRÒ, Alfonso. Oviposition deterrence and repellent activities of selected essential oils against *Tuta absoluta* Meyrick (Lepidoptera: Gelechiidae): laboratory and greenhouse investigations. *International Journal of Tropical Insect Science*, v.42, n.5, p.3455–3464, 2022.

MC DONNELL, Rory *et al.* Can essential oils be used as novel drench treatments for the eggs and juveniles of the pest snail *Cornu aspersum* in potted plants? *Journal of Pest Science*, v.89, n.2, p.549–555, 2016.

MONTEZANO, Débora G *et al.* Host plants of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in the Americas. *African Entomology*, v.26, n.2, p.286–300, 2018.

NEGAHBAN, Maiyam; MOHARRAMIPOUR, Saeid; SEFIDKON, Fatemeh. Insecticidal activity and chemical composition of *Artemisia sieben* besser essential oil from Karaj, Iran. *Journal of Asia-Pacific Entomology*, v.9, n.1, p.61–66, 2006.

NOZAD-BONAB, Zahra *et al.* Lethal and sublethal effects of synthetic and bio-insecticides on *Trichogramma brassicae* parasitizing *Tuta absoluta*. *Plos One*, v.16, n.7, p. e0243334, 2021.

OKUMA, Daniela M *et al.* Inheritance and fitness costs of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) resistance to spinosad in Brazil. *Pest Management Science*, v.74, n.6, p.1441–1448, 2018.

OLIVEIRA, R C M *et al.* Natural parasitism of *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae) in *Neoleucinodes elegantalis* (Lepidoptera: Crambidae) eggs on tomato (Solanales: Solanaceae) in the Northeast region, Brazil. *Brazilian Journal of Biology*, v.80, p.474–475, 2019.

OLIVEIRA, Ruan Carlos M *et al.* Dispersal of *Trichogramma pretiosum* Riley, 1879 (Hymenoptera: Trichogrammatidae) in cabbage, cucumber, and sweet corn. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, v.92, 2020.

OMOTO, Celso *et al.* Field-evolved resistance to Cry1Ab maize by *Spodoptera frugiperda* in Brazil. *Pest Management Science*, v.72, n.9, p.1727–1736, 2016.

PAVELA, Roman. History, presence and perspective of using plant extracts as commercial botanical insecticides and farm products for protection against insects—a review. *Plant Protection Science*, v.52, n.4, p.229–241, 2016.

PONCE, Franciely da Silva *et al.* Cost and profitability of biological control of *Plutella xylostella* L. (Lepidoptera: Plutellidae) using *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae) in kale and cabbage growth. *SSRN Electronic Journal*, 10 jul. 2022. Disponível em: <<https://papers.ssrn.com/abstract=4157421>>. Acesso em: 5 jan. 2023.

RAKES, Matheus *et al.* Pesticide selectivity to the parasitoid *Trichogramma pretiosum*: A pattern 10-year database and its implications for Integrated Pest Management. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, v.208, p.111504, 2021.

RWOMUSHANA, Ivan. *Spodoptera frugiperda* (fall armyworm). *Invasive species compendium*, n. 29810, 2019.

SERRÃO, José Eduardo *et al.* Side-effects of pesticides on non-target insects in agriculture: a mini-review. *The Science of Nature*, v.109, n.2, p. 1–11, 2022.

SILVA, Wanderson Rosa *et al.* Lethal and sublethal effects of insecticides used in the management of *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) on the predator *Cycloneda sanguinea* L. (Coleoptera: Coccinellidae). *Pest Management Science*, v.78, n.10, p.4397–4406, 2022.

SOMBRA, Kássio E S *et al.* Potential pesticide of three essential oils against *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). *Chilean Journal of Agricultural Research*, v.80, n.4, p.617–628, 2020.

VAN DEN BERG, Johnnie; DU PLESSIS, Hannalene. Chemical control and insecticide resistance in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Journal of Economic Entomology*, v.115, n.6, p.1761–1771, 2022.

VAN LENTEREN, Joop C *et al.* Biological control using invertebrates and microorganisms: plenty of new opportunities. *BioControl*, v.63, n.1, p.39–59, 2018.

VILLAFANE, Emilio *et al.* Toxic effects of *Citrus aurantium* and *C. limon* essential oils on *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Natural Product Communications*, v.6, n.9, p. 1934578X1100600941, 2011.

WALIA, Suresh *et al.* Phytochemical biopesticides: some recent developments. *Phytochemistry Reviews*, v.16, n.5, p.989–1007, 2017.

YADAV, Shubh Pravat Singh *et al.* A review on ecology, biology, and management of a detrimental pest, *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae). *Journal of Agriculture and Applied Biology*, v.3, n.2, p.77–96, 2022.

**SEGUNDA PARTE: ARTIGOS**

**ARTIGO I**

**Atividade inseticida dos óleos essenciais de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare var. dulce* (Apiaceae) e de seus compostos majoritários para *Spodoptera frugiperda* e seletividade fisiológica para *Trichogramma pretiosum***

**Versão preliminar preparada de acordo com a revista Journal of pest Science**

**Atividade inseticida dos óleos essenciais de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare var. dulce* (Apiaceae) e de seus compostos majoritários para *Spodoptera frugiperda* e seletividade fisiológica para *Trichogramma pretiosum***

**Brenda Carolina Freire Braga<sup>1</sup>; Andréisa Fabri Lima<sup>1</sup>; Denilson Ferreira de Oliveira<sup>2</sup>; DeJane Santos Alves<sup>3</sup>; Geraldo Andrade Carvalho<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Lavras - UFLA. Departamento de Entomologia - UFLA, Caixa Postal 3037, CEP 37200-900 Lavras, MG, Brasil. Autores correspondentes: brendafreiebraga@gmail.com, (35)992201032 e gacarval@ufla.br, (35)988179756

<sup>2</sup>Universidade Federal de Lavras – UFLA. Departamento de Química, Universidade Federal de Lavras, Caixa Postal 3037, Lavras, MG, CEP 37200- 000, Brasil.

<sup>3</sup>Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Santa Helena, Prolongamento da Rua Cerejeira, s/n, 85892-000, Bairro São Luiz, Santa Helena, PR, Brasil

### Resumo

*Spodoptera frugiperda* (Smith) (Lepidoptera: Noctuide) pode causar grandes perdas econômicas em várias culturas de importância agrícola. Para seu controle tem sido realizadas múltiplas aplicações de inseticidas químicos sintéticos e o uso não adequado de plantas geneticamente modificadas que tem promovido a seleção de populações resistentes. Avaliou-se a atividade inseticida dos óleos essenciais (OEs) de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare* var. *dulce* (Apiaceae) e de seus compostos majoritários para esse noctuídeo e, adicionalmente, a seletividade fisiológica para *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae). Os OEs e os compostos majoritários foram solubilizados em acetona e aplicados no dorso das lagartas por meio de microsseringa. Os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* foram tóxicos para *S. frugiperda*. Por meio de análises cromatográficas verificou-se que os compostos majoritários do OE de *E. caryophyllus* foram eugenol (76,2%) e (E)-cariofileno (19,9%). Enquanto que para o OE de *F. vulgare* var. *dulce* o (E)-Anetol foi o composto mais abundante e responsável pela atividade inseticida para *S. frugiperda*. Os OEs afetaram negativamente a duração da fase larval e fecundidade, e também parâmetros demográficos de tabela de vida da praga. O OE de *E. caryophyllus* foi tóxico para *T. pretiosum*, enquanto o de *F. vulgare* var. *dulce* e seu majoritário (E)-Anetol foram inofensivos para o parasitoide no período de ovo-larva e na fase de pupa. Os OEs apresentam potencial para controle de *S. frugiperda*, sendo que o de *F. vulgare* var. *dulce* e seu majoritário (E)-Anetol apresentam seletividade fisiológica para *T. pretiosum* em sua fase imatura.

**Palavras-chave:** *Zea mays*. Lagarta-do-cartucho. Parasitoide. Inseticidas botânicos. Manejo. Seletividade

### Abstract

*Spodoptera frugiperda* (Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) causes major losses in several crops of agricultural importance. Control is carried out with multiple applications of synthetic chemical insecticides and the use of genetically modified plants. However, the incorrect use of both forms of control has led to the selection of insects resistant. Thus, the objective of this study was to evaluate the insecticidal activity of essential oils (EO) and major compounds of *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare* var. *dulce* (Apiaceae) as an alternative to control *S. frugiperda*. Additionally, the physiological selectivity for *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae) was evaluated. The EO and major compounds were solubilized in acetone and applied to the back of the caterpillars using a microsyringe. EO of *E. caryophyllus* and *F. vulgare* caused toxicity to *S. frugiperda*. Chromatographic analysis revealed that the major compounds of *E. caryophyllus* were eugenol (76.2%) and (E)-caryophyllene (19.9%). While the compound (E)-Anethole was the most abundant and responsible for the insecticidal activity of *F. vulgare*. The EO negatively affected the duration of the larval stage and fecundity, and also demographic parameters of the life table of *S. frugiperda*. Regarding the effects on the natural enemy, EO of *E. caryophyllus* was toxic to *T. pretiosum*, while *F. vulgare* var. *dulce* and (E)-Anethole were harmless to the parasitoid in the egg-larvae period and in the pupal stage. The EO has the potential to control *S. frugiperda*. *F. vulgare* var. *dulce* and the major (E)-Anethole stood out due to the physiological selectivity for the immature phase of *T. pretiosum*.

**Keywords:** *Zea mays*; Fall armyworm. Botanical insecticides. Parasitoid. Management. Selectivity

## 1. Introdução

A lagarta-do-cartucho *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) é um importante lepidóptero-praga que pode causar danos a mais de 300 espécies de plantas, principalmente àquelas pertencentes às famílias Poaceae, Asteraceae e Fabaceae (Montezano et al. 2018). É considerada uma das principais pragas que acometem importantes *commodities* agrícolas nas Américas (Ashley et al. 1989; FAO 2018; Guo et al. 2022) e já foi encontrada nos continentes Africano, Asiático e na região mediterrânea da Europa (Goergen et al. 2016; Li et al. 2020; Tay et al. 2022; EPPO 2023).

O método químico tem sido uma das principais formas de controle de *S. frugiperda*, mas devido à plasticidade genética da praga, alta fecundidade e principalmente à intensa pressão de seleção que é submetida, tem ocorrido a seleção de populações resistentes desse noctuídeo aos principais inseticidas sintéticos aplicados para seu controle (Lira et al. 2020; Zhao et al. 2020; Muraro et al. 2022). Além disso, o uso inadequado de inseticidas pode reduzir populações de inimigos naturais, além de aumentar os riscos de contaminação ambiental. Outro método de controle comumente usado são as plantas geneticamente modificadas, todavia devido ao uso inadequado relatos de seleção de populações resistentes são recorrentes (Chandrasena et al. 2018; Amaral et al. 2020; Yang et al. 2022).

A busca por novas moléculas, com menor risco ambiental, está sendo cada vez mais acentuada, e neste contexto, os óleos essenciais (OEs) de plantas estão sendo cada mais vez explorados visando ao controle dessa praga (Sombra et al. 2020; Lucia and Guzmán 2021; Giunti et al. 2022). Os OEs constituem-se numa fonte abundante de substâncias bioativas e geralmente possuem baixa permanência no solo, baixa contaminação ao ambiente, podem ser seletivos aos inimigos naturais e apresentam diferentes mecanismos de ação, o que pode retardar a seleção de populações de organismos resistentes (Tangtrakulwanich e Reddy 2014; Tembo et al. 2018; Chaudhari et al. 2021). Os metabólitos secundários presentes nos OEs podem atuar como mecanismos de defesa contra insetos herbívoros (Isman et al. 2011; Buentello-Wong et al. 2016; Walia et al. 2017). Em consequência, os OEs podem causar toxicidade aguda, repelência e/ou atração, paralização da alimentação e de oviposição do inseto (Nerio et al. 2010; Isman et al. 2011; Jang et al. 2017). Como resultado de inúmeras pesquisas nesta área, houve nos últimos anos um aumento significativo na comercialização de

inseticidas à base de OEs de plantas na América do Norte e Europa, e uma expansão no mercado na América Latina (Isman 2020; Acheuk et al. 2022).

Os OEs são encontrados em abundância em plantas aromáticas. Aquelas pertencentes à família Myrtaceae (WFO 2022) estão ganhando crescente interesse em programas de manejo integrado de pragas (MIP), com destaque para a espécie *Eugenia caryophyllus* Tumb (Myrtaceae), devido aos efeitos provocados como ação ovicida, larvicida e adulticida; atividade repelente; toxicidade fumigante e de contato (Ebadollahi 2013; Buentello-Wong et al. 2016; Matos et al. 2020). Outra família relevante é a Apiaceae que inclui plantas aromáticas contendo importantes OEs que podem ser explorados de diferentes formas, como por exemplo, no desenvolvimento de inseticidas botânicos (Spinozzi et al. 2021; Kavallieratos et al. 2022; Thiviya et al. 2022). Os OEs de plantas dessa família apresentam eficiente ação inseticida contra um grande número de espécies de insetos agrícolas (Pavela et al. 2017; Piri et al. 2020; Spinozzi et al. 2021). A espécie *Foeniculum vulgare var. dulce* (Apiaceae) se destaca devido a seus constituintes químicos serem efetivos contra insetos (Zoubiri et al. 2014; Pavela 2016, 2018). No entanto, estudos que avaliaram o potencial dos OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare var. dulce* no controle de *S. frugiperda* são escassos.

Dentre os inimigos naturais de *S. frugiperda*, a espécie *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae) contribui para a regulação dessa praga em condições naturais, e também é o parasitoide mais comercializado para o controle da lagarta-do-cartucho no Brasil (Parra e Coelho Jr 2022). Essa espécie é capaz de reduzir a população desse noctuídeo em lavouras de milho em cerca de 80% com consequente ganho de produtividade de 19,4% (Figueiredo et al. 2015; Jin et al. 2021).

Em função dos efeitos indesejáveis provocados por compostos químicos sintéticos ao ambiente e para organismos não-alvo, pesquisas que busquem alternativas de controle de insetos-praga menos impactantes ao ambiente e que apreentem baixa toxicidade para inimigos naturais devem ser estimuladas. Assim, a hipótese desse trabalho é que os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare var. dulce* e seus compostos majoritários são tóxicos para *S. frugiperda* e seletivos para *T. pretiosum*. Neste contexto, objetivou-se avaliar: *i*) a toxicidade aguda dos OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare var. dulce* para *S. frugiperda*; *ii*) avaliar a composição química dos OEs; *iii*) determinar a toxicidade aguda dos compostos majoritários sobre *S. frugiperda*; *iv*) avaliar os efeitos de doses subletais dos OEs nos parâmetros de

história de vida de *S. frugiperda* e v) avaliar a seletividade dos OEs e do composto (E)-Anetol para *T. pretiosum*.

## **2. Material e Métodos**

### **2.1. Material biológico e condições ambientais**

Os insetos utilizados nos bioensaios foram obtidos da criação de manutenção do Laboratório de Ecotoxicologia e MIP (LEMIP), do Departamento de Entomologia da Universidade Federal de Lavras, sob condições de  $25 \pm 2$  ° C, UR  $70 \pm 10\%$  e fotofase de 12 h. As lagartas foram alimentadas com dieta artificial (Parra et al. 2002) e mantidas em recipientes plásticos de 200 mL até atingir a fase de pupa. Em seguida, as pupas foram transferidas para gaiolas de policloreto de vinilo (20 cm de diâmetro  $\times$  20 cm de altura) para emergência de adultos. As gaiolas foram fechadas na parte superior com tecido *voile* e forradas internamente com papel sulfite que serviu de substrato para a oviposição. Os adultos foram alimentados com solução aquosa de mel a 10%. Os ovos foram coletados e mantidos em placas de Petri de 15 cm de diâmetro até a eclosão das lagartas. As lagartas utilizadas em todos os bioensaios foram obtidas da segunda postura dos adultos presentes na criação do laboratório. À cada quatro meses, novos insetos adultos coletados em áreas agrícolas sem aplicação de inseticidas foram incorporados à criação de laboratório para evitar endogamia. Todos os bioensaios foram realizados em laboratório sob temperatura de  $25 \pm 2$  ° C, umidade relativa de  $70 \pm 10\%$  e fotofase de 12 h.

### **2.2. OEs e caracterização química**

Os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *dulce* foram obtidos no Laboratório de Química da Universidade Federal de Lavras – UFLA e foram caracterizados quanto à composição química por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (CG-EM).

### 2.3. Toxicidade aguda dos OEs para *S. frugiperda* via aplicação tópica

Os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *dulce* foram previamente solubilizados em acetona e aplicados topicamente no dorso das lagartas de *S. frugiperda* com 72 h de idade e 0,4 mm de comprimento, previamente alimentadas com dieta artificial, na dose de 120 µg de OE/lagarta. Cada lagarta recebeu em seu dorso 1 µL da solução com auxílio de microseringa (Hamilton® 25 µL). O controle negativo foi constituído pelo solvente acetona, visto que foi usado para diluição dos OEs. O delineamento utilizado foi o inteiramente casualizado com 60 repetições para cada tratamento, sendo cada uma formada por uma lagarta disposta em tubo de vidro (8 cm × 2,5 cm) que continha um pedaço de dieta artificial (1,5 cm × 1,5 cm). Avaliações do número de insetos mortos foram realizadas às 6, 12, 24, 36, 48 e 72 h após as lagartas serem tratadas topicamente. O ensaio foi repetido duas vezes em dias diferentes.

### 2.4. Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta

Os OEs foram previamente solubilizados em acetona. As doses empregadas foram determinadas por progressão aritmética em testes prévios, visando obter valores de mortalidade que variassem de 20 e 90% (Finney 1971). O OE de *E. caryophyllus* foi aplicado em lagartas nas doses de 30, 42, 60, 85 e 120 µg de OE/lagarta; enquanto o OE de *F. vulgare* var. *dulce* foi usado nas doses de 30, 40, 55, 74 e 100 µg de OE/lagarta. Para comparar a bioatividade dos OEs com a de um inseticida comercial, foi usado o ingrediente ativo (i.a.) clorpirifós (pureza de 95%, Sigma-Aldrich®). O ingrediente ativo foi usado nas doses de 0,001; 0,01; 0,1; 1 e 10 µg de i.a./lagarta e foi previamente solubilizado em acetona. Cada lagarta de *S. frugiperda*, com 72 h de idade, recebeu 1 µL da solução, conforme descrito anteriormente (subitem 2.3). O controle negativo foi formado por somente acetona. O delineamento foi o inteiramente casualizado com 100 repetições por tratamento. As avaliações do número de insetos vivos foram realizadas às 6, 12, 24, 36, 48 e 72 h após aplicação dos tratamentos para calcular o tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>). Para o cálculo da dose letal 50 (DL<sub>50</sub>) foi utilizada a mortalidade dos insetos às 48 h da aplicação dos tratamentos.

## 2.5. Efeitos dos compostos majoritários dos OEs sobre *S. frugiperda*

Os efeitos dos compostos majoritários eugenol e carofileno presentes no OE de *E. caryophyllus* e de (E)-Anetol no OE de *F. vulgare* var. *dulce* foram avaliados sobre *S. frugiperda*. A dose de cada composto foi determinada pela seguinte fórmula:  $D = DL_{50} * (T/100)$ , onde D = dose do composto puro;  $DL_{50}$  = dose letal do óleo OE para matar 50% da população (subitem 3.3), e T = teor do composto presente no OE (subitem 3.4).

Os tratamentos utilizados consistiram no OE de *E. caryophyllus* ( $DL_{50} = 54 \mu\text{g}$  de OE/lagarta), e de seus componentes majoritários eugenol ( $41,13 \mu\text{g}$  /lagarta) e (E)-cariofileno ( $10,75 \mu\text{g}$ /lagarta); OE de *F. vulgare* var. *dulce* ( $DL_{50} = 41 \mu\text{g}$  de OE/lagarta) e do composto majoritário: (E)-Anetol ( $34 \mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) (subitem 3.3). O controle negativo foi constituído pelo solvente acetona, visto que foi usado para diluição dos tratamentos. Cada lagarta de *S. frugiperda* recebeu  $1 \mu\text{L}$  da solução, conforme descrito anteriormente (subitem 2.3). O delineamento utilizado foi o inteiramente casualizado com 60 repetições para cada tratamento, conforme descrito anteriormente (subitem 2.3). A mortalidade dos insetos foi avaliada às 6, 12, 24, 36, 48 e 72 h após aplicação dos tratamentos.

## 2.6. Efeitos de doses subletais dos OEs nos parâmetros de história de vida de *S. frugiperda*

Os efeitos de doses subletais ( $DL_{50}$ ) dos OEs de *E. caryophyllus* ( $DL_{50} = 54 \mu\text{g}$  de OE/lagarta) e *F. vulgare* var. *dulce* ( $DL_{50} = 41 \mu\text{g}$  de OE/lagarta), do inseticida clorpirifós (controle positivo) ( $DL_{50} = 0,03 \mu\text{g}$  de OE/lagarta) e da acetona (controle negativo) foram avaliados sobre os parâmetros de história de vida de *S. frugiperda*. Cada lagarta de *S. frugiperda*, com 72 h de idade recebeu  $1 \mu\text{L}$  da solução, conforme descrito anteriormente (subitem 2.3). O controle negativo foi formado por somente acetona. O delineamento foi o inteiramente casualizado com 100 repetições por tratamento. À cada 3 dias um novo pedaço de dieta ( $1,5 \text{ cm} \times 1,5 \text{ cm}$ ), sem tratamento, foi oferecido às lagartas até alcançarem a fase de pupa.

A sobrevivência, a duração dos ínstaes e o tempo de desenvolvimento larval e pupal dos insetos foram avaliados diariamente após a aplicação dos OEs. Para avaliar os efeitos dos OEs sobre adultos provenientes de lagartas tratadas, foram formados casais com diferença máxima de idade de 48 h, os quais foram individualizados em gaiola cilíndrica de

PVC (10 cm de altura × 10 cm de diâmetro). As gaiolas foram fechadas na parte superior com tecido *voile* e forradas internamente com papel sulfite, que serviu de substrato para a oviposição. Os adultos foram alimentados com solução aquosa de mel a 10%. Os ovos foram coletados e mantidos em placas de Petri de 10 cm de diâmetro para a avaliação da fecundidade. Avaliou-se também o período de oviposição, fecundidade, sobrevivência e longevidade de machos e fêmeas (F0).

## **2.7. Seletividade fisiológica dos OEs e do composto majoritário (E)-Anetol para *T. pretiosum***

### **2.7.1. Procedimentos gerais**

Os insetos utilizados nos bioensaios foram obtidos a partir de uma população com cerca de 100.000 espécimes de *T. pretiosum* advinda da empresa Koppert Biological Systems, em Charqueada – SP e mantida no Laboratório de Ecotoxicologia e MIP (LEMIP) em ovos de *Ephestia kuehniella* (Zeller, 1879) (Lepidoptera: Pyralidae).

Os tratamentos consistiram dos OEs de *E. caryophyllus* (92,6 µg/µL de acetona) e de *F. vulgare* var. *dulce* (70 µg/µL de acetona); do componente majoritário (E)-Anetol (58 µg/µL de acetona); do ingrediente ativo clorpirifós (0,3 µg/µL de acetona) (controle positivo); e do controle negativo, acetona. As doses utilizadas dos tratamentos corresponderam aos valores de DL<sub>90</sub> encontrados para *S. frugiperda* (subitem 3.3). A dose do composto majoritário foi determinada pela seguinte fórmula:  $D = DL_{90} * (T/100)$ , onde D = dose do composto puro; DL<sub>90</sub> = dose letal do óleo essencial para 90% da população (subitem 1.2.3), e T = teor do composto presente no óleo essencial (subitem 3.1). Os tratamentos foram solubilizados em acetona e por isto foi utilizada como controle negativo.

### **2.7.2. Seletividade dos OEs e de (E)-Anetol para fêmeas adultas de *T. pretiosum***

Fêmeas de *T. pretiosum* com até 12 h de idade foram individualizadas em tubos de vidro (8 cm de altura × 2,5 cm de diâmetro) contendo uma cartela de cartolina azul (5 cm de comprimento e 0,5 cm de largura) com aproximadamente 125 ovos de *E. kuehniella* com até 24 h de idade. Os ovos antes de serem aderidos às cartelas por meio de goma arábica diluída a 50% em água, foram inviabilizados sob lâmpada germicida por 45 minutos. As cartelas

contendo os ovos de *E. kuehniella* foram imersas nas soluções dos tratamentos por 5 s (Carvalho et al. 2010) e mantidas em temperatura ambiente para eliminação do excesso de solução das superfícies dos ovos e, em seguida, cada cartela foi introduzida em tubo de vidro contendo uma fêmea do parasitoide. Os insetos foram alimentados por meio de gotícula de mel puro adicionada à parede de cada tubo.

O delineamento utilizado foi inteiramente casualizado com 30 repetições, sendo cada uma formada por uma fêmea ou uma cartela contendo ovos parasitados. Às 24 h de exposição aos ovos tratados, as fêmeas foram retiradas e individualizadas em novos tubos para avaliação da longevidade. As cartelas contendo ovos parasitados foram mantidas nos tubos para avaliar os números de ovos parasitados e de insetos emergidos.

### **2.7.3. Seletividade dos OEs e de (E)-Anetol para *T. pretiosum* em sua fase imatura**

Foram utilizadas 30 cartelas por tratamento, sendo que cada uma recebeu cerca de 125 ovos de *E. kuehniella* contendo o parasitoide no período de ovo-larva (0-24 h do parasitismo), e nas fases de pré-pupa (72-96 h do parasitismo) e pupa (168-192 h do parasitismo) (Cônoli et al. 2001). As cartelas com os ovos do hospedeiro foram imersas nas soluções com os tratamentos por um período de 5 s. Após evaporação do solvente, as cartelas foram individualizadas em tubos de vidro (8 cm de altura × 2,5 cm de diâmetro) e os mesmos foram fechados com filme de polietileno. Foi adicionada na parede de cada tubo uma gotícula de mel puro para alimentação dos parasitoides emergidos.

O delineamento foi inteiramente casualizado com 30 repetições, sendo cada repetição formada por uma fêmea ou uma cartela contendo ovos parasitados. Após a emergência avaliou-se os números de ovos parasitados e de insetos emergidos para cálculos do percentual de emergência e da porcentagem de redução na capacidade benéfica do parasitoide segundo metodologia da IOBC (Hassan 1992; Costa et al. 2022).

### **2.8. Análise dos dados obtidos**

Os dados relativos à sobrevivência dos insetos, ao longo do tempo, foram analisados por meio do estimador não paramétrico de Kaplan–Meier e submetidos ao teste de log-rank por meio do pacote survival. As curvas de sobrevivência foram comparadas pelo teste de

comparação múltipla de pairwise. Foi estimado o tempo letal mediano ( $TL_{50}$ ) para cada tratamento (subitens 3.2 e 3.3). Para determinar a dose letal 50 ( $DL_{50}$ ), os dados foram submetidos à análise Logit, utilizando o pacote drc (Ritz et al. 2015) (subitem 3.3). Essas análises foram realizadas por meio do programa estatístico R® (R Core Team 2021).

O processamento da análise dos dados para confecção das tabelas de vida foi realizado por meio do programa TWSEX-MSCHART (Chi 2014; Chi et al. 2022). Os parâmetros biológicos avaliados foram a taxa de sobrevivência por idade-específica ( $S_{xj}$ ), sobrevivência por idade-específica ( $l_x$ ), fertilidade por idade e fase de desenvolvimento ( $f_x$ ), fertilidade por idade-específica ( $m_x$ ), maternidade por idade-específica ( $l_x m_x$ ), expectativa de vida por idade-específica ( $e_{xj}$ ), valor reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ ), taxa reprodutiva líquida ( $R_0$ ), taxa intrínseca de aumento ( $r$ ), taxa finita de aumento ( $\lambda$ ) e tempo médio de geração ( $T$ ). Os parâmetros demográficos avaliados foram a taxa intrínseca de crescimento ( $r$ ), taxa finita de crescimento ( $\lambda$ ), taxa de reprodução básica ( $R_0$ ), tempo médio de geração ( $T$ ) e taxa bruta de reprodução ( $GRR$ ). As médias, variâncias e erro padrão dos parâmetros foram comparados em pares entre os tratamentos pelo método bootstrap com 100.000 réplicas (Huang e Chi 2011) (subitem 3.5). A tabela de vida considera as médias dos parâmetros de sobrevivência, expectativa de vida e fecundidade até o momento em que atinge a idade  $x$  e estágio  $j$ .

Os dados de número de ovos parasitados e emergência de *T. pretiosum* foram submetidos aos testes de Shapiro-Wilk e de Bartlett para verificar os pressupostos de normalidade e homocedasticidade. Como não assumiram distribuição normal, foram ajustados ao GLM (Generalized Linear Models) pela melhor distribuição, "poisson ou quase-binomial", e as médias foram comparadas por análise de contraste. Os dados referentes à longevidade de fêmeas de *T. pretiosum* foram submetidos aos testes de Shapiro-Wilk e de Bartlett para verificar os pressupostos de normalidade e homocedasticidade. Como não assumiram distribuição normal, foram analisados através do teste não paramétrico de Kruskal-Wallis ( $\alpha = 0,05$ ) do pacote Agricolae seguido por comparações em pares dos ranking. Os dados de sobrevivência ao longo do tempo foram submetidos à análise de sobrevivência de Weibull, usando o pacote Survival. Após selecionar o modelo matemático mais adequado por meio da análise de resíduos, foi realizada análise de contraste para

verificar a semelhança entre os tratamentos utilizados para formar grupos congêneres. A porcentagem de redução (PR) na emergência de adultos foi calculada pela fórmula:  $(1 - \text{emergência de adultos no tratamento/emergência de adultos no controle}) \times 100$ . A classificação dos compostos foi realizada de acordo com membros da Organização Internacional para o Controle Biológico (IOBC): classe 1 = inofensivo ( $PR < 30\%$ ), classe 2 = levemente prejudicial ( $30\% \leq PR < 80$ ), classe 3 = moderadamente prejudicial ( $80\% \leq PR \leq 99$ ) e classe 4 = prejudicial ( $PR > 99\%$ ) (subitens 2.6 e 3.7) (Hassan 1992; Costa et al. 2022).

### 3. Resultados

#### 3.1. Caracterização química CG e CG-MS dos OEs

A análise química do óleo essencial de *E. caryophyllus* indicou a presença de seis constituintes, sendo que os compostos majoritários foram eugenol e (E)-Cariofileno. O OE de *F. vulgare* var. *dulce* apresentou onze compostos químicos, sendo (E)-Anetol o mais abundante (Tabela 1).

#### 3.2. Toxicidade aguda dos OEs para *S. frugiperda* via aplicação tópica

Os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *dulce* causaram 100% de mortalidade de lagartas de *S. frugiperda* na concentração de 120  $\mu\text{g/lagarta}$  ( $\chi^2 = 268$ ; d.f. = 5;  $p < 0,001$ ). As lagartas tratadas com o OE de *E. caryophyllus* apresentaram TL50 de 12 h, enquanto que para o tratamento com o OE de *F. vulgare* var. *dulce* foi necessário o dobro do tempo para causar 50% de mortalidade na população (Figura 1).

#### 3.3. Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta

Após a aplicação dos tratamentos sobre lagartas de segundo ínstar de *S. frugiperda*, verificou-se que o OE de *E. caryophyllus* foi 25% menos tóxico que o de *F. vulgare* var. *dulce* (Tabela 2). Os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *dulce* foram 1.800 e 1.360 vezes menos tóxicos do que o clorpirifós.

Por meio da análise de sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda* que receberam diferentes doses do OE de *E. caryophyllus*, verificaram-se diferenças entre os tratamentos

( $\chi^2 = 422$ ; d.f.= 5;  $p = <0,005$ ). Para as doses de 85  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  e 120  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  o  $\text{TL}_{50}$  foi de apenas 24 h (Figura 2).

Houve redução na probabilidade de sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda* conforme o aumento das doses testadas do OE de *F. vulgare* var. *dulce* ( $\chi^2 = 355$ ; d.f.= 5;  $p = <0,005$ ). Para doses acima de 55  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  o  $\text{TL}_{50}$  foi de 24 h (Figura 3).

O ingrediente ativo clorpirifós foi tóxico para as lagartas de *S. frugiperda* de forma proporcional às doses aplicadas ( $\chi^2 = 202$ ; d.f. = 5;  $p < 0,001$ ). Na dose de 10  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  o  $\text{TL}_{50}$  foi de 24 h; enquanto que nas doses de 0,01; 0,1 e 1  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  o  $\text{TL}_{50}$  foi de 48 h. As probabilidades de sobrevivência foram abaixo de 22% para as doses superiores a 0,01  $\mu\text{g}$  de i.a./ $\mu\text{L}$  (Figura 4).

### 3.4. Efeitos dos compostos majoritários dos OEs sobre *S. frugiperda*

A análise de sobrevivência mostrou que houve diferença entre os tratamentos ( $\chi^2 = 114$ ;  $df = 5$ ;  $p < 0,001$ ). Eugenol e (E)-Cariofileno não foram os responsáveis pela atividade inseticida do OE de *E. caryophyllus*. Constatou-se que (E)-Anetol é o composto responsável pela atividade inseticida do OE de *F. vulgare* var. *dulce* (Figura 5).

### 3.5. Efeitos de doses subletais dos OEs nos parâmetros de história de vida de *S. frugiperda*

Observou-se que os OEs aumentaram a duração do tempo da fase larval, sendo que a maior média foi constatada no tratamento com óleo de *F. vulgare* var. *dulce*. Quanto ao período de ovo a pupa o OE de *E. caryophyllus* e o clorpirifós foram os tratamentos que causaram maior redução. A longevidade dos adultos reduziu nos tratamentos com OEs. Diferenças no ciclo de vida de fêmeas e machos foram constatadas entre os tratamentos, com redução no ciclo de vida de fêmeas e machos quando os insetos foram submetidos ao óleo de *E. caryophyllus* e aumento desse parâmetro para os machos do tratamento com óleo de *F. vulgare* var. *dulce* (Tabela 3).

A taxa de sobrevivência idade-específica ( $s_{xj}$ ) foi afetada negativamente pelos tratamentos. Ambos OEs prolongaram o estágio de pupa e apresentaram menores valores de ( $s_{xj}$ ) a partir do terceiro ínstar (Figura 6). Verificou-se que a expectativa de vida por idade-

específica ( $e_{xj}$ ) decresceu com a idade no tratamento com acetona, sendo que nos demais tratamentos houve um pico no 3º ínstar e posterior decréscimo ao longo do ciclo de vida (Figura 7).

Constatou-se que a curva da taxa de sobrevivência por idade-específica ( $lx$ ) decresceu abruptamente em torno do 5º dia de vida dos insetos em todos os tratamentos, exceto naquele com acetona, onde a redução foi observada apenas no 35º dia do ciclo de vida. Verificou-se que houve atraso da fertilidade por idade-específica ( $f_{xj}$ ) na primeira oviposição no tratamento com OE de *E. caryophyllus*. O pico de oviposição ocorreu ao final do ciclo no tratamento com óleo de *F. vulgare* var. *dulce*, sendo que esse óleo também prolongou o período reprodutivo ( $l_{mx}$ ) (Figura 8).

A fecundidade total e a efetiva foram afetadas negativamente pelos OEs, sendo que o OE de *F. vulgare* var. *dulce* causou maior redução desses parâmetros biológicos. O óleo de *F. vulgare* var. *dulce* reduziu também o tempo de oviposição (PPOA) e aumentou o período de pré-oviposição total (PPOT). A menor fecundidade máxima diária (FMD) foi observada nos tratamentos com os OEs (Tabela 4).

Nos tratamentos à de *E. caryophyllus* e clorpirifós as fêmeas atingiram o pico reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ ) no 31º dia do ciclo de vida, com os valores de  $v_{xj}$  de 842, 688 e 579 ovos, respectivamente. No tratamento com *F. vulgare* var. *dulce* o pico reprodutivo ocorreu no 40º dia do ciclo e apresentou o valor  $v_{xj}$  de 407 ovos (Figura 9). Os insetos tratados com os OEs apresentaram menores valores de taxa intrínseca de crescimento ( $r$ ), da taxa finita de crescimento ( $\lambda$ ) e da taxa reprodutiva líquida ( $R_0$ ). Somente o óleo de *F. vulgare* var. *dulce* reduziu a taxa bruta de reprodução ( $GRR$ ) em comparação com os insetos tratados apenas com acetona (Tabela 5).

### **3.6. Seletividade dos OEs e (E)-Anetol para fêmeas adultas de *T. pretiosum***

A longevidade das fêmeas de *T. pretiosum* que entraram em contato com os ovos de *E. kuehniella* que receberam os tratamentos foi afetada negativamente ( $\chi^2 = 9,22$ ;  $df = 2$ ;  $p < 0,001$ ). O composto majoritário (E)-Anetol causou maior redução da longevidade dos insetos em comparação com o tratamento formado apenas por acetona. No OE de *E. caryophyllus* as fêmeas parasitaram menos ovos em comparação aos demais tratamentos ( $F = 189,47$ ;  $df = 4$ ;  $p < 0,001$ ). O percentual de emergência também foi afetado pelos tratamentos

( $F = 15,9$ ;  $df = 2$ ;  $p < 0,001$ ), com médias mais baixas para os tratamentos *F. vulgare* var. *dulce* e (E)-Anetol em comparação com acetona. As fêmeas que entraram em contato com os ovos do hospedeiro tratados com clorpirifós e *E. caryophyllus* apresentaram longevidade de 1 dia; sendo que nesses tratamentos ocorreu baixo parasitismo e nenhuma emergência da geração F1. Devido à ausência de variabilidade para esses dois tratamentos, não foram incluídos na análise estatística. Referente à classificação dos compostos em função da redução de emergência (IOBC), *F. vulgare* var. *dulce* e (E)-Anetol foram classificados como moderadamente nocivos (classe 3) e os tratamentos *E. caryophyllus* e clorpirifós foram nocivos (classe 4) (Tabela 6).

### 3.7. Seletividade dos OEs e (E)-Anetol para *T. pretiosum* em sua fase imatura

Ocorreram diferenças entre os tratamentos quando ovos de *E. kuehniella* contendo os parasitoides no período de ovo-larva ( $F = 27,916$ ;  $df = 4$ ;  $p < 0,001$ ), no estágio de pré-pupa ( $F = 38,974$ ;  $df = 4$ ;  $p < 0,001$ ) e de pupa ( $F = 32,564$ ;  $df = 4$ ;  $p < 0,001$ ) foram tratados, sendo que o OE de *E. caryophyllus* foi classificado como moderadamente nocivo (classe 3), e o composto majoritário do OE de *F. vulgare* var. *dulce*, (E)-Anetol, foi inofensivo (classe 1) (Tabela 7).

## 4. Discussão

Neste estudo foi possível comprovar que os OEs de *F. vulgare* var. *dulce* e *E. caryophyllus* apresentam toxicidade aguda para *S. frugiperda* em ensaio de aplicação tópica. Pesquisas anteriores relataram a atividade inseticida de para *Spodoptera* spp. O efeito do OE de *Foeniculum vulgare* Mill. (Apiaceae) foi avaliado sobre lagartas de *S. frugiperda* e constatou-se mortalidade significativa (Cruz et al. 2017a). O efeito de ingestão do OE de *F. vulgare* foi avaliado para *Spodoptera exigua* (Hübner, 1808) (Lepidoptera: Noctuidade) e *Spodoptera litura* (Fabricius, 1775) (Lepidoptera: Noctuidade) e comprovou-se a atividade antialimentar (Passara e Insung 2021; Passara et al. 2021). Referente ao OE de *E. caryophyllus*, são escassos os trabalhos de seus efeitos sobre noctuídeos pragas.

O teor dos compostos encontrado no presente trabalho está dentro do limite de variação relatado por outros autores, sendo eugenol (76,8 -78%) e (E)-Cariofileno (6 – 17%)

no OE de *E. caryophyllus* (Jirovetz et al. 2006; Fichi et al. 2007; Oussalah et al. 2007; Buentello-Wong et al. 2016), e (E)-Anetol (68,3 – 77,7%) presente no OE de *F. vulgare* (Diao et al. 2014; Zoubiri et al. 2014; Mota et al. 2015). Entretanto, vários fatores podem afetar a composição química dos OEs, tais como condições climáticas e geográficas (Raal et al. 2007; Souza et al. 2017); fatores abióticos como salinidade (Fiorini et al. 2020), altitude e tipo de solo (Gherairia et al. 2022); estágio de crescimento das plantas coletadas (Zouari et al. 2012), método de extração (Chiasson et al. 2001), diferentes variedades de plantas e ou partes da planta que serão utilizadas para extração do OE (Moreno et al. 2007).

No bioensaio de dose-resposta, as DL<sub>50</sub> estimadas para os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *dulce* foram de 54,2 µg de OE/lagarta e 41 µg de OE/lagarta de *S. frugiperda*. O baixo valor de DL<sub>50</sub> para o inseticida clorpirifós 0,03 µg de i.a./lagarta evidencia que a população estudada não é resistente a um dos principais grupos de inseticidas usados para seu controle. Apesar dos valores de DL<sub>50</sub> encontrados para os OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *dulce* serem maiores do que aquele detectado para o ingrediente ativo clorpirifós, ao se observar os efeitos negativos causados pelos OEs nos parâmetros demográficos do inseto, mostram que apresentam potencial para serem utilizados no manejo de *S. frugiperda*. Ao comparar as DL<sub>50</sub> encontradas para outros OEs considerados promissores para o controle desse lepidóptero-praga, observa-se que as DL<sub>50</sub> estimadas para OEs de *E. caryophyllus* e *F. vulgare* var. *Dulce*, no presente estudo, são menores do que as estimadas para o OE de *Ocimum basilicum* L., 1753 (Lamiaceae), onde DL<sub>50</sub> = 480,00 (447,51–512,48 µg/lagarta) (Silva et al. 2017) e para o OE de *Piper hispidinervum* C. DC. (Piperaceae) com DL<sub>50</sub> = 264,5 (207,40–324,50 µg/lagarta) (Lima et al. 2009), o que demonstra o potencial desse OE no controle dessa praga.

No presente trabalho, as doses testadas dos compostos majoritários do OE de *E. caryophyllus* (DL<sub>50</sub> = 41,13 µg/lagarta para Eugenol e DL<sub>50</sub> = 10,75 µg/lagarta para (E) – Cariofileno) não causaram mortalidade para *S. frugiperda*. Entretanto, alguns autores atribuíram a propriedade inseticida do OE de *E. caryophyllus* em função da presença dos compostos eugenol, acetato de eugenol e β-cariofileno (Raina et al. 2001; Cruz et al. 2014). Hummelbrunner; Isman (2001) avaliaram os efeitos do eugenol para *S. litura* e verificaram DL<sub>50</sub> de 65,5 µg/lagarta, sendo constatado efeito antialimentar. Possivelmente, para a lagarta-do-cartucho as doses do eugenol e (E)-Cariofileno utilizada no presente estudo tenha sido

insuficiente para causar efeitos negativos, ou outros compostos são os responsáveis pela ação inseticida sobre essa espécie, o que leva a novas perspectivas para avaliar os outros constituintes ou suas combinações sobre esse lepidóptero-praga. Em adição, compostos botânicos podem ser mais bioativos para insetos quando em mistura do que quando isolados (Piri et al. 2020) em função das interações sinérgicas ou antagônicas entre os componentes estruturais presentes no OE (Akhtar et al. 2012; Afshar et al. 2017).

No presente estudo, a atividade inseticida do óleo de *F. vulgare* var. *dulce* foi igual à do seu constituinte majoritário (E) – Anetol. Dessa maneira, a atividade inseticida desse OE é possivelmente devido à ação de seu constituinte majoritário. O efeito inseticida de (E)–Anetol sobre *Spodoptera littoralis* (Boisduval, 1833) (Lepidoptera: Noctuidae) foi constatado no trabalho de Pavela (2014), onde foi verificado DL<sub>50</sub> de 18 µg/lagarta com ocorrência de toxicidade aguda. O efeito de (E) – Anetol também foi avaliado para lagartas de *S. litura* por Hummelbrunner; Isman (2001), os quais encontraram DL<sub>50</sub> de 157,6 µg/lagarta e observaram efeito antialimentar.

Os efeitos de (E) – Anetol sobre artrópodes pragas são pouco conhecidos. Ding et al. (2022) avaliaram como *Myzus persicae* (Sulzer) (Hemiptera: Aphididae) respondia em nível molecular à atividade de (E) – Anetol e constataram efeito *knockdown* num gene transportador ABC (ABCG4) e de um gene DnaJ (DnaJC1), que resultou em aumento da taxa de mortalidade, o que indicou o envolvimento desses dois genes na susceptibilidade desse afídeo ao (E)-Anetol. A atividade de fumigação de (E) – Anetol foi avaliada para *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens, 1831) (Coleoptera: Laemophloeidae) (Wang et al. 2021) e para *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) (Olmedo et al. 2015). Os autores concluíram que (E) – Anetol afetou negativamente a atividade da acetilcolinesterase (AChE) no sistema nervoso desses besouros.

Os OEs de plantas ou de seus constituintes majoritários podem atuar em diferentes sítios sistema nervoso dos insetos, como na AChE, receptores de octopamina e canais de cloro controlados por GABA (Lei et al. 2010; Tong e Coats 2012). Foi demonstrado que o eugenol tem efeito inibitório da AChE (Cruz et al. 2017b; Vargas-Méndez et al. 2019). A AChE é uma enzima essencial para a hidrólise da acetilcolina localizada nas células nervosas e na sinapse neuromuscular (Dvir et al. 2010). Altas taxas de inibição da AChE impede a interrupção da propagação do impulso nervoso e, desta forma, o sistema nervoso sofre

estímulos sucessivos e descontrolados, com hiperatividade celular, levando o inseto à morte (Rajashekar et al. 2014). Desta forma o modo de ação de alguns OEs de plantas ou de seus constituintes majoritários é semelhante ao dos inseticidas organofosforados (clorpirifós) e carbamatos, que são comumente utilizados no controle de *S. frugiperda* (Garlet et al. 2021ab, Moshrefi Zenoozi et al. 2022).

No presente trabalho, (E)-Anetol foi considerado o composto majoritário do OE de *F. vulgare* e causou redução na fecundidade (Tabela 4) e nos parâmetros demográficos de *S. frugiperda* (Tabela 3) como taxa intrínseca de crescimento ( $r$ ), taxa finita de crescimento ( $\lambda$ ), taxa de reprodução básica ( $R_0$ ) e taxa bruta de reprodução ( $GRR$ ). Estes resultados assemelham-se a outros trabalhos, como no de Cruz et al. (2017b) aonde o composto (E) – Anetol reduziu a reprodução de *S. frugiperda* com efeitos adversos provocados em suas gônadas. As lagartas apresentaram deficiência de nutrientes, com redução na fecundidade e apoptose testicular nos adultos formados. Muitos componentes dos OEs interferem na reprodução, com redução da fertilidade e da fecundidade dos insetos, com destaque para eugenol e (E)-Anetol (Yang et al. 2003 2009). Desta forma, pode-se observar que esse composto além de causar efeito letal aos insetos, também provocou efeitos subletais. É importante pesquisar os efeitos subletais de compostos naturais sobre as pragas devido ao efeito de hormese que pode aparecer quando os insetos são expostos aos diferentes níveis desses estressores (Guedes et al. 2009).

Com relação aos efeitos observados no presente trabalho sobre *T. pretiosum*, a redução do parasitismo em ovos de *E. kuehniella* pode ser devido ao efeito de repelência causada pela ação combinada dos constituintes químicos presentes nos OEs, corroborando com as informações de Bakkali et al. (2008). A fase imatura dos parasitoides geralmente está mais protegida dentro do hospedeiro (Cônsoi et al. 2010); no entanto, os OEs podem penetrar no ovo e atingir os parasitoides na fase jovem e causar mortalidade (Parreira et al. 2018, 2019; Sombra et al. 2022), como foi observado no presente estudo para o OE de *E. caryophyllus* sobre *T. pretiosum*. Desta forma, sugere-se novos trabalhos em semicampo e campo para avaliar a seletividade dos OEs sobre esses parasitoides.

## 5. Conclusão

Os OEs de *F. vulgare* var. *dulce* e *E. caryophyllus* apresentam toxicidade aguda para *S. frugiperda*. Quando usados em subdoses reduzem a duração da fase larval e fecundidade, e também parâmetros demográficos de tabela de vida de *S. frugiperda*. O OE de *E. caryophyllus* apresenta seis constituintes, sendo os majoritários eugenol e (E)-Cariofileno. O OE de *F. vulgare* var. *dulce* apresenta onze constituintes, sendo (E)-Anetol o mais abundante e responsável pela atividade inseticida para *S. frugiperda*. O OE de *F. vulgare* var. *dulce* e seu majoritário (E)-Anetol são inofensivos para o parasitoide no período de ovo-larva e na fase de pupa. Verificou-se que os OEs e o composto majoritário (E)-Anetol apresentam grande potencial para o manejo de *S. frugiperda*.

## 6. Referências

- Acheuk F, Basiouni S, Shehata AA, et al (2022) Status and prospects of botanical biopesticides in Europe and Mediterranean Countries. *Biomolecules* 12:311
- Afshar FH, Maggi F, Iannarelli R, et al (2017) Comparative toxicity of *Helosciadium nodiflorum* essential oils and combinations of their main constituents against the cabbage looper, *Trichoplusia ni* (Lepidoptera). *Ind Crops Prod* 98:46–52
- Akhtar Y, Pages E, Stevens A, et al (2012) Effect of chemical complexity of essential oils on feeding deterrence in larvae of the cabbage looper. *Physiol Entomol* 37:81–91
- Amaral FSA, Guidolin AS, Salmeron E, et al (2020) Geographical distribution of Vip3Aa20 resistance allele frequencies in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) populations in Brazil. *Pest Manag Sci* 76:169–178
- Ashley TR, Wiseman BR, Davis FM, Andrews KL (1989) The fall armyworm: a bibliography. *Florida Entomologist* 1:152–202
- Bakkali F, Averbeck S, Averbeck D, Idaomar M (2008) Biological effects of essential oils— a review. *Food and Chemical Toxicology* 46:446–475
- Buentello-Wong S, Galán-Wong L, Arévalo-Niño K, et al (2016) Toxicity of some essential oil formulations against the Mexican fruit fly *Anastrepha ludens* (Loew) (Diptera: Tephritidae). *Ind Crops Prod* 85:58–62

- Carvalho GA, Sekiguchi Godoy M, Silva Parreira D, Tourino Rezende D (2010) Effect of chemical insecticides used in tomato crops on immature *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae). *Rev Colomb Entomol* 36:10–15
- Chaudhari AK, Singh VK, Kedia A, et al (2021) Essential oils and their bioactive compounds as eco-friendly novel green pesticides for management of storage insect pests: prospects and retrospects. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 28:15 28:18918–18940.
- Chandrasena DI, Signorini AM, Abratti G, et al (2018) Characterization of field-evolved resistance to *Bacillus thuringiensis*-derived Cry1F  $\delta$ -endotoxin in *Spodoptera frugiperda* populations from Argentina. *Pest Manag Sci* 74:746–754
- Chi H (2014) TWOSEX-MSChart: a computer program for the age-stage, two-sex life table analysis
- Chi H, Güncan A, Kavousi A, et al (2022) TWOSEX-MSChart: the key tool for life table research and education. *Entomol Gen*
- Chiasson H, Bélanger A, Bostanian N, et al (2001) Acaricidal properties of *Artemisia absinthium* and *Tanacetum vulgare* (Asteraceae) essential oils obtained by three methods of extraction. *J Econ Entomol* 94:167–171
- Consoli FL, Botelho PSM, Parra JRP (2001) Selectivity of insecticides to the egg parasitoid *Trichogramma galloi* Zucchi, 1988 (Hym., Trichogrammatidae). *Journal of Applied Entomology* 125:37–43
- Consoli FL, Parra JRP, Zucchi RA (2010) Egg parasitoids in agroecosystems with emphasis on *Trichogramma*. Springer Science & Business Media
- Costa, MA, Farias, ES, Andrade, ED, et al (2022). Lethal, sublethal and transgenerational effects of insecticides labeled for cotton on immature *Trichogramma pretiosum*. *J Pest Sci* 96, 119–127.
- Cruz GS, Wanderley-Teixeira V, da Silva LM, et al (2017a). Chemical composition and insecticidal activity of the essential oils of *Foeniculum vulgare* Mill., *Ocimum basilicum* L., *Eucalyptus staigeriana* F. Muell. ex Bailey, *Eucalyptus citriodora* Hook and

- Ocimum gratissimum* L. and their major components on *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). <https://doi.org/10.1080/0972060X20171383192> 20:1360–1369. <https://doi.org/10.1080/0972060X.2017.1383192>
- Cruz GS, Wanderley-Teixeira V, Oliveira JV, et al (2017b) Effect of trans-anethole, limonene and their combination in nutritional components and their reflection on reproductive parameters and testicular apoptosis in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Chem Biol Interact* 263:74–80
- Cruz GS, Wanderley-Teixeira V, Oliveira JV, et al (2014) Bioactivity of *Piper hispidinervum* (Piperales: Piperaceae) and *Syzygium aromaticum* (Myrtales: Myrtaceae) oils, with or without formulated Bta on the biology and immunology of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *J Econ Entomol* 107:144–153
- Diao W-R, Hu Q-P, Zhang H, Xu J-G (2014) Chemical composition, antibacterial activity and mechanism of action of essential oil from seeds of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.). *Food Control* 35:109–116
- Ding CY, Ma YM, Li B, et al (2022) Identification and functional analysis of differentially expressed genes in *Myzus persicae* (Hemiptera: Aphididae) in response to trans-anethole. *J. Insect Sci* 22:3–4. <https://doi.org/10.1093/JISESA/IEAB094>
- Dvir H, Silman I, Harel M, et al (2010) Acetylcholinesterase: from 3D structure to function. *Chem Biol Interact* 187:10–22
- Ebadollahi A (2013) Essential oils isolated from Myrtaceae family as natural insecticides. *Annu Res Rev Biol* 148–175
- EPPO (2023) *Spodoptera frugiperda* (LAPHFR) - distribution. In: EPPO. <https://gd.eppo.int/taxon/GNORAB/distribution>. Accessed 5 Jan 2023
- FAO F (2018) Food and agriculture organization of the United Nations. Rome
- Fichi G, Flamini G, Giovanelli F, et al (2007) Efficacy of an essential oil of *Eugenia caryophyllata* against *Psoroptes cuniculi*. *Exp Parasitol* 115:168–172

- Figueiredo MLC, Cruz I, da Silva RB, Foster JE (2015) Biological control with *Trichogramma pretiosum* increases organic maize productivity by 19.4%. *Agron Sustain Dev* 35:1175–1183
- Finney DJ (1971) *Probit analysis*, Cambridge University Press. Cambridge, UK
- Fiorini D, Scortichini S, Bonacucina G, et al (2020) Cannabidiol-enriched hemp essential oil obtained by an optimized microwave-assisted extraction using a central composite design. *Ind Crops Prod* 154:112688
- Garlet CG, Gubiani P da S, Palharini RB, et al (2021a) Field-evolved resistance to chlorpyrifos by *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae): Inheritance mode, cross-resistance patterns, and synergism. *Pest Manag Sci* 77:5367–5374
- Garlet CG, Moreira RP, Gubiani P da S, et al (2021b) Fitness cost of chlorpyrifos resistance in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) on different host plants. *Environ Entomol* 50:898–908
- Gherairia N, Boukerche S, Mustapha MA, Chefrour A (2022) Effects of Biotic and Abiotic Factors on the Yield and Chemical Composition of Essential Oils from Four *Thymus* Species Wild Growing in Northeastern Algeria. *Jordan J Biol Sci* 15:173-181.
- Giunti G, Benelli G, Palmeri V, et al (2022) Non-target effects of essential oil-based biopesticides for crop protection: Impact on natural enemies, pollinators, and soil invertebrates. *Biological Control* 105071
- Goergen G, Kumar PL, Sankung SB, et al (2016) First report of outbreaks of the fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera, Noctuidae), a new alien invasive pest in West and Central Africa. *PLoS One* 11:e0165632
- Guedes RNC, Magalhães LC, Cosme LV (2009) Stimulatory sublethal response of a generalist predator to permethrin: hormesis, hormoligosis, or homeostatic regulation? *J. Econ. Entomol* 102: 170–176
- Guo Z, Jin R, Guo Z, et al (2022) Insecticide susceptibility and mechanism of *Spodoptera frugiperda* on different host plants. *J Agric Food Chem* 70:11367–11376

- Hassan SA (1992) Guideline for the evaluation of side effects of plant protection product on *Trichogramma cacoeciae*. Bulletin OILB SROP (France)
- Huang Y-B, Chi H (2011) The age-stage, two-sex life table with an offspring sex ratio dependent on female age. J Agric For 60:337–345
- Hummelbrunner LA, Isman MB (2001) Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpenoid essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). J Agric Food Chem 49:715–720
- Isman MB (2020) Botanical insecticides in the twenty-first century—fulfilling their promise? Annu Rev Entomol 65:233–249
- Isman MB, Miresmailli S, Machial C (2011) Commercial opportunities for pesticides based on plant essential oils in agriculture, industry and consumer products. Phytochemistry reviews 10:197–204
- Jang M, Kim J, Yoon KA, et al (2017) Biological activity of Myrtaceae plant essential oils and their major components against *Drosophila suzukii* (Diptera: Drosophilidae). Pest Manag Sci 73:404–409
- Jin T, Lin Y, Ma G, et al (2021) Biocontrol potential of *Trichogramma* species against *Spodoptera frugiperda* and their field efficacy in maize. Crop Protection 150:105790
- Jirovetz L, Buchbauer G, Stoilova I, et al (2006) Chemical composition and antioxidant properties of clove leaf essential oil. J Agric Food Chem 54:6303–6307
- Kavallieratos NG, Nika EP, Skourti A, et al (2022) Apiaceae essential oil nanoemulsions as effective wheat protectants against five arthropod pests. Ind Crops Prod 186:115001
- Lei J, Leser M, Enan E (2010) Nematicidal activity of two monoterpenoids and SER-2 tyramine receptor of *Caenorhabditis elegans*. Biochem Pharmacol 79:1062–1071
- Li X, Wu M, Ma J, et al (2020) Prediction of migratory routes of the invasive fall armyworm in eastern China using a trajectory analytical approach. Pest Manag Sci 76:454–463

- Lima RK, Cardoso MG, Moraes JC, et al (2009) Insecticidal activity of long-pepper essential oil (*Piper hispidinervum* C. DC.) on fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (JE Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae). *Acta Amazon* 39:377–382
- Lira EC, Bolzan A, Nascimento ARB, et al (2020) Resistance of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) to spinetoram: inheritance and cross-resistance to spinosad. *Pest Manag Sci* 76:2674–2680
- Lucia A, Guzmán E (2021) Emulsions containing essential oils, their components or volatile semiochemicals as promising tools for insect pest and pathogen management. *Adv Colloid Interface Sci* 287:102330
- Matos CK, Pereira CEL, Balena L, Kawakami J (2020) Effect of agar concentration in culture medium on in vitro development of potato plants. *Research, Society and Development* 9:7
- Montezano DG, Sosa-Gómez DR, Specht A, et al (2018) Host plants of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in the Americas. *African Entomology* 26:286–300
- Moreno PRH, Lima MEL, Sobral M, et al (2007) Essential oil composition of fruit colour varieties of *Eugenia brasiliensis* Lam. *Sci Agric* 64:428–432
- Moshrefi Zenoozi Z, Soltaninezhad B, Hashemi M, Noori SMA (2022) A review of effective essential oils and their biologically active compounds to protect the safety of food stored against insect pests. *Journal of Essential Oil Research* 34:111–122
- Mota AS, Martins MR, Arantes S, et al (2015) Antimicrobial activity and chemical composition of the essential oils of Portuguese *Foeniculum vulgare* fruits. *Nat Prod Commun* 10:1934578X1501000437
- Muraro DS, Salmeron E, Cruz JVS, et al (2022) Evidence of field-evolved resistance in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) to emamectin benzoate in Brazil. *Crop Protection* 162:106071
- Nerio LS, Olivero-Verbel J, Stashenko E (2010) Repellent activity of essential oils: a review. *Bioresour Technol* 101:372–378

- Olmedo R, Lucini EI, Herrera JM, et al (2015) Aceite esencial de *Tagetes filifolia* contra *Tribolium castaneum* y su relación con la actividad acetilcolinesterasa y peroxidación de lípidos. *AgriScientia* 32:113–121. <https://doi.org/10.31047/1668.298X.V32.N2.16562>
- Oussalah M, Caillet S, Saucier L, Lacroix M (2007) Inhibitory effects of selected plant essential oils on the growth of four pathogenic bacteria: *E. coli* O157: H7, *Salmonella typhimurium*, *Staphylococcus aureus* and *Listeria monocytogenes*. *Food Control* 18:414–420
- Parra JRP, Botelho PSM, Corrêa-Ferreira BS, Bento JMS (2002) Controle biológico no Brasil: parasitóides e predadores. *Manole*, 609p.
- Parra JRP, Coelho Jr A (2022) Insect rearing techniques for biological control programs, a component of sustainable agriculture in Brazil. *Insects* 13:105
- Parreira DS, Alcántara-de la Cruz R, Dimaté FAR, et al (2019) Bioactivity of ten essential oils on the biological parameters of *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae) adults. *Ind Crops Prod* 127:11–15
- Parreira DS, Alcántara-de la Cruz R, Zanuncio JC, et al (2018) Essential oils cause detrimental effects on biological parameters of *Trichogramma galloi* immatures. *J Pest Sci* 91:887–895
- Passara H, Insung A (2021) Evaluation of Insecticidal Properties of Four Essential Oils from *Illicium verum*, *Curcuma longa*, *Foeniculum vulgare*, and *Ocimum tenuiflorum* against *Spodoptera exigua*. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 1163:012011. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1163/1/012011>
- Passara H, Pumnuan J, Thipmanee K (2021) Effectiveness of plant essential oils derived from *Curcuma longa*, *Illicium verum*, *Ocimum tenuiflorum*, and *Foeniculum vulgare* for controlling common cutworm (*Spodoptera litura*). *IOP Conf Ser Earth Environ Sci* 858:012009. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/858/1/012009>

- Pavela R (2016) History, presence and perspective of using plant extracts as commercial botanical insecticides and farm products for protection against insects—a review. *Plant Protection Science* 52:229–241
- Pavela R (2018) Essential oils from *Foeniculum vulgare* Miller as a safe environmental insecticide against the aphid *Myzus persicae* Sulzer. *Environ. Sci. Pollut. Res* 25:10904–10910
- Pavela R (2014) Acute, synergistic and antagonistic effects of some aromatic compounds on the *Spodoptera littoralis* Boisd. (Lep., Noctuidae) larvae. *Ind Crops Prod* 60:247–258
- Pavela R, Maggi F, Lupidi G, et al (2017) Efficacy of sea fennel (*Crithmum maritimum* L., Apiaceae) essential oils against *Culex quinquefasciatus* Say and *Spodoptera littoralis* (Boisd.). *Ind Crops Prod* 109:603–610
- Piri A, Sahebzadeh N, Zibae A, et al (2020) Toxicity and physiological effects of ajwain (*Carum copticum*, Apiaceae) essential oil and its major constituents against *Tuta absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelechiidae). *Chemosphere* 256:127103
- Raal A, Orav A, Arak E (2007) Composition of the essential oil of *Salvia officinalis* L. from various European countries. *Nat Prod Res* 21:406–411
- Raina VK, Srivastava SK, Aggarwal KK, et al (2001) Essential oil composition of *Syzygium aromaticum* leaf from Little Andaman, India. *Flavour Fragr J* 16:334–336
- Rajashekar Y, Raghavendra A, Bakthavatsalam N (2014) Acetylcholinesterase inhibition by biofumigant (Coumaran) from leaves of *Lantana camara* in stored grain and household insect pests. *Biomed Res Int*:2014
- R Development Core Team (2020) R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, <https://www.rproject.org>
- Ritz C, Baty F, Streibig JC, Gerhard D (2015) Dose-response analysis using R. *PLoS One*

- Silva SM, Cunha JPAR da, Carvalho SM de, et al (2017) Óleo essencial de *Ocimum basilicum* associado à deltametrina no manejo de *Spodoptera frugiperda*. *Ciência e Agrotecnologia* 41:665–675
- Sombra KES, de Aguiar CVS, de Oliveira SJ, et al (2020) Potential pesticide of three essential oils against *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). *Chil J Agric Res* 80:617–628
- Sombra KES, Pastori PL, de Aguiar CVS, et al (2022) Selectivity of essential oils to the egg parasitoid *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae). *Revista Ciência Agronômica* 53:2022. <https://doi.org/10.5935/1806-6690.20220022>
- Souza AVV de, de Britto D, Soares dos Santos U, et al (2017) Influence of season, drying temperature and extraction time on the yield and chemical composition of ‘marmeleiro’ (*Croton sonderianus*) essential oil. *J. Essent. Oil Res.* 29:76–84
- Spinozzi E, Maggi F, Bonacucina G, et al (2021) Apiaceae essential oils and their constituents as insecticides against mosquitoes—A review. *Ind Crops Prod* 171:113892
- Tangtrakulwanich K, Reddy GVP (2014) Development of insect resistance to plant biopesticides: An overview. *Advances in Plant Biopesticides* 47–62.
- Tay WT, Rane R v, Padovan A, et al (2022) Global population genomic signature of *Spodoptera frugiperda* (fall armyworm) supports complex introduction events across the Old World. *Commun Biol* 5:1–15
- Team RDC (2009) A language and environment for statistical computing. [http://www R-project.org](http://www.R-project.org).
- Tembo Y, Mkindi AG, Mkenda PA, et al (2018) Pesticidal plant extracts improve yield and reduce insect pests on legume crops without harming beneficial arthropods. *Front Plant.* v.9.
- Thiviya P, Gunawardena N, Gamage A, et al (2022) Apiaceae family as a valuable source of biocidal components and their potential uses in agriculture. *Horticulturae* 8:614

- Tong F, Coats JR (2012) Quantitative structure–activity relationships of monoterpene binding activities to the housefly GABA receptor. *Pest Manag Sci* 68:1122–1129
- Vargas-Méndez LY, Sanabria-Flórez PL, Saavedra-Reyes LM, et al (2019) Bioactivity of semisynthetic eugenol derivatives against *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) larvae infesting maize in Colombia. *Saudi J Biol Sci* 26:1613–1620
- Walia S, Saha S, Tripathi V, Sharma KK (2017) Phytochemical biopesticides: some recent developments. *Phytochemistry Reviews* 16:989–1007
- Wang Z, Xie Y, Sabier M, et al (2021) Trans-anethole is a potent toxic fumigant that partially inhibits rusty grain beetle (*Cryptolestes ferrugineus*) acetylcholinesterase activity. *Ind Crops Prod* 161:113207. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2020.113207>
- WFO (2022) The World Flora Online. In: Myrtaceae Juss. <http://www.worldfloraonline.org/taxon/wfo-7000000404>. Accessed 11 Sep 2022
- Yang F, Wang Z, Kerns DL (2022) Resistance of *Spodoptera frugiperda* to Cry1, Cry2, and Vip3Aa Proteins in Bt Corn and Cotton in the Americas: Implications for the Rest of the World. *J Econ Entomol* 115:1752–1760
- Yang Y-C, Lee SH, Clark JM, Ahn Y-J (2009) Ovicidal and adulticidal activities of *Origanum majorana* essential oil constituents against insecticide-susceptible and pyrethroid/malathion-resistant *Pediculus humanus capitis* (Anoplura: Pediculidae). *J Agric Food Chem* 57:2282–2287
- Yang Y-C, Lee S-H, Lee W-J, et al (2003) Ovicidal and adulticidal effects of *Eugenia caryophyllata* bud and leaf oil compounds on *Pediculus capitis*. *J Agric Food Chem* 51:4884–4888
- Zhao Y-X, Huang J-M, Ni H, et al (2020) Susceptibility of fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (JE Smith), to eight insecticides in China, with special reference to lambda-cyhalothrin. *Pestic Biochem Physiol* 168:104623

Zouari N, Ayadi I, Fakhfakh N, et al (2012) Variation of chemical composition of essential oils in wild populations of *Thymus algeriensis* Boiss. et Reut., a North African endemic Species. *Lipids Health Dis* 11:1–12

Zoubiri S, Baaliouamer A, Seba N, Chamouni N (2014) Chemical composition and larvicidal activity of Algerian *Foeniculum vulgare* seed essential oil. *Arabian Journal of Chemistry* 7:480–485

## 7. Legendas das figuras

**Figura 1.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Spodoptera frugiperda* que foram tratadas com os óleos essenciais de *Eugenia caryophyllus* e *Foeniculum vulgare* var. *dulce* via aplicação tópica.

**Figura 2.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Spodoptera frugiperda* que foram tratadas com diferentes doses do óleo essencial de *Eugenia caryophyllus* via aplicação tópica.

**Figura 3.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Spodoptera frugiperda* que foram tratadas com diferentes doses do óleo essencial de *Foeniculum vulgare* var. *dulce* via aplicação tópica.

**Figura 4.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Spodoptera frugiperda* que foram tratadas com diferentes doses do ingrediente ativo clorpirifós via aplicação tópica.

**Figura 5.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Spodoptera frugiperda* que foram tratadas com os OEs de *Foeniculum vulgare* var. *dulce* e *Eugenia caryophyllus*, e dos majoritários (E)-Anetol e (E)-Cariofileno via aplicação tópica.

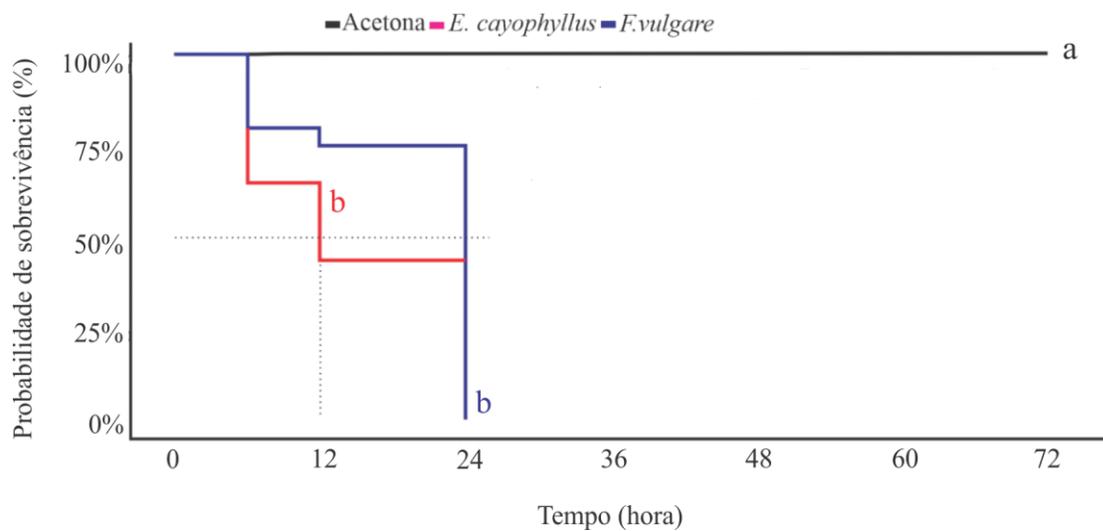
**Figura 6.** Taxas de sobrevivência idade-específica ( $s_{xj}$ ) de *Spodoptera frugiperda* nos tratamentos acetona, *Foeniculum vulgare* var. *dulce*, *Eugenia caryophyllus* e clorpirifós. L1 = lagarta de 1º ínstar, L2 = lagarta de 2º ínstar, L3 = lagarta de 3º ínstar, L4 = lagarta de 4º ínstar, L5 = lagarta de 5º ínstar e L6 = lagarta de 6º ínstar.

**Figura 7.** Expectativas de vida por idade-específica ( $e_{xj}$ ) de *Spodoptera frugiperda* nos tratamentos acetona, *Foeniculum vulgare* var. *dulce*, *Eugenia caryophyllus* e clorpirifós. L1 = lagarta de 1º ínstar, L2 = lagarta de 2º ínstar, L3 = lagarta de 3º ínstar, L4 = lagarta de 4º ínstar, L5 = lagarta de 5º ínstar e L6 = lagarta de 6º ínstar.

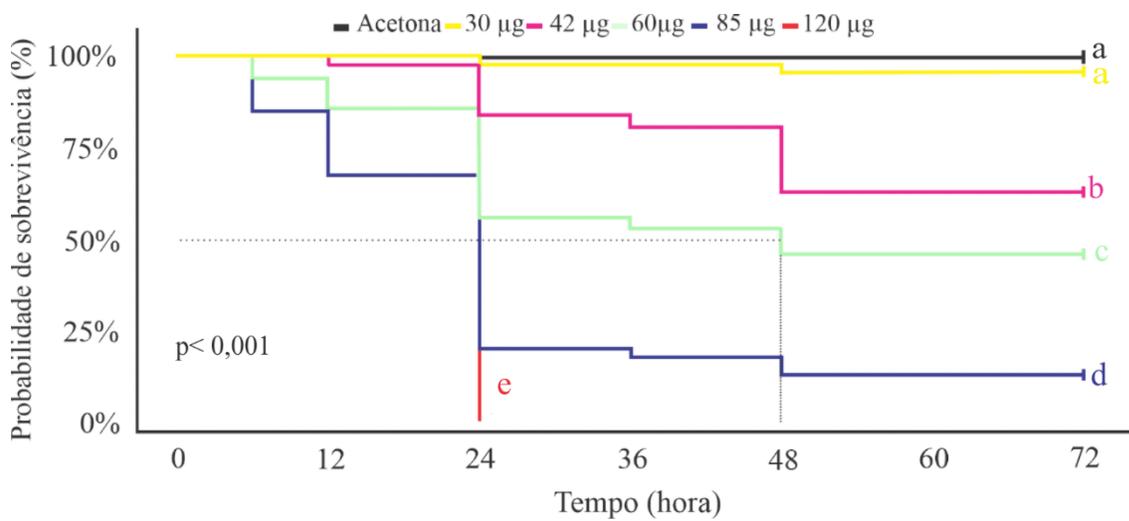
**Figura 8.** Taxas de sobrevivência por idade-específica ( $l_x$ ), fertilidade por idade e fase de desenvolvimento ( $f_x$ ), fertilidade por idade-específica ( $m_x$ ) e maternidade por idade-

específica ( $l_{x,m_x}$ ) de *Spodoptera frugiperda* nos tratamentos acetona, *Foeniculum vulgare* var. *dulce*, *Eugenia caryophyllus* e clorpirifós.

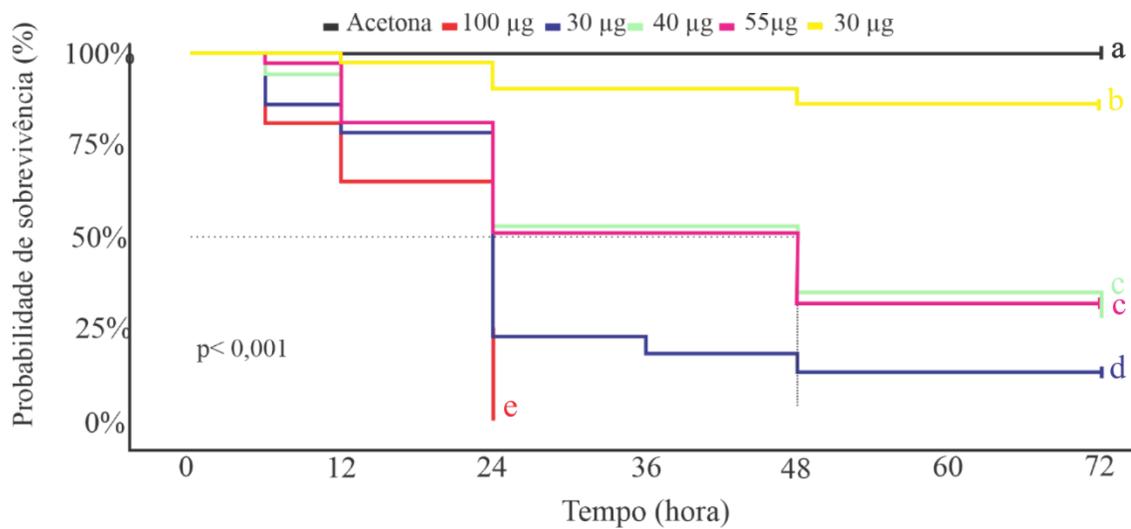
**Figura 9.** Valor reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ ) de *Spodoptera frugiperda* nos tratamentos com acetona, *Foeniculum vulgare* var. *dulce*, *Eugenia caryophyllus* e clorpirifós. L1 = lagarta de 1º ínstar, L2 = lagarta de 2º ínstar, L3 = lagarta de 3º ínstar, L4 = lagarta de 4º ínstar, L5 = lagarta de 5º ínstar e L6 = lagarta de 6º ínstar.



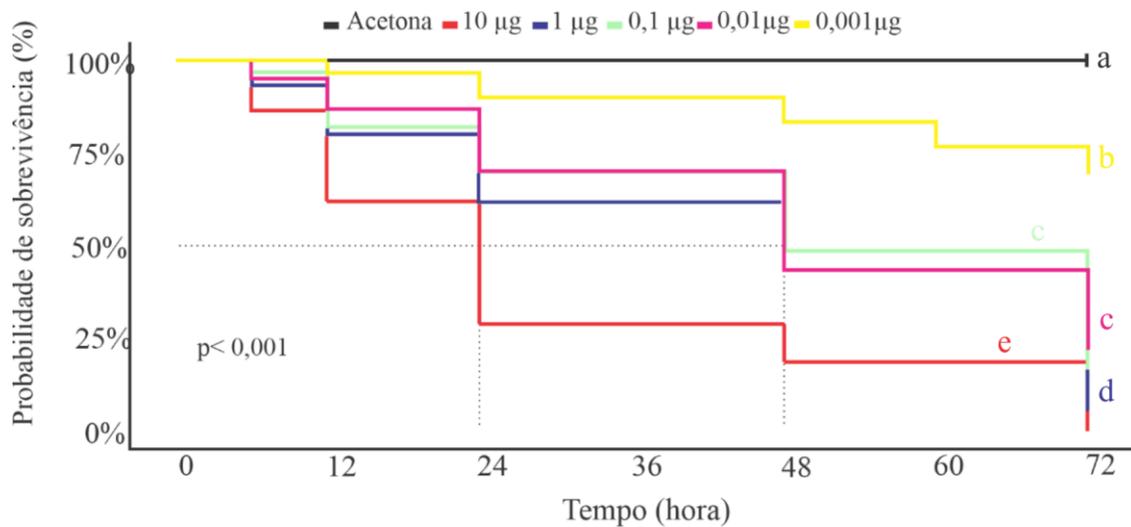
**FIGURA 1**



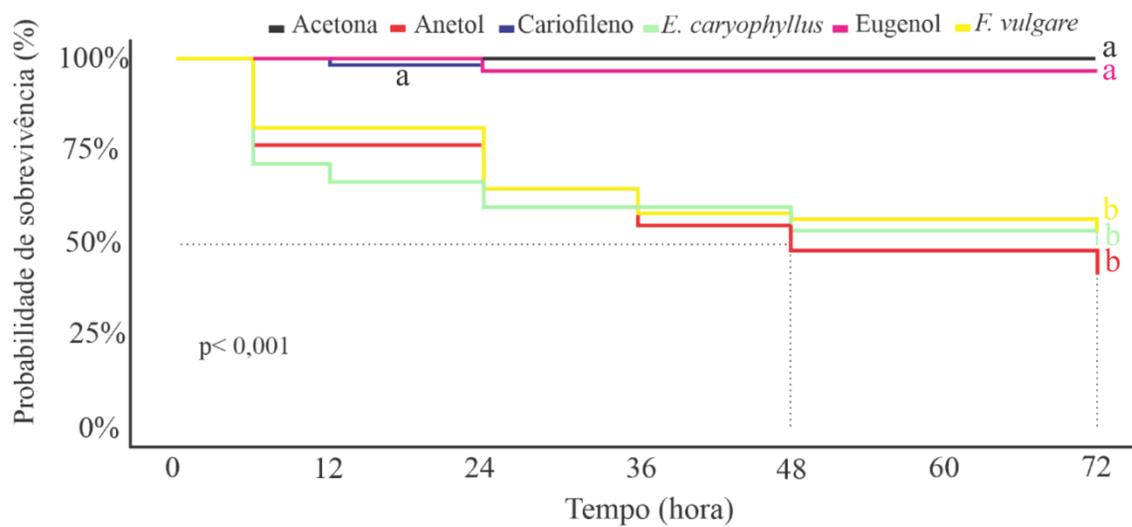
**FIGURA 2**



**FIGURA 3**



**FIGURA 4**

**FIGURA 5**

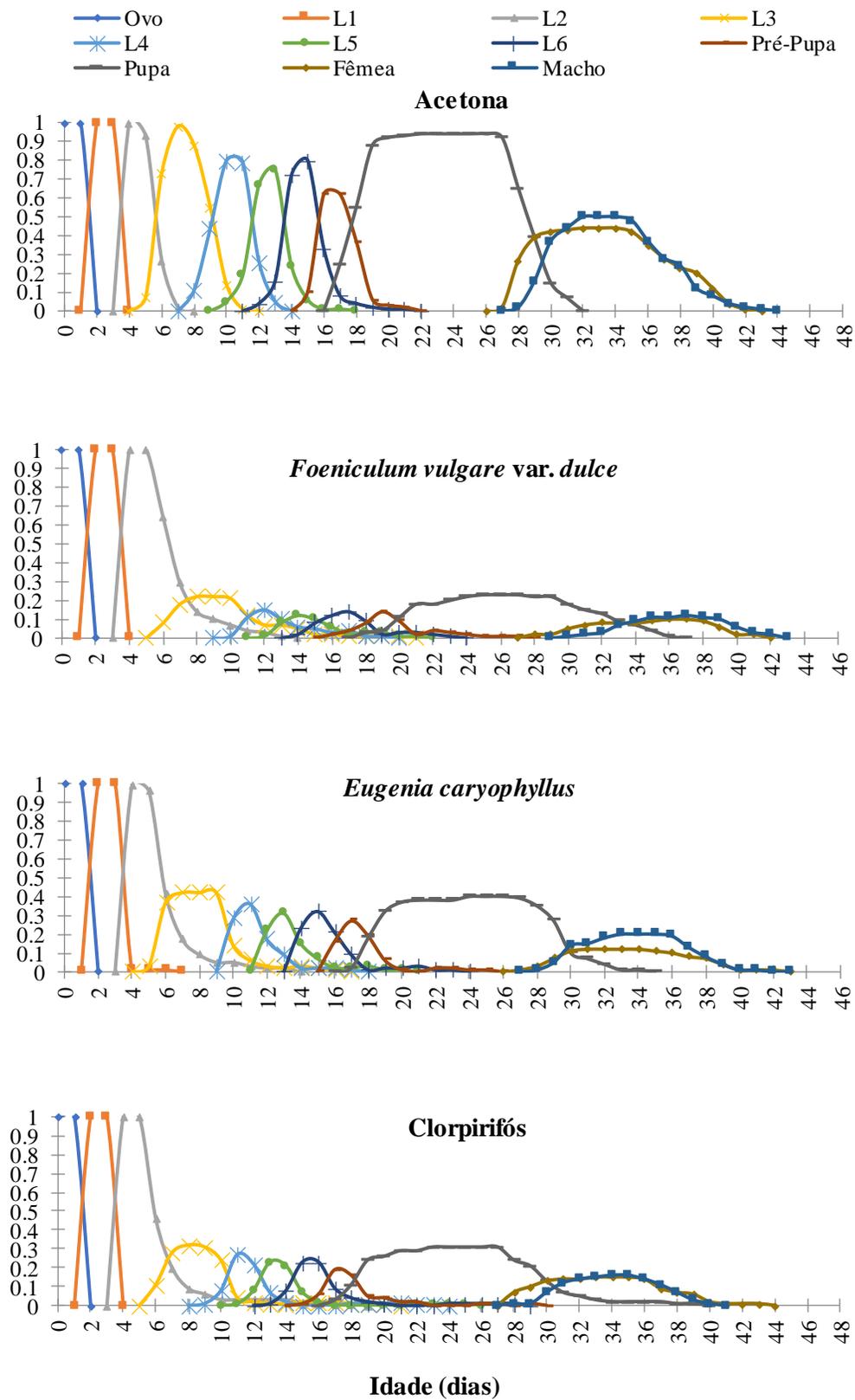
Taxa de sobrevivência idade-específica ( $s_{xj}$ )

FIGURA 6

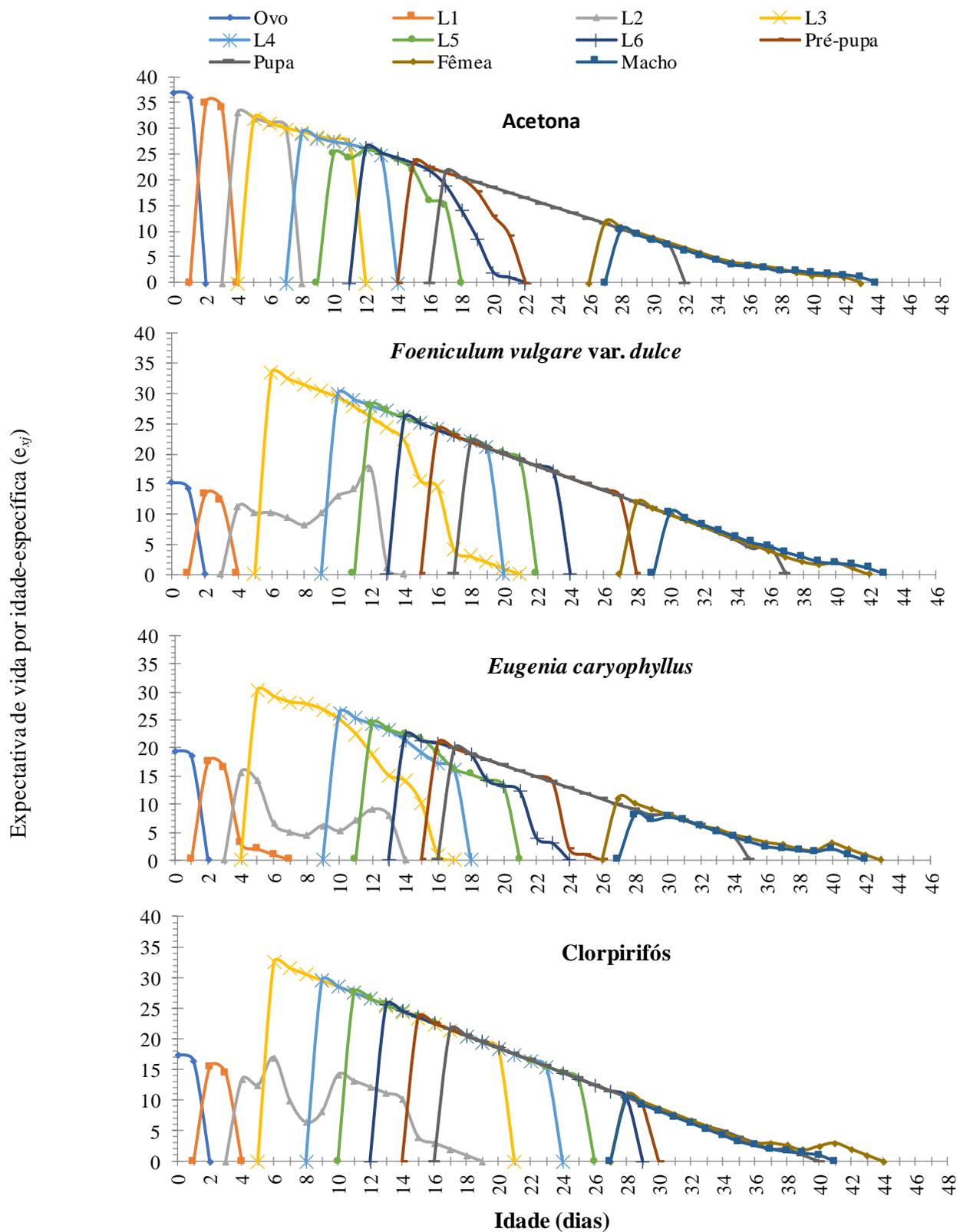


FIGURA 7

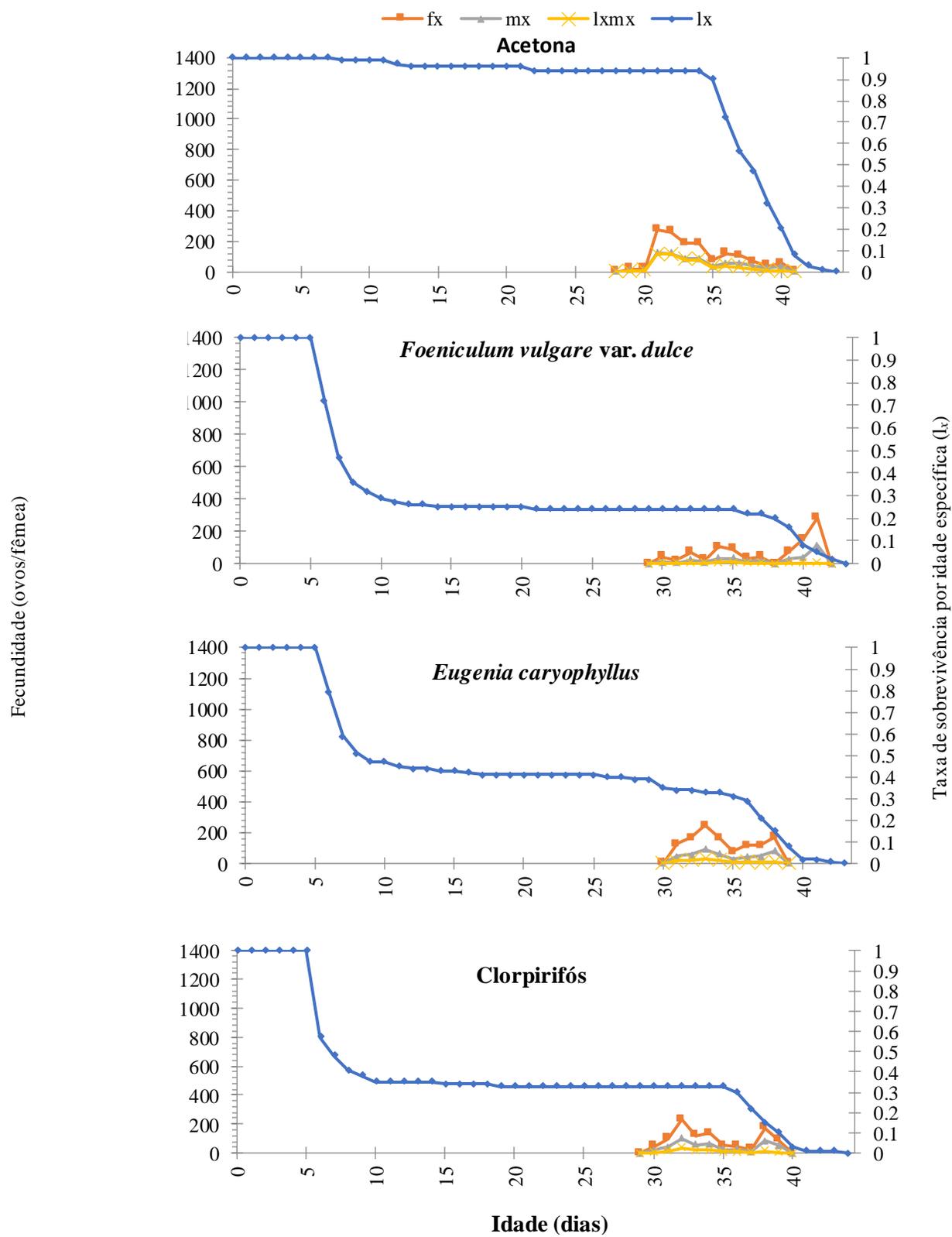
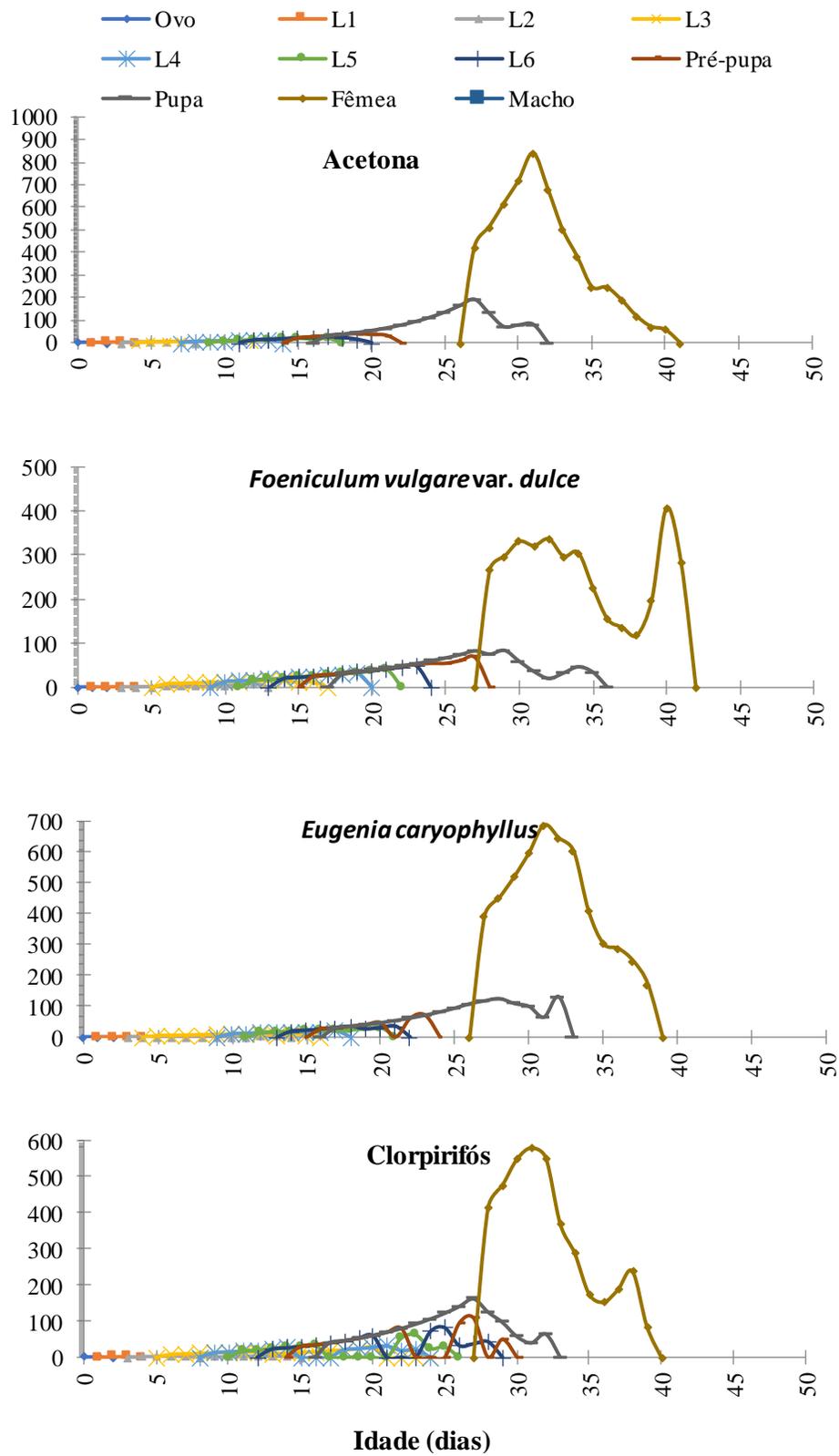


FIGURA 8

Valor reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ )



**FIGURA 9**

**Tabela 1.** Composição química dos óleos essenciais de *Foeniculum vulgare var. dulce* (Apiaceae) e de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae).

Nº	Composto	IR*	Lit	Área (>5%)	
				<i>F. vulgare</i>	<i>E. caryophyllus</i>
1	$\alpha$ -o	929	932	1,76	-
2	$\beta$ -Pino	972	974	0,48	-
3	$\beta$ -Mirreno	986	988	0,55	-
4	$\alpha$ -felandreno	1002	1002	1,94	-
5	<i>p</i> -Cimeno	1020	1020	1,46	-
6	Limoneno	1024	1024	4,51	-
7	Eucaliptol/1,8-Cineolo	1026	1026	0,19	-
8	Fenchone	1083	1083	4,31	-
9	NI	1194		0,84	-
10	<i>p</i> -Anisaldeído	1250	1247	0,61	-
11	( <i>E</i> )-Anetol	1284	1282	<b>83,35</b>	-
12	Eugenol	1357	1356	-	<b>76,18</b>
13	( <i>E</i> )-Cariofileno	1411	1417	-	<b>19,9</b>
14	NI	1419		-	0,2
15	Aromandendrene	1440	1439	-	0,19
16	$\alpha$ -Humuleno	1444	1452	-	2,26
17	Acetileugenol	1523	1521	-	1,02
Total				100	99,75

\* Índice de retenção relativo à série n-alcano (C8-C20) na coluna HP-5 MS em ordem de eluição. Área (> 5%): média da área relativa dos picos cromatográficos acima de 1%. NI: não identificado

**Tabela 2.** Dose letal<sub>50</sub> e Dose letal<sub>90</sub> dos óleos essenciais de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foeniculum vulgare* var. *dulce* (Apiaceae), e do ingrediente ativo clorpirifós para lagarta de *Spodoptera frugiperda*.

Tratamento	n	X <sup>2</sup>	P	*b	*e	DL <sub>50</sub> (LS-LI) (µg/lagarta)	DL <sub>90</sub> (LS-LI) (µg/µL)
<i>E. caryophyllus</i>	100	462,7	0,87	4,100	54,212	54,2 (51,0 -57,4)	92,6 (83,2 – 102,1)
<i>F. vulgare</i> var. <i>dulce</i>	100	498	0,94	3,160	40,942	41,0 (38,5 – 43,3)	70 (63,0 – 76,1)
Clorpirifós	100	452	0,94	0,974	0,028	0,03 (0,02 – 0,04)	0,3 (0,14 – 0,39)

**Legenda:** \* “a” e “b” = são parâmetros da equação:  $f(x)=1/1+\exp(b(\log(x)-\log(e)))$   
LS= limite superior; LI – limite inferior.

**Tabela 3.** Média (± EP) do tempo de desenvolvimento dos estágios de vida e longevidade de *Spodoptera frugiperda* submetida aos óleos essenciais de *Eugenia caryophyllus* (Myrtaceae) e *Foenicullum vulgare* var. *dulce* (Apiaceae), e clorpirifós quando lagartas com 72 h de idade foram tratadas.

	Estágio /Período/Sexo	Acetona		<i>E.caryophyllus</i>		<i>F. vulgare</i> var. <i>dulce</i>		Clorpirifós	
		N	Média ± EP	N	Média ± EP	N	Média ± EP	N	Média ± EP
Tempo de desenvolvimento (dias)	Ovo	100	2,00 ± 0,0 a	100	2,00 ± 0,00 a	100	2,00 ± 0,00 a	100	2,00 ± 0,00 a
	Larval	95	14,37 ± 0,09 c	41	15,27 ± 0,28 b	24	17,00 ± 0,41 a	33	15,91 ± 0,48 b
	Pré-pupa	94	1,90 ± 0,06 a	40	1,82 ± 0,09 a	24	2,12 ± 0,16 a	33	1,76 ± 0,10 a
	Pupa	94	11,07 ± 0,12 a	36	11,25 ± 0,19 a	23	11,65 ± 0,31 a	31	10,97 ± 0,18 a
	Ovo-pupa	94	38,25 ± 0,22 a	36	30,17 ± 0,27 c	23	32,48 ± 0,53 b	31	30,03 ± 0,30 c
Longevidade (dias)	Adulto	94	9,18 ± 0,23 a	36	7,56 ± 0,43 b	23	7,65 ± 0,44 b	31	8,45 ± 0,33 a
Ciclo de vida*	Fêmeas	44	38,75 ± 0,33 a	13	38,15 ± 0,71 b	10	39,9 ± 0,41 a	15	38,73 ± 0,55 a
	Machos	50	38,28 ± 0,30 b	23	37,48 ± 0,56 c	13	40,31 ± 0,54 a	16	38,25 ± 0,55 b
	Ovo-adulto	94	38,5 ± 0,22 b	36	37,72 ± 0,44 b	23	40,13 ± 0,35 a	31	38,48 ± 0,32 b

As médias na mesma linha seguidas de letras diferentes diferem entre si ( $p < 0,05$ ). As diferenças entre os tratamentos foram obtidas por meio do teste Bootstrap pareado com 100.000 repetições.

N = número de espécimes em cada estágio de desenvolvimento.

\*Ciclo de vida total média para machos e fêmeas, em dias, apenas para insetos que se tornaram adultos.

**Tabela 4.** Média ( $\pm$  EP) de parâmetros reprodutivos de adultos de *Spodoptera frugiperda* desenvolvidos a partir de lagartas de segundo ínstar que foram expostas às DL<sub>50</sub> dos óleos essenciais das plantas e do clorpirifós.

Parâmetro	Acetona		<i>Eugenia caryophyllus</i>		<i>Foeniculum vulgare</i> var. <i>dulce</i>		Clorpirifós	
	N	Média $\pm$ EP	N	Média $\pm$ EP	N	Média $\pm$ EP	N	Média $\pm$ EP
<b>Fecundidade total</b>	44	1252,7 $\pm$ 114,95 a	13	969,69 $\pm$ 191,94 b	10	473,7 $\pm$ 131,44 c	15	830,4 $\pm$ 161,58 b
<b>Fecundidade efetiva (O/F)*</b>	41	1344,37 $\pm$ 110,29 a	11	1146,0 $\pm$ 178,39 b	10	473,7 $\pm$ 131,44 c	13	958,15 $\pm$ 161,58 b
<b>Oviposição (dias)</b>	41	3,88 $\pm$ 0,25 a	11	3,37 $\pm$ 0,52 a	10	2,40 $\pm$ 0,48 b	13	3,31 $\pm$ 0,58 a
<b>PPOA (dias)</b>	41	3,32 $\pm$ 0,14 a	11	3,00 $\pm$ 0,40 a	10	3,30 $\pm$ 0,30 a	13	3,37 $\pm$ 0,39 a
<b>PPOT (dias)</b>	41	31,88 $\pm$ 0,20 b	11	32,27 $\pm$ 0,38 b	10	34,40 $\pm$ 0,95 a	13	32,54 $\pm$ 0,57 b
<b>FMD (O/F)</b>	-	2779	-	819	-	456	-	1005
<b>FMT (O/F)</b>	-	1557	-	1954	-	1479	-	2164

Fertilidade máxima diária (FMD), fertilidade total máxima (FMT), período de pré-oviposição do adulto (PPOA) e período de pré-oviposição total (PPOT).

\* Total de fêmeas que ovipositaram.

As médias na mesma linha seguidas de letras diferentes são significativamente diferentes ( $p < 0,05$ ).

As diferenças entre os tratamentos foram obtidas por meio do teste Bootstrap pareado com 100.000 repetições. (O/F) = ovos por fêmea.

N = número de espécimes para cada parâmetro avaliado.

**Tabela 5.** Média ( $\pm$  EP) de parâmetros demográficos de *Spodoptera frugiperda* obtidos a partir de lagartas de segundo ínstar que foram expostas às DL<sub>50</sub> dos tratamentos.

Parâmetro demográfico	Acetona	<i>Eugenia caryophyllus</i>	<i>Foeniculum vulgare</i> var. <i>dulce</i>	Clorpirifós
Taxa intrínseca de crescimento ( $r$ )	0,19 $\pm$ 0,01 a	0,14 $\pm$ 0,010 b	0,11 $\pm$ 0,010 c	0,14 $\pm$ 0,01 b
Taxa finita de crescimento ( $\lambda$ )	1,20 $\pm$ 0,01 a	1,15 $\pm$ 0,01 b	1,11 $\pm$ 0,01 c	1,15 $\pm$ 0,01 b
Taxa de reprodução básica ( $R_0$ )	551,19 $\pm$ 70,82 a	126,06 $\pm$ 40,48 b	47,37 $\pm$ 18,93 b	124,56 $\pm$ 37,89 b
Tempo médio de geração ( $T$ )	33,857 $\pm$ 0,22 a	34,64 $\pm$ 0,42 a	36,19 $\pm$ 1,24 a	34,26 $\pm$ 0,49 a
Taxa bruta de reprodução ( $GRR$ )	685,1 $\pm$ 93,64 a	445,31 $\pm$ 129,00 ab	324,66 $\pm$ 153,92 b	463,34 $\pm$ 133,67 ab

As médias na mesma linha seguidas de letras diferentes diferem entre si ( $p < 0,05$ ). As diferenças entre os tratamentos foram obtidas por meio do teste Bootstrap pareado com 100.000 repetições.

N = número de espécimes em cada estágio de desenvolvimento.

**Tabela 6.** Média ( $\pm$  EP) de longevidade das fêmeas (dias), número de ovos parasitados, emergência (%), redução da emergência (%) e classificação toxicológica (IOBC) a partir de fêmeas de *Trichogramma pretiosum* submetidas ao contato com ovos de *Ephestia kuehniella* tratados.

Tratamento	Longevidade fêmeas (dias) <sup>1</sup>	Nº ovos parasitados <sup>2</sup>	Emergência (%) <sup>3</sup>	RE (%) <sup>4</sup>	Classe <sup>5</sup>
Acetona	9,1 $\pm$ 1,6 a	18,2 $\pm$ 2,5 a	64,1 $\pm$ 8,5 a	-	
<i>F. vulgare</i> var. <i>dulce</i>	7,3 $\pm$ 3,8 ab	3,6 $\pm$ 1,0 c	12,1 $\pm$ 5,0 b	81,12	3
(E)-Anetol	5,4 $\pm$ 4,2 b	6,0 $\pm$ 1,4 b	11,7 $\pm$ 5,0 b	81,7	3
<i>E. caryophyllus</i> *	-	0,5 $\pm$ 0,1 d	-	100	4
Clorpirifós *	-	5,4 $\pm$ 0,5 b	-	100	4

\*Devido à ausência de variabilidade destes tratamentos, não foram incluídos na análise estatística.

<sup>1</sup>Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si de acordo com o teste de Kruskal-Wallis ( $p > 0,05$ ).

<sup>2</sup>Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si de acordo com o teste  $X^2$  ( $p > 0,05$ ) (GLM- Família poisson).

<sup>3</sup>Médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si de acordo com o teste F ( $p > 0,05$ ) (GLM- Família quasibinomial).

<sup>4</sup>Percentual de redução na emergência de adultos (RE) =  $(1 - \text{emergência de adultos no tratamento/emergência de adultos no controle}) \times 100$  (Carmo et al. 2010).

<sup>5</sup>Classificação de toxicidade de acordo com a Organização Internacional para Controle Biológico (IOBC): classe 1 = inofensivo (ER < 30%), classe 2 = levemente nocivo ( $30\% \leq \text{ER} < 80$ ), classe 3 = moderadamente nocivo ( $80\% \leq \text{ER} \leq 99$ ) e classe 4 = nocivo (ER > 99%) (Hassan 1992; Costa et al. 2022).

**Tabela 7.** Médias ( $\pm$  EP) de emergência (%), redução da emergência (%) e classificação toxicológica (IOBC) quando ovos de *Ephestia kuehniella* contendo *Trichogramma pretiosum* no período de ovo-larva e nas fases de pré-pupa e pupa foram tratados com óleos essenciais de *Foenicullum vulgare* var. *dulce*, (E)-Anetol, *Eugenia caryophyllus* e clorpirifós.

Tratamento	Ovo-larva			Pré-pupa			Pupa		
	Emergência a (%)	RE <sup>1</sup> (%)	Class e <sup>2</sup>	Emergência a (%)	RE <sup>1</sup> (%)	Class e <sup>2</sup>	Emergência a (%)	RE <sup>1</sup> (%)	Class e <sup>2</sup>
Acetona	67,3 $\pm$ 4,8 a	-	-	74,4 $\pm$ 6,5 a	-	-	78,2 $\pm$ 4,0 a	-	-
<i>F. vulgare</i> v. <i>dulce</i>	50,1 $\pm$ 6,1 a	25,5	1	61,8 $\pm$ 6,2 a	16,9	1	51,2 $\pm$ 6,4 b	34,5	2
(E)- Anetol	59,1 $\pm$ 5,7 a	12,2	1	60,2 $\pm$ 6,8 a	19,1	1	72,6 $\pm$ 5,4 a	7,2	1
<i>E. caryophyllus</i>	9,8 $\pm$ 4,5 b	85,4	3	3,3 $\pm$ 1,3 b	95,6	3	3,1 $\pm$ 1,2 c	96,1	3
Clorpirifós *	2,6 $\pm$ 1,9 b	96,1	3	3,4 $\pm$ 2,1 b	95,4	3	-	100	4

Devido à ausência de variabilidade do tratamento clorpirifós na fase de pupa, ele não foi incluído na análise estatística.

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si de acordo com o Teste F ( $p > 0,05$ ) (GLM-Família quasibinomial).

<sup>1</sup> Percentual de redução na emergência de adultos (RE) =  $(1 - \text{emergência de adultos no tratamento/emergência de adultos no controle}) \times 100$ .

<sup>2</sup> Classificação de compostos de acordo com a Organização Internacional para Controle Biológico (IOBC) \*classe 1 = inofensivo (ER < 30%), classe 2 = levemente nocivo ( $30\% \leq \text{ER} < 80$ ), classe 3 = moderadamente nocivo ( $80\% \leq \text{ER} \leq 99$ ), classe 4 = nocivo (ER > 99%) (Hassan 1992, Costa et al. 2022).

**ARTIGO II**

**Atividade inseticida dos óleos essenciais das mirtáceas *Melaleuca alternifolia* e *Eucalyptus staigeriana* para *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae)**

**Versão preliminar preparada de acordo com Neotropical Entomology**

**Atividade inseticida dos óleos essenciais das mirtáceas *Melaleuca alternifolia* e *Eucalyptus staigeriana* para *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae)**

**Brenda Carolina Freire Braga<sup>1</sup>; Maria Gabriela Venâncio<sup>1</sup>; Júlia Assunção de Castro Oliveira<sup>2</sup>; Suzan Kelly Vilela Bertolucci<sup>2</sup>; DeJane Santos Alves<sup>3</sup>; Geraldo Andrade Carvalho<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Lavras - UFLA. Departamento de Entomologia - UFLA, Caixa Postal 3037, CEP 37200-900, Lavras, MG, Brasil. Autores correspondentes: brendafreiebraga@gmail.com, (35)992201032 e gacarval@ufla.br, (35)988179756.

<sup>2</sup>Universidade Federal de Lavras – UFLA. Departamento de Agricultura, Caixa Postal 3037, CEP 37200-900, Lavras, MG, Brasil.

<sup>3</sup>Universidade Federal Tecnológica do Paraná – UFTPR, CEP 85892-000, Santa Helena, PR, Brasil.

### Resumo

A traça-do-tomateiro *Tuta absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelechiidae) é um importante artrópode-praga de solanáceas, sendo considerada praga-chave do tomateiro. *Tuta absoluta* apresenta rápida dispersão, difícil controle e populações resistentes aos principais inseticidas sintéticos. Nesse cenário, pesquisas com óleos essenciais (OEs) são indispensáveis para o desenvolvimento de novas alternativas de controle. Para isso, objetivou-se avaliar a atividade inseticida dos OEs de *Melaleuca alternifolia* (Myrtaceae) e *Eucalyptus staigeriana* (Myrtaceae) para *T. absoluta*. Os tratamentos foram solubilizados em acetona e aplicados no dorso das lagartas por meio de microseringa. Constatou-se que os OEs de *M. alternifolia* ( $DL_{50} = 76,5 \mu\text{g/lagarta}$ ) e *E. staigeriana* ( $DL_{50} = 78,5 \mu\text{g/lagarta}$ ) afetaram negativamente a duração da fase de pupa, longevidade e os parâmetros demográficos de *T. absoluta*. As análises cromatográficas revelaram a presença de 19 compostos na espécie *M. alternifolia*, sendo 4-terpineol (42,2 %),  $\gamma$ -terpineno (22,1%) e  $\alpha$ -terpineno (10,4%) os mais abundantes. Por outro lado, a espécie *E. staigeriana* apresentou 25 constituintes, sendo que os compostos limoneno (27,3%), geranial (13,8%) e neral (9,9%) os mais abundantes. Os resultados obtidos demonstram o potencial inseticida dos óleos de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* no controle de *T. absoluta*. Além disso, ressalta-se a necessidade de trabalhos futuros avaliando os efeitos individuais dos compostos majoritários.

**Palavras-chave:** *Solanum lycopersicum*, traça-do-tomateiro, , óleos essenciais, MIP

### Abstract

The tomato leafminer *Tuta absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelechiidae) is an important arthropod pest of solanaceous plants, being considered a key pest of tomato plants. *Tuta absoluta* has rapid dispersion, difficult control and populations resistant to the main synthetic insecticides. In this scenario, research with essential oils (EO) is indispensable for the development of new control alternatives. For this, the objective was to evaluate the insecticidal activity of OE from *Melaleuca alternifolia* (Myrtaceae) and *Eucalyptus staigeriana* (Myrtaceae) against *T. absoluta*. The treatments were solubilized in acetone and applied to the back of the caterpillars using a microsyringe. The EOs of *M. alternifolia* ( $LD_{50} = 76.5 \mu\text{g}/\text{caterpillar}$ ) and *E. staigeriana* ( $LD_{50} = 78.5 \mu\text{g}/\text{caterpillar}$ ) negatively affected the duration of the pupa stage, longevity and the demographic parameters of *T. absoluta*. Chromatographic analyzes revealed the presence of 19 compounds in the *M. alternifolia* species, with 4-terpineol (42.2%),  $\gamma$ -terpinene (22.1%) and  $\alpha$ -terpinene (10.4%) being the most abundant. On the other hand, the specie *E. staigeriana* presented 25 constituents, with the compounds limonene (27.3%), geranial (13.8%) and neral (9.9%) being the most abundant. The results obtained demonstrate the insecticidal potential of *M. alternifolia* and *E. staigeriana* oils in the control of *T. absoluta*. In addition, the need for future study evaluating the individual effects of major compounds is highlighted.

**Keywords:** *Solanum lycopersicum*, tomato pinworm, essential oils, IPM

## 1. Introdução

A traça-do-tomateiro, *Tuta absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelechiidae), originária da América do sul (Garcia e Espul 1982), é uma importante praga de solanáceas sendo considerada como uma grande ameaça à produção mundial de tomate (Desneux et al. 2010; 2021) e está presente em mais de 90 países (EPPO, 2023). Pode causar perdas significativas de produção de solanáceas, variando de 50 a 100% (Biratu 2018; Mahlangu et al. 2022) em função de diversas características biológicas como alta capacidade reprodutiva, ocorrência de várias gerações por ano e o curto tempo de cada geração (Desneux et al. 2010; Guedes and Picanço 2012; Biondi et al. 2018).

Com a rápida expansão desse lepidóptero-praga em solanáceas em todo o mundo, houve aumento expressivo do uso de inseticidas sintéticos em lavouras de tomate, de 10 a 12 aplicações para mais de 30 aplicações por período de cultivo (Guedes e Siqueira 2012). O uso indiscriminado de inseticidas químicos sintéticos levou à rápida seleção de populações de *T. absoluta* resistentes a muitos grupos químicos (Guedes et al. 2019), como organofosforados, piretroides e diamidas (Haddi et al. 2012, 2017; Guedes et al. 2019). Além disso, inseticidas podem causar impactos negativos em inimigos naturais, contaminação do ambiente e possibilitar o ressurgimento de pragas secundárias (Silva et al. 2011; Biondi et al. 2013; Roditakis et al. 2013). Em função desses efeitos indesejáveis dos inseticidas sintéticos, pesquisas que busquem alternativas de controle da *T. absoluta* devem ser estimuladas e, neste contexto, existe uma crescente demanda pelo desenvolvimento de produtos botânicos para o controle dessa praga (Sola et al. 2014; Soares et al. 2019; Salazar et al. 2022).

Está bem estabelecido que os produtos botânicos não apenas matam artrópodes pragas, mas também afetam seu comportamento, desenvolvimento, reprodução e interferem em suas vias metabólicas (Isman 2006; Tak e Isman 2016). Além disso, os inseticidas naturais são considerados produtos ecologicamente corretos e facilmente degradáveis (Mossa 2016; Nollet e Rathore 2017); estão disponíveis em grandes quantidades e a um custo razoável; muitos podem apresentar diversos mecanismos de ação ainda inexplorados (Acheuk et al. 2022). Entretanto, apesar do grande número de óleos essenciais (OEs) testados contra insetos-praga, apenas alguns foram avaliados contra a traça-do-tomateiro (Soares et al. 2019).

Neste contexto, o uso de OEs é uma alternativa que se enquadra de forma adequada a programas de manejo integrado de pragas (MIP), visto que apresentam potencial como controladores de pragas e são abundantes em substâncias bioativas (Bibiano et al. 2022). Em adição, os OEs geralmente possuem baixa contaminação do ambiente, baixa permanência no solo e reduzem as chances de seleção de organismos resistentes por apresentarem diferentes mecanismos de ação (Chaudhari et al. 2021). Os OEs de plantas são comumente misturas complexas de terpenoides, e a atividade biológica parece, em geral, ser resultado da sinergia entre os constituintes (Tak e Isman 2015). Dentre esses efeitos observados sobre *T. absoluta*, constatou-se mortalidade (Ngongang et al. 2022), repelência (Essoung et al. 2020) e inibição da oviposição (Yarou et al. 2018).

Os OEs das plantas da família Myrtaceae representam uma classe de metabólitos secundários voláteis contendo terpenos e compostos aromáticos como componentes principais (Nouri-Ganbalani et al. 2016). Estas plantas estão ganhando crescente interesse em programas de MIP devido aos efeitos provocados como ação ovicida, larvicida e adulticida; atividade repelente; toxicidade fumigante e de contato (Ebadollahi 2013). Dentre as espécies com atividade inseticida, destaca-se *E. staigeriana* *M. alternifolia*. Diversos trabalhos salientaram a ação inseticida do OE de *E. staigeriana*, como efeito nocivo na oviposição e emergência de *Zabrotes subfasciatus* (Both, 1833) (Coleoptera: Bruchidae) e *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Chrysomelidae) (Brito et al. 2006); sobre a sobrevivência das fases de ovo, larva e adulta de *Lutzomyia longipalpis* (Lutz e Neiva, 1912) (Diptera: Psychodidae) (Maciel et al. 2010); repelência para *C. maculatus* (Gusmão et al. 2013) e para *Sitophilus zeamais* (Mots, 1885) (Coleoptera: Curculionidae) (Araújo et al. 2019); sobre parâmetros reprodutivos de *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) (Cruz et al. 2017), dentre outros. A toxicidade de *M. alternifolia* também foi comprovada sobre *S. zeamais* com ação fumigante (Liao et al. 2016); repelência e mortalidade por contato para *Myzus persicae* (Sulzer, 1776) (Hemiptera: Aphididae) (Chohan et al. 2018); efeito antialimentar para *Helicoverpa armigera* (Hübner, 1809) (Lepidoptera: Noctuidae) (Liao et al. 2017) e para *Spodoptera littoralis* (Boisadual, 1833) (Lepidoptera: Noctuidae) (Ismail et al. 2022), além de outros trabalhos. No entanto, estudos que avaliaram o potencial desses OEs no controle de *T. absoluta* ainda são escassos. Assim,

as espécies utilizadas para este estudo, possuem substâncias ativas com potencial para o controle da traça-do-tomateiro.

Em função dos efeitos negativos provocados por inseticidas sintéticos ao ambiente, pesquisas que busquem alternativas de controle de insetos-praga devem ser incentivadas. Desta forma, estudos com óleos essenciais de plantas devem ser realizados para determinação de seu potencial no controle da traça-do-tomateiro. Neste contexto, o objetivo do presente trabalho foi caracterizar quimicamente os OEs de *E. staigeriana* e *M. alternifolia* e avaliar seu potencial no controle de *T. absoluta*.

## **2. Material e métodos**

### **2.1 Material biológico e condições experimentais**

Ovos e lagartas de *T. absoluta* foram coletadas em plantas de tomate cultivadas junto ao Campus da Universidade Federal de Lavras (UFLA) e em lavoura da empresa Agroteste Ltda (21°12' S, 45°03' W). Após a coleta, os insetos foram transferidos para gaiolas acrílicas (60 × 30 × 30 cm), contendo ramos de tomate *Solanum lycopersicum* cv. Santa Clara para alimentação. Após a emergência dos adultos, cerca de 500 insetos foram coletados e colocados em uma nova gaiola contendo ramos de tomateiro que serviram como substratos de oviposição. Os ramos contendo os ovos foram removidos à cada quatro dias e colocados em gaiolas acrílicas para manutenção da criação em laboratório, visando fornecer insetos para os bioensaios. Os adultos foram alimentados com solução aquosa de mel (1:1) por meio de algodão umedecido colocado no interior da gaiola. A partir da segunda geração, lagartas de segundo ínstar e de mesma geração foram utilizadas nos bioensaios que foram conduzidos sob temperatura de  $24 \pm 2^\circ\text{C}$ , umidade relativa de  $70 \pm 10\%$  e fotofase de 12 h.

### **2.2 Obtenção dos OEs e caracterização química**

Os OEs das mirtáceas *M. alternifolia* e *E. staigeriana* foram adquiridos da Empresa Ferquima Indústria e Comércio Ltda., Vargem Grande Paulista, São Paulo - Brasil. De acordo com as informações obtidas dessa empresa a extração dos OEs foi feita por destilação a vapor das folhas. Os OEs adquiridos foram submetidos às análises químicas quantitativas e qualitativas de acordo com a metodologia descrita por Castro et al. (2022). Os OEs foram diluídos separadamente em acetato de etila (1%, v/v) e injetados automaticamente no

cromatógrafo usando um volume de injeção de 1,62  $\mu\text{L}$  em modo *split* na razão de injeção de 1:50. Empregou-se coluna capilar de sílica fundida HP-5MS (30 m de comprimento  $\times$  250  $\mu\text{m}$  de diâmetro interno  $\times$  0,25  $\mu\text{m}$  de espessura do filme) (Califórnia, EUA). Hélio foi utilizado como gás de arraste com fluxo de 1,2 mL/min; as temperaturas do injetor e do detector foram mantidas em 250°C e 300°C, respectivamente. A temperatura inicial do forno foi de 60 °C com uma rampa de temperatura de 3°C/min até 240 °C, seguida por rampas de 5°C/min até 120°C e 2°C/min até 160°C, finalizando com uma rampa de 10°C/min até 280°C. As concentrações dos analitos foram expressas pela média da porcentagem de área relativa dos picos cromatográficos  $\pm$  desvio padrão.

As análises qualitativas foram realizadas em Cromatógrafo Agilent® 7890A acoplado a um detector seletivo de massas Agilent® MSD 5975C (Agilent Technologies, Califórnia, EUA), operado por ionização de impacto eletrônico a 70 eV, em modo varredura, a uma velocidade de 1,0 scan/s, com intervalo de aquisição de massas de 40-400 m/z. As condições operacionais foram as mesmas empregadas nas análises por CG-DIC. Os constituintes químicos foram identificados por comparação dos seus índices de retenção relativos à co-injeção de uma solução padrão de *n*-alcanos (C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>) e/ou por comparação dos espectros de massas do banco de dados da biblioteca NIST/EPA/NHI (NIST 2008) e de literatura (Adams 2007). Os índices de retenção foram calculados usando a equação de van den Dool & Kratz (1963) e para as atribuições foram consultados índices de retenção descritos em literatura (Adams 2007).

### **2.3 Toxicidade aguda dos OEs para *T. absoluta* em ensaio de aplicação tópica**

Os OEs de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* foram diluídos previamente em acetona e aplicados topicamente no dorso das lagartas de segundo ínstar de *T. absoluta* na dose de 120  $\mu\text{g}$  /lagarta. Cada lagarta recebeu 1  $\mu\text{L}$  da solução em seu dorso usando uma microseringa (Hamilton® 25  $\mu\text{L}$ ). Os insetos do controle negativo foram tratados apenas com acetona. Foi utilizado o delineamento inteiramente casualizado, com 60 repetições por tratamento, sendo cada uma formada por uma lagarta disposta em placa de Petri de 5 cm de diâmetro contendo um folíolo de planta de tomate *S. lycopersicum* cv. Santa Clara para alimentação dos insetos. Sob o folíolo foi colocado um pedaço de papel-filtro umedecido em água destilada para manter sua turgidez. As avaliações de mortalidade das lagartas foram realizadas às 6, 12, 24,

36, 48 e 72 h após a aplicação dos tratamentos, com auxílio de microscópio estereoscópico (40x). O ensaio foi repetido duas vezes em dias diferentes.

#### **2.4 Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta de OEs para *T. absoluta***

O OE de *M. alternifolia* foi aplicado nas lagartas de *T. absoluta* nas doses de 30, 40, 55, 74 e 100 µg/lagarta e o OE de *E. staigeriana* foi empregado nas doses de 50, 62, 78, 97 e 120 µg/lagarta. Essas doses foram determinadas por progressão aritmética em testes prévios, visando obter porcentagens médias de mortalidade entre 20 a 90% (Finney 1971). O controle negativo foi formado por somente acetona. Os tratamentos foram aplicados topicamente no dorso das lagartas de segundo ínstar de *T. absoluta* conforme descrito no subitem 2.3. Foi utilizado o delineamento inteiramente casualizado, com 60 repetições por tratamento.

#### **2.5 Efeitos de doses subletais de OEs nos parâmetros de história de vida de *T. absoluta***

Para o bioensaio de tabela de vida, cerca de 200 casais de adultos de *T. absoluta* com cerca de 72 h da emergência foram mantidos em gaiolas de acrílico (60 × 30 × 30 cm) contendo plantas de tomateiro cv. Santa Clara (15 cm de altura) por 48 h para oviposição. As plantas foram observadas diariamente para verificar o aparecimento de lagartas de 2º ínstar, quando foram retiradas com o auxílio de um pincel e submetidas à aplicação dos tratamentos. Os OEs foram empregados em doses equivalentes à DL50 estimada (subitem 3.3). Os tratamentos foram constituídos por acetona (controle negativo); *M. alternifolia* (76,5 µg do OE/lagarta) e *E. staigeriana* (78,5 µg do OE/lagarta). Os tratamentos foram aplicados no dorso das lagartas com auxílio de microsseringa (Hamilton® 25 µL), conforme descrito anteriormente (subitem 2.3). Em seguida, as lagartas foram individualizadas em placas de Petri (2 cm de altura × 5 de diâmetro) e alimentadas à cada 72 h com folíolos de plantas de tomate que continham seus pecíolos envoltos em algodão umedecido e inserido em um microtubo. Todas as placas foram vedadas com plástico filme de PVC que apresentavam pequenos furos para permitir a troca gasosa e estabilização da umidade. O delineamento experimental utilizado foi inteiramente casualizado, com três tratamentos e 100 repetições, sendo cada uma formada por uma placa de Petri com uma lagarta de 2º ínstar tratada. A

duração dos ínstaes, a sobrevivência larval e pupal, e duração larval e pupal dos insetos foram avaliados diariamente após a aplicação tópica dos OEs.

Para avaliar os efeitos dos óleos em adultos provenientes de lagartas tratadas, foram formados casais com adultos recém-emergidos, e com no máximo 48 h de idade, para avaliar a sua reprodução e longevidade. Cada casal foi acondicionado em uma placa de Petri (2 cm de altura  $\times$  15 cm de diâmetro) coberta com filme plástico de PVC com pequenos orifícios feitos com alfinete entomológico para evitar a fuga de insetos e possibilitar a troca gasosa. Cada placa de Petri continha um pedaço de algodão umedecido com solução 1:1 de mel e água e uma muda de tomate (com 5 folíolos) com seu caule envolto em algodão umedecido e colocado em um microtubo Eppendorf<sup>®</sup>, que serviu de substrato para a oviposição. Dessa forma, foram avaliados o período de oviposição, a sobrevivência, a longevidade de machos e fêmeas, e a fecundidade.

## 2.6 Análises estatísticas

Os dados referentes à toxicidade aguda de óleos essenciais foram submetidos aos testes de Shapiro-Wilk e de Bartlett para verificar os pressupostos de normalidade e homocedasticidade. Como não assumiram distribuição normal, foram ajustados ao GLM (Generalized Linear Models) (subitem 3.2).

Os dados relativos à sobrevivência dos insetos, ao longo do tempo, foram analisados por meio do estimador não paramétrico de Kaplan–Meier e submetidos ao teste de log-rank por meio do pacote survival. As curvas de sobrevivência foram comparadas pelo teste de comparação múltipla de pairwise. Foi estimado o tempo letal mediano ( $TL_{50}$ ) para cada tratamento (subitem 3.3). Para determinar a dose letal 50 ( $DL_{50}$ ), os dados foram submetidos à análise Logit, utilizando o pacote drc (Ritz et al. 2015) (subitem 3.3). Essas análises foram realizadas usando o programa estatístico R<sup>®</sup> (R Core Team 2021).

O processamento da análise dos dados para confecção das tabelas de vida (subitem 3.4) foi realizado por meio do programa TWSEX-MSCHART (Chi 2014; Chi et al. 2022). Os parâmetros biológicos avaliados foram a taxa de sobrevivência por idade-específica ( $S_{xj}$ ), sobrevivência por idade-específica ( $l_x$ ), fertilidade por idade e fase de desenvolvimento ( $f_x$ ), fertilidade por idade-específica ( $m_x$ ), maternidade por idade-específica ( $l_x m_x$ ); expectativa de vida por idade-específica ( $e_{xj}$ ); valor reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ ), taxa reprodutiva

líquida ( $R_0$ ), taxa intrínseca de aumento ( $r$ ), taxa finita de aumento ( $\lambda$ ) e tempo médio de geração ( $T$ ). As médias, variâncias e erro padrão dos parâmetros foram comparados em pares entre os tratamentos pelo método bootstrap com 100.000 réplicas (Efron e Tibshirani 1994). A tabela de vida considera as médias dos parâmetros de sobrevivência, expectativa de vida e fecundidade até o momento em que atinge a idade  $x$  e estágio  $j$ . As diferenças entre tratamentos foram analisados por meio do teste de bootstrap pareado com nível de significância de 5%.

### 3. Resultados

#### 3.1. Caracterização química dos OEs

A análise química do OE de *E. staigeriana* indicou a presença de vinte e cinco constituintes, sendo que os principais compostos foram limoneno, neral e geranial. O OE de *M. alternifolia* apresentou 19 compostos químicos, sendo  $\alpha$ -Terpineno,  $\gamma$ -Terpineno e 4-Terpineol os compostos majoritários (Tabela 1).

#### 3.2. Toxicidade aguda dos OEs para *T. absoluta* em ensaio de aplicação tópica

Os OEs de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* causaram 100% de mortalidade de lagartas de *T. absoluta* na dose de 120  $\mu\text{g}$ /lagarta. O  $\text{TL}_{50}$  para ambos os OEs foi de apenas 6 h. Destaca-se após 36 h após a aplicação, 100% dos insetos estavam mortos ( $\chi^2 = 183$ ; d.f.= 2;  $p < 0,001$ ) (Figura 1).

#### 3.3. Determinação das curvas de dose-resposta e tempo-resposta de OEs para *T. absoluta*

Após aplicação dos OEs sobre lagartas de segundo ínstar de *T. absoluta*, verificou-se que o OEs de *E. staigeriana* e *M. alternifolia* apresentaram valores de  $\text{DL}_{50}$  e  $\text{DL}_{90}$  semelhantes (Tabela 2).

Foi constatado aumento na mortalidade das lagartas de acordo com o incremento na dose do OE de *M. alternifolia* aplicado nas lagartas de *T. absoluta* ( $\chi^2 = 223$ ; d.f.= 5;  $p < 0,001$ ). A maior dose, 100  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  apresentou  $\text{TL}_{50}$  de 48 h (Figura 2).

Quando as lagartas de *T. absoluta* foram submetidas à aplicação de diferentes doses do OE de *E. staigeriana* houve diferença entre os tratamentos ( $\chi^2 = 242$ ; d.f= 5;  $p < 0,001$ ). Para a maior dose (120  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) o  $\text{TL}_{50}$  foi de 24 h (Figura 3).

### 3.4. Efeitos de doses subletais de OEs nos parâmetros de história de vida de *T. absoluta*

Observou-se que o OE de *M. alternifolia* reduziu o tempo de desenvolvimento das lagartas no terceiro e quarto ínstaes quando comparado com os demais tratamentos, e aumentou a duração da fase de pupa em comparação com o controle acetona. O OE de *E. staigeriana* reduziu a longevidade dos adultos provenientes de lagartas de segundo ínstar tratadas. O OE de *M. alternifolia* diminuiu o ciclo de vida de fêmeas e o de *E. staigeriana* prolongou esse parâmetro biológico; a longevidade dos adultos reduziu nos tratamentos com óleos essenciais (Tabela 3).

O período de oviposição aumentou no tratamento com óleo de *E. staigeriana*, sendo que os demais parâmetros não foram afetados pelos tratamentos (Tabela 4). A taxa de sobrevivência idade-específica ( $s_{xj}$ ) foi afetada pelos tratamentos. Ambos OEs prolongaram o quarto ínstar, o estágio de pupa e apresentaram redução de sobrevivência dos adultos (machos e fêmeas) (Figura 4).

Observou-se que a expectativa de vida por idade-específica ( $e_{xj}$ ) decresceu com o tempo e foi de forma contínua no tratamento com acetona. Entretanto, houve oscilações ao longo do ciclo nos demais tratamentos (Figura 5).

Verificou-se que a curva da taxa de sobrevivência por idade-específica ( $l_x$ ) decresceu a partir do 6º ao 9º dia de vida dos insetos nos tratamentos com OEs. No entanto, no tratamento com acetona esse decréscimo foi observado mais tardiamente no 28º dia do ciclo de vida. Constatou-se que ocorreu atraso e menor pico da fecundidade por idade-específica ( $f_{xj}$ ) no tratamento com OE de *E. staigeriana*, com cerca de 15 ovos no 24º dia, enquanto que nos demais tratamentos o pico de fecundidade ocorreu no 19º dia do ciclo, com cerca de 30 ovos (Figura 6).

Os parâmetros reprodutivos não foram influenciados pelos OEs, exceto o tempo de oviposição que aumentou no tratamento com OE de *E. staigeriana* (Tabela 4). Ao analisar o valor reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ ), verificou-se que no tratamento com OE de *M.*

*Alternifolia* as fêmeas atingiram menor pico, com cerca de 40 ovos, enquanto nos demais tratamentos os valores foram em torno de 70 ovos (Figura 7).

Os OEs causaram menores valores de taxa intrínseca de aumento ( $r$ ), taxa finita de aumento ( $\lambda$ ) e taxa reprodutiva líquida ( $RO$ ). Quanto à taxa bruta de reprodução (GRR) apenas o tratamento com OE de *E. staigeriana* diferiu-se da acetona (Tabela 5).

#### 4. Discussão

Os OEs de plantas aromáticas e seus principais constituintes são considerados uma alternativa aos pesticidas convencionais para o controle populacional de muitos artrópodes-pragas (Mc Donnell et al. 2016; Soares et al. 2019; Salazar et al. 2022); entretanto, até o momento, poucos desses compostos foram avaliados quanto à sua performance no controle de *T. absoluta* (Soares et al. 2019; Ahmed et al. 2022; Pinto et al. 2022). Os OEs de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* apresentaram atividade inseticida para importantes insetos-praga, como *Lucilia cuprina* (Wiedemann, 1830) (Diptera: Calliphoridae), *C. maculatus*, *Paropsisterna tigrina* e *Faex* sp. (Coleoptera: Chrysomelidae), *S. frugiperda* e *S. zeamais* (Callander e James 2012; Gusmão et al. 2013; Bustos-Segura et al. 2015; Cruz et al. 2017; Araújo et al. 2019). No entanto, nenhum trabalho avaliou o efeito inseticida desses OEs sobre *T. absoluta* até o presente momento. Liao et al. (2016) avaliaram a toxicidade do OE de *M. alternifolia* para *Helicoverpa armigera* (Hübner) (Lepidoptera: Noctuidae) e constataram alta mortalidade, com  $DL_{50}$  de 50,28  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  e também observaram deterrência alimentar. A  $DL_{50}$  estimada para os OEs de *M. alternifolia* e de *E. staigeriana* para *T. absoluta* foi de 76,5  $\mu\text{g}/\text{lagarta}$  e 78,5  $\mu\text{g}/\text{lagarta}$ . Segundo Silva et al. (2013), a obtenção de elevadas taxas de mortalidade em populações de insetos-praga não deve ser o principal objetivo do uso de OEs. Geralmente, altas taxas de mortalidade resultam do uso de altas concentrações e grandes quantidades da matéria-prima do óleo. Assim, efeitos negativos sobre o ciclo de vida, oviposição, reprodução e parâmetros demográficos também são desejáveis no manejo de populações de insetos-praga.

A investigação da composição química de produtos naturais é muito importante durante o processo de desenvolvimento de novos compostos, especialmente tendo em vista a variedade da flora mundial (Isman 2006; Isman et al. 2011). Neste sentido, o presente estudo, identificou os constituintes dos OEs de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* usando CG/EM, sendo

verificado que o composto 4-Terpineol (42,23%) foi o mais abundante no OE de *M. alternifolia* revelando-se ser o quimiotipo. Vários estudos demonstraram que o 4-Terpineol é um monoterpeneo presente nos OEs de muitas plantas aromáticas (Nóbrega et al. 2014; Raina e Abraham 2015; Baldissera et al. 2016). Os componentes principais do OE de *M. alternifolia* foram semelhantes aos relatados por outros autores, com pequenas variações nas porcentagens de  $\alpha$ -Terpineno (11%),  $\gamma$ -Terpineno (21%) e 4-Terpineol (40%) (Liao et al. 2017; Chohan et al. 2018).

Os OEs de *Eucalyptus* spp. são complexas misturas de vários componentes orgânicos voláteis (Salgado et al. 2003; Dhakad et al. 2018), cuja a composição e proporção variam com as espécies vegetais (Brooker e Kleinig 2006; Khammassi et al. 2022). Os resultados da CG-EM encontrados para o OE de *E. staigeriana* corroboram com os encontrados por Gusmão et al. (2013), com pequenas variações na porcentagem dos compostos limoneno (28,7%), geranial (15,2 %) e neral (12,16 %). Entretanto variações na composição química do OE de *E. staigeriana* foram observadas por Macedo et al. (2010), onde foi encontrado limoneno (28,82%), e-citral (14,16%) e z-citral (10,77%). No trabalho de Ribeiro et al. (2013) a análise química demonstrou que o OE de *E. staigeriana* é formado por limoneno (72,9%), cineol (9,5%) e o-cimeno (4,59%). Diferenças na composição química de OEs são geralmente devido à localização da planta, clima, tipo de solo, regime de fertilidade, método usado para secar o material vegetal e o método de extração do óleo (Chiasson et al. 2001; Brooker e Kleinig 2006; Gherairia et al. 2022).

Com relação ao modo de ação dos OEs e/ou seus constituintes, Liao et al. (2017) observaram que o OE de *M. alternifolia* inibiu as atividades das enzimas acetilcolinesterase (AChE) e glutathione-S-transferase GST em *H. armigera*. Zhi-bo et al. (2009) constataram que 4-Terpineol inibiu fortemente a atividade da  $\text{Na}^+/\text{K}^+ \text{--ATPase}$  em *Musca domestica* (Linnaeus) (Diptera: Muscidae); enquanto Huang et al. (2022) verificaram que o composto majoritário 4-Terpineol do OE de *M. alternifolia* reduziu a ação das enzimas GST, catalase (CAT), AChE e da bomba de sódio/potássio ( $\text{Na}^+/\text{K}^+ \text{--ATPase}$ ) em *Plutella xylostella* (Linnaeus) (Lepidoptera: Plutellidae).

Dentre os compostos majoritários presentes no OE de *E. staigeriana*, sabe-se que o limoneno é um monoterpeneo com atividade tóxica via penetração na cutícula (efeito de contato), via sistema respiratório (efeito de fumigação) e/ou via sistema digestivo (efeito de

ingestão) (Cruz et al. 2017). O efeito tóxico geralmente ocorre por meio da inibição da AChE, levando o inseto a um estado de hiperexcitabilidade pelo acúmulo de acetilcolina e subsequente morte (Cruz et al. 2017). A enzima AchE catalisa a quebra do neurotransmissor acetilcolina restabelecendo o potencial de repouso da membrana celular, cessando a transmissão do impulso nervoso (Rajashekar et al. 2014; Bezerra da Silva et al. 2016; Johnson et al. 2021), o que causa ataxia, paralisia e morte do inseto (Lu et al. 2013; Oboh et al. 2017).

Oboh et al. (2017) avaliaram a toxicidade fumigante e o mecanismo de ação do OE de *Citrus sinensis* (Rutaceae) contra *Tribolium confusum* (Jacquelin Duval) (Coleoptera: Tenebrionidae), *C. maculatus* e *Sitophilus oryzae* (Linnaeus) (Coleoptera: Curculionidae), e constataram que o constituinte majoritário presente no OE foi o limoneno (92,14%). Os estudos bioquímicos demonstraram que o OE de *C. sinensis* exibiu efeitos inibitórios das atividades da AChE e de Na<sup>+</sup>/K<sup>+</sup>-ATPase. Um importante alvo para o desenvolvimento de produtos botânicos é a Na<sup>+</sup>/K<sup>+</sup>-ATPase, pois é uma bomba iônica de Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup> que desempenha um papel crítico na equilíbrio e transmissão de impulsos nervosos nos insetos (Cheng et al. 2016).

Foi observado que lagartas de *S. frugiperda* quando submetidas ao limoneno, por contato tópico e em altas doses, exibiram um estado de hiperexcitação, seguida por uma paralisia e morte (Liao et al. 2016), semelhante ao modo de ação de inseticidas sintéticos dos grupos químicos dos organofosforados e carbamatos, que são comumente usados no controle de *T. absoluta*. Esses autores também verificaram efeitos adversos na nutrição de *S. frugiperda*, com redução das quantidades de lipídeos, proteínas, carboidratos e açúcares totais. O limoneno induziu apoptose, o que afetou a reprodução do inseto e parâmetros essenciais para sua sobrevivência e estabelecimento em culturas agrícolas.

No presente trabalho, observou-se que os insetos expostos às DL<sub>50</sub> dos OEs de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* reduziram os parâmetros que indicam o crescimento populacional de *T. absoluta*, como a taxa intrínseca de crescimento, taxa finita de crescimento e taxa líquida de reprodução. As análises toxicológicas que consideram parâmetros populacionais são mais eficientes na avaliação do impacto do composto sobre o inseto em períodos prolongados quando comparado a estudos apenas do efeito letal (Stark e Banks 2003). Portanto, o uso de tabelas de vida por estágio de desenvolvimento para ambos

sexos permite determinar com mais precisão as mudanças populacionais do artrópode-praga, pois incorpora as taxas dinâmicas de desenvolvimento no tempo e diferenciação dos estágios individuais de crescimento (Chi 1988).

## **5. Conclusão**

Os OEs de *M. alternifolia* e *E. staigeriana* são tóxicos para *T. absoluta*. Os OEs de *M. alternifolia* continha dezenove compostos químicos, sendo os majoritários 4-Terpineol,  $\gamma$ -terpineno e  $\alpha$ - terpineno. O OE de *E. staigeriana* apresentou vinte e cinco constituintes, sendo que os compostos majoritários limoneno, geranial e neral. Constatou-se que os OEs das duas espécies de plantas afetaram negativamente a duração da fase de pupa e longevidade dos insetos, e também parâmetros demográficos da tabela de vida da praga.

## 6. Referências

- Acheuk F, Basiouni S, Shehata AA, et al (2022) Status and prospects of botanical biopesticides in Europe and Mediterranean countries. *Biomolecules* 12:311
- Adams RP (2007) Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. Allured publishing corporation Carol Stream
- Ahmed DM, Mohsen AE-AMA, El-Deeb MA, et al (2022) The larvicidal effect of neemazal T/S, clove oil and ginger oil on tomato leafminer, *Tuta absoluta* compared to coragen. *Saudi J Biol Sci* 29:1447–1455
- Araújo A, Oliveira JV de, França SM, et al (2019) Toxicidade e repelência de óleos essenciais no manejo de *Sitophilus zeamais*. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental* 23:372–377
- Baldissera MD, Grando TH, Souza CF, et al (2016) In vitro and in vivo action of terpinen-4-ol,  $\gamma$ -terpinene, and  $\alpha$ -terpinene against *Trypanosoma evansi*. *Exp Parasitol* 162:43–48
- Bezerra da Silva C, Pott A, Elifio-Esposito S, et al (2016) Effect of donepezil, tacrine, galantamine and rivastigmine on acetylcholinesterase inhibition in *Dugesia tigrina*. *Molecules* 21:53
- Bibiano CS, Alves DS, Freire BC, et al (2022) Toxicity of essential oils and pure compounds of Lamiaceae species against *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) and their safety for the nontarget organism *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae). *Crop Protection* 158:106011
- Biondi A, Guedes RNC, Wan F-H, Desneux N (2018) Ecology, worldwide spread, and management of the invasive South American tomato pinworm, *Tuta absoluta*: past, present, and future. *Annu Rev Entomol* 63:239–258
- Biondi A, Zappalà L, Stark JD, Desneux N (2013) Do biopesticides affect the demographic traits of a parasitoid wasp and its biocontrol services through sublethal effects? *PLoS One* 8:e76548
- Biratu W (2018) Review on the effect of climate change on tomato (*Solanum Lycopersicon*) production in Africa and mitigation strategies. *Journal of Natural Sciences Research* 8:2225–2921
- Brooker MIH, Kleinig DA (2006) Field Guide to Eucalyptus, vol. 1, Bloomings. Melbourne, South-eastern Australia

- Bustos-Segura C, Külheim C, Foley W (2015) Effects of terpene chemotypes of *Melaleuca alternifolia* on two specialist leaf beetles and susceptibility to myrtle rust. *J Chem Ecol* 41:937–947
- Callander JT, James PJ (2012) Insecticidal and repellent effects of tea tree (*Melaleuca alternifolia*) oil against *Lucilia cuprina*. *Vet Parasitol* 184:271–278
- Chaudhari AK, Singh VK, Kedia A, et al (2021) Essential oils and their bioactive compounds as eco-friendly novel green pesticides for management of storage insect pests: prospects and retrospects. *Environ. Sci. Pollut. Res* 28:18918–18940
- Cheng D, Feng M, Ji Y, et al (2016) Effects of celangulin IV and V from *Celastrus angulatus* Maxim on Na<sup>+</sup>/K<sup>+</sup>-ATPase activities of the oriental armyworm (Lepidoptera: Noctuidae). *J. Insect Sci.* 16:59
- Chi H (2014) TWOSEX-MSChart: a computer program for the age-stage, two-sex life table analysis
- Chi H (1988) Life-table analysis incorporating both sexes and variable development rates among individuals. *Environ Entomol* 17:26–34
- Chi H, Güncan A, Kavousi A, et al (2022) TWOSEX-MSChart: the key tool for life table research and education. *Entomol Gen*
- Chiasson H, Bélanger A, Bostanian N, et al (2001) Acaricidal properties of *Artemisia absinthium* and *Tanacetum vulgare* (Asteraceae) essential oils obtained by three methods of extraction. *J Econ Entomol* 94:167–171
- Chohan TA, Chohan TA, Zhou L, et al (2018) Repellency, toxicity, gene expression profiling and in silico studies to explore insecticidal potential of *Melaleuca alternifolia* essential oil against *Myzus persicae*. *Toxins (Basel)* 10:425
- Cruz GS, Wanderley-Teixeira V, Oliveira JV, et al (2017) Effect of trans-anethole, limonene and their combination in nutritional components and their reflection on reproductive parameters and testicular apoptosis in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Chem Biol Interact* 263:74–80
- Desneux N, Wajnberg E, Wyckhuys KAG, et al (2010) Biological invasion of European tomato crops by *Tuta absoluta*: ecology, geographic expansion and prospects for biological control. *J Pest Sci* 83:197–215
- Desneux N, Nicolas et al. (2021) Integrated pest management of *Tuta absoluta*: practical implementations across different world regions. *J Pest Sci*, 95: 17–39

- Dhakad AK, Pandey V v., Beg S, et al (2018) Biological, medicinal and toxicological significance of *Eucalyptus* leaf essential oil: a review. *J Sci Food Agric* 98:833–848.
- Ebadollahi A (2013) Essential oils isolated from Myrtaceae family as natural insecticides. *Annu Res Rev Biol* 148–175
- Efron B, Tibshirani RJ (1994) An introduction to the bootstrap. CRC press
- EPPO (2023) *Spodoptera frugiperda* (LAPHFR) - distribution. In: EPPO. <https://gd.eppo.int/taxon/GNORAB/distribution>. Accessed 17 Nov 2022
- Essoung FRE, Tadjong AT, Chhabra SC, et al (2020) Repellence and fumigant toxicity of essential oils of *Ocimum gratissimum* and *Ocimum kilimandscharicum* on *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae). *Environmental Science and Pollution Research* 27:37963–37976
- Finney DJ (1971) Probit analysis, Cambridge University Press. Cambridge, UK
- Garcia MF, Espul JC (1982) Bioecology of the tomato moth (*Scrobipalpula absoluta*) in Mendoza, Argentine Republic. *Rev. Investig. Agropecu.* 17:135–146
- Gherairia N, Boukerche S, Mustapha MA, Chefrou A (2022) Effects of biotic and abiotic factors on the yield and chemical composition of essential oils from four *Thymus* species wild growing in Northeastern Algeria. *Jordan J Biol Sci*
- Guedes RNC, Picanço MC (2012) The tomato borer *Tuta absoluta* in South America: pest status, management and insecticide resistance. *EPPO bulletin* 42:211–216
- Guedes RNC, Roditakis E, Campos MR, et al (2019) Insecticide resistance in the tomato pinworm *Tuta absoluta*: patterns, spread, mechanisms, management and outlook. *J Pest Sci* 92:1329–1342
- Guedes RNC, Siqueira HAA (2012) The tomato borer *Tuta absoluta*: insecticide resistance and control failure. *CABI Reviews* 1–7
- Gusmão NMS, de Oliveira J v, do AF Navarro DM, et al (2013) Contact and fumigant toxicity and repellency of *Eucalyptus citriodora* Hook., *Eucalyptus staigeriana* F., *Cymbopogon winterianus* Jowitt and *Foeniculum vulgare* Mill. essential oils in the management of *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae). *J Stored Prod Res* 54:41–47
- Haddi K, Berger M, Bielza P, et al (2017) Mutation in the ace-1 gene of the tomato leaf miner (*Tuta absoluta*) associated with organophosphates resistance. *J. Appl. Entomol.* 141:612–619

- Haddi K, Berger M, Bielza P, et al (2012) Identification of mutations associated with pyrethroid resistance in the voltage-gated sodium channel of the tomato leaf miner (*Tuta absoluta*). *Insect Biochem Mol Biol* 42:506–513
- Huang X, Du L, Liu T, et al (2022) Insecticidal activity of a component (-)-4-Terpineol, isolated from the essential oil of *Artemisia lavandulaefolia* DC. against *Plutella xylostella* (L.). *Insects* 13:1126
- Ismail SM, Hassan NA, Wahba TF, Shaker N (2022) Chemical composition and bioactivities of *Melaleuca alternifolia* essential oil and its main constituents against *Spodoptera littoralis* (Boisadual, 1833). *Bull Natl Res Cent* 46:1–6
- Isman MB (2006) Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annu Rev Entomol* 51:45–66
- Isman MB, Miresmailli S, Machial C (2011) Commercial opportunities for pesticides based on plant essential oils in agriculture, industry and consumer products. *Phytochem Rev* 10:197–204
- Johnson TO, Abolaji AO, Omale S, et al (2021) Benzo [a] pyrene and Benzo [a] pyrene-7, 8-dihydrodiol-9, 10-epoxide induced locomotor and reproductive senescence and altered biochemical parameters of oxidative damage in Canton-S *Drosophila melanogaster*. *Toxicol Rep* 8:571–580
- Khammassi M, Polito F, Amri I, et al (2022) Chemical composition and phytotoxic, antibacterial and antibiofilm activity of the essential oils of *Eucalyptus occidentalis*, *E. striatocalyx* and *E. stricklandii*. *Molecules* 27:5820
- Liao M, Xiao J, Zhou L, et al (2017) Chemical composition, insecticidal and biochemical effects of *Melaleuca alternifolia* essential oil on the *Helicoverpa armigera*. *J. Appl. Entomol.* 141:721–728
- Liao M, Xiao J-J, Zhou L-J, et al (2016) Insecticidal activity of *Melaleuca alternifolia* essential oil and RNA-Seq analysis of *Sitophilus zeamais* transcriptome in response to oil fumigation. *PLoS One* 11:e0167748
- lo Pinto M, Vella L, Agrò A (2022) Oviposition deterrence and repellent activities of selected essential oils against *Tuta absoluta* Meyrick (Lepidoptera: Gelechiidae): laboratory and greenhouse investigations. *Int J Trop Insect Sci* 42:3455–3464
- Lu YH, He YP, Gao XW (2013) Comparative studies on acetylcholinesterase characteristics between the aphids, *Sitobion avenae* and *Rhopalosiphum padi*. *J Insect Sci.*

- Macedo ITF, Bevilaqua CML, de Oliveira LMB, et al (2010) Anthelmintic effect of *Eucalyptus staigeriana* essential oil against goat gastrointestinal nematodes. *Vet Parasitol* 173:93–98
- Maciel M v, Morais SM, Bevilaqua CML, et al (2010) Chemical composition of *Eucalyptus* spp. essential oils and their insecticidal effects on *Lutzomyia longipalpis*. *Vet Parasitol* 167:1–7
- Mahlangu L, Sibisi P, Nofemela RS, et al (2022) The differential effects of *Tuta absoluta* infestations on the physiological processes and growth of tomato, potato, and eggplant. *Insects* 13:754-760
- Mc Donnell R, Yoo J, Patel K, et al (2016) Can essential oils be used as novel drench treatments for the eggs and juveniles of the pest snail *Cornu aspersum* in potted plants? *J Pest Sci* 89:549–555
- Mossa A-TH (2016) Green pesticides: Essential oils as biopesticides in insect-pest management. *Int. J. Sci. Environ. Technol.*9:354
- Ngongang MDT, Eke P, Sameza ML, et al (2022) Chemical constituents of essential oils from *Thymus vulgaris* and *Cymbopogon citratus* and their insecticidal potential against the tomato borer, *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae). *Int J Trop Insect Sci* 42:31–43
- NIST (2008) PC version 2.0 of the NIST/EPA/NIH mass spectral library. In: National Institute of Standards and Technology Gaithersburg
- Nóbrega FFF, Salvadori MGSS, Masson CJ, et al (2014) Monoterpenoid terpinen-4-ol exhibits anticonvulsant activity in behavioural and electrophysiological studies. *Oxid Med Cell Longev*
- Nollet LML, Rathore HS (2017) Green pesticides handbook: Essential oils for pest control. CRC Press
- Nouri-Ganbalani G, Ebadollahi A, Nouri A (2016) Chemical composition of the essential oil of *Eucalyptus procera* Dehnh. And its insecticidal effects against two stored product insects. *J. Essent. Oil-Bear* 19:1234–1242
- Oboh G, Ademosun AO, Olumuyiwa TA, et al (2017) Insecticidal activity of essential oil from orange peels (*Citrus sinensis*) against *Tribolium confusum*, *Callosobruchus maculatus* and *Sitophilus oryzae* and its inhibitory effects on acetylcholinesterase and Na<sup>+</sup>/K<sup>+</sup>-ATPase activities. *Phytoparasitica* 45:501–508
- Price PW (1997) *Insect ecology*. John Wiley & Sons

- Raina AP, Abraham Z (2015) Chemical composition of essential oils obtained from plant parts of *Alpinia calcarata* rosc. (lesser galangal) germplasm from south India. *J. Essent. Oil Res.* 27:238–243
- Rajashekar Y, Raghavendra A, Bakthavatsalam N (2014) Acetylcholinesterase inhibition by biofumigant (Coumaran) from leaves of *Lantana camara* in stored grain and household insect pests. *Biomed Res Int* 2014:
- R Development Core Team (2020) R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, <https://www.rproject.org>
- Ribeiro WLC, Macedo ITF, dos Santos JML, et al (2013) Activity of chitosan-encapsulated *Eucalyptus staigeriana* essential oil on *Haemonchus contortus*. *Exp Parasitol* 135:24–29
- Roditakis E, Skarmoutsou C, Staurakaki M (2013) Toxicity of insecticides to populations of tomato borer *Tuta absoluta* (Meyrick) from Greece. *Pest Manag Sci* 69:834–840
- Salazar AM, Arismendi N, López MD, et al (2022) Stability of the oil-based nanoemulsion of *Laureliopsis philippiana* (Looser) and its insecticidal activity against tomato borer (*Tuta absoluta* Meyrick). *Ind Crops Prod* 188:115635
- Salgado APSP, Cardoso M das G, Souza PE de, et al (2003) Avaliação da atividade fungitóxica de óleos essenciais de folhas de *Eucalyptus* sobre *Fusarium oxysporum*, *Botrytis cinerea* e *Bipolaris sorokiniana*. *Ciênc. Agrotec* 27:249–254
- Silva GA, Picanço MC, Bacci L, et al (2011) Control failure likelihood and spatial dependence of insecticide resistance in the tomato pinworm, *Tuta absoluta*. *Pest Manag Sci* 67:913–920
- Silva JF, Melo BA, Pessoa EB, et al (2013) Plant extracts for the control the bean weevil *Zabrotes subfaciatus* (Boheman, 1833) (Coleoptera: Bruchidae). *Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável* 8:1–5
- Soares MA, Campos MR, Passos LC, et al (2019) Botanical insecticide and natural enemies: a potential combination for pest management against *Tuta absoluta*. *J Pest Sci* 92:1433–1443
- Sola P, Mvumi BM, Ogendo JO, et al (2014) Botanical pesticide production, trade and regulatory mechanisms in sub-Saharan Africa: making a case for plant-based pesticidal products. *Food Secur* 6:369–384
- Stark JD, Banks JE (2003) Population-level effects of pesticides and other toxicants on arthropods. *Annu Rev Entomol* 48:505

- Tak J-H, Isman MB (2016) Metabolism of citral, the major constituent of lemongrass oil, in the cabbage looper, *Trichoplusia ni*, and effects of enzyme inhibitors on toxicity and metabolism. *Pestic Biochem Physiol* 133:20–25
- Tak J-H, Isman MB (2015) Enhanced cuticular penetration as the mechanism for synergy of insecticidal constituents of rosemary essential oil in *Trichoplusia ni*. *Sci Rep* 5:1–10
- Team RDC (2009) A language and environment for statistical computing. [http://www R-project org](http://www.R-project.org)
- van den Dool H, Kratz PD (1963) A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography
- Yarou BB, Bawin T, Boullis A, et al (2018) Oviposition deterrent activity of basil plants and their essentials oils against *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae). *Environ. Sci. Pollut. Res.*25:29880–29888

## 7. Legenda das Figuras

**Figura 1.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Tuta absoluta* que foram tratadas topicamente com os óleos essenciais de *Eucalyptus staigeriana* e *Melaleuca alternifolia*.

**Figura 2.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Tuta absoluta* que foram tratadas topicamente com diferentes doses do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia*.

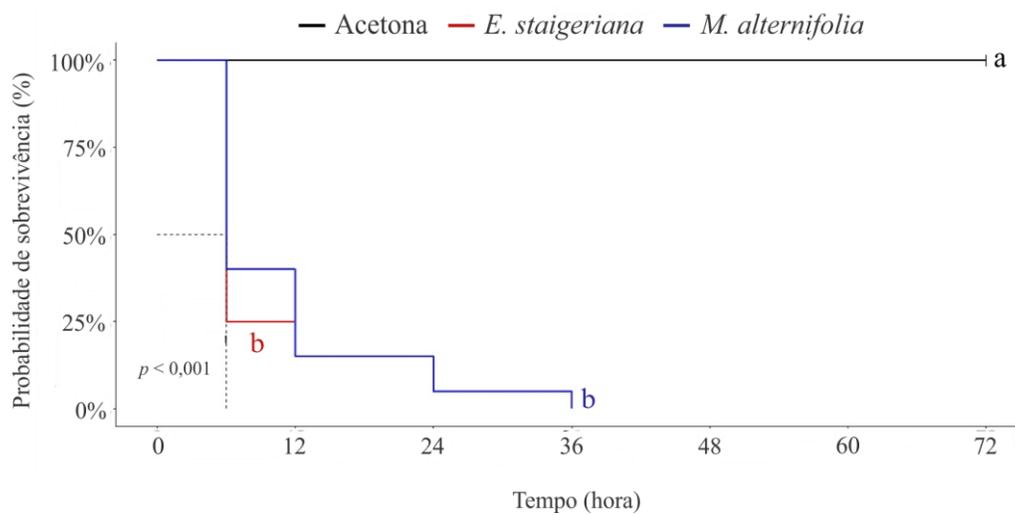
**Figura 3.** Análise de sobrevivência das lagartas de *Tuta absoluta* que foram tratadas topicamente com diferentes doses do óleo essencial de *Eucalyptus staigeriana*.

**Figura 4.** Taxa de sobrevivência idade-específica ( $s_{xj}$ ) de *Tuta absoluta* nos tratamentos acetona, *Eucalyptus staigeriana* e *Melaleuca alternifolia*. L1 = lagarta de 1º ínstar, L2 = lagarta de 2º ínstar, L3 = lagarta de 3º ínstar e L4 = lagarta de 4º ínstar.

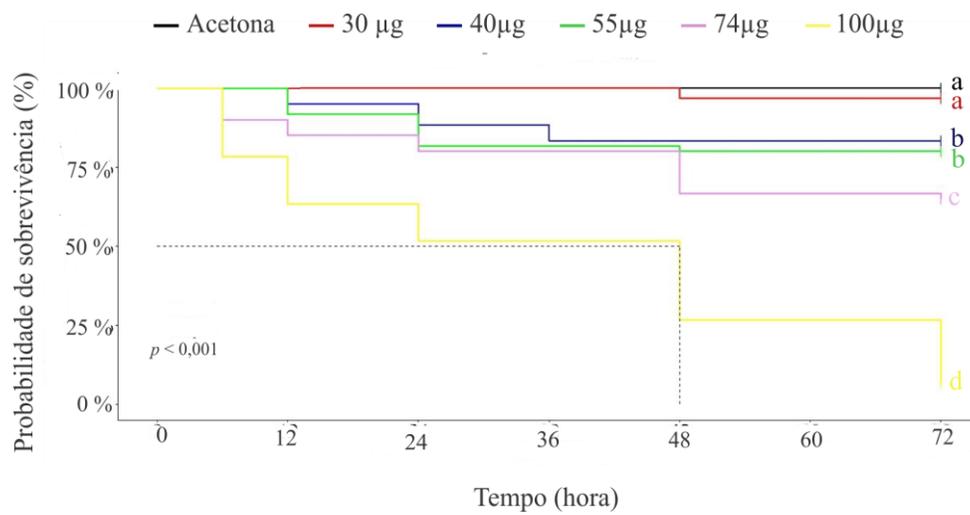
**Figura 5.** Expectativa de vida por idade-específica ( $e_{xj}$ ) de *Tuta absoluta* nos tratamentos acetona, *Eucalyptus staigeriana* e *Melaleuca alternifolia*. L1 = lagarta de 1º ínstar, L2 = lagarta de 2º ínstar, L3 = lagarta de 3º ínstar e L4 = lagarta de 4º ínstar.

**Figura 6.** Taxa de sobrevivência por idade-específica ( $l_x$ ), fertilidade por idade-específica ( $f_x$ ), fertilidade por idade-específica ( $m_x$ ) e maternidade por idade-específica ( $l_x m_x$ ) de *Tuta absoluta* nos tratamentos acetona, *Eucalyptus staigeriana* e *Melaleuca alternifolia*.

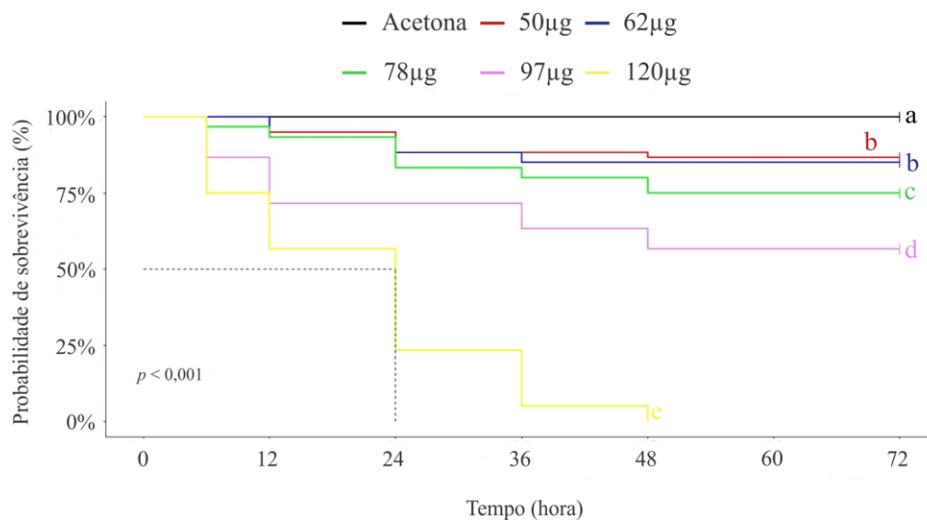
**Figura 7.** Valor reprodutivo por idade-específica ( $v_{xj}$ ) de *Tuta absoluta* nos tratamentos acetona, *Eucalyptus staigeriana* e *Melaleuca alternifolia*. L1 = lagarta de 1º ínstar, L2 = lagarta de 2º ínstar, L3 = lagarta de 3º ínstar e L4 = lagarta de 4º ínstar.



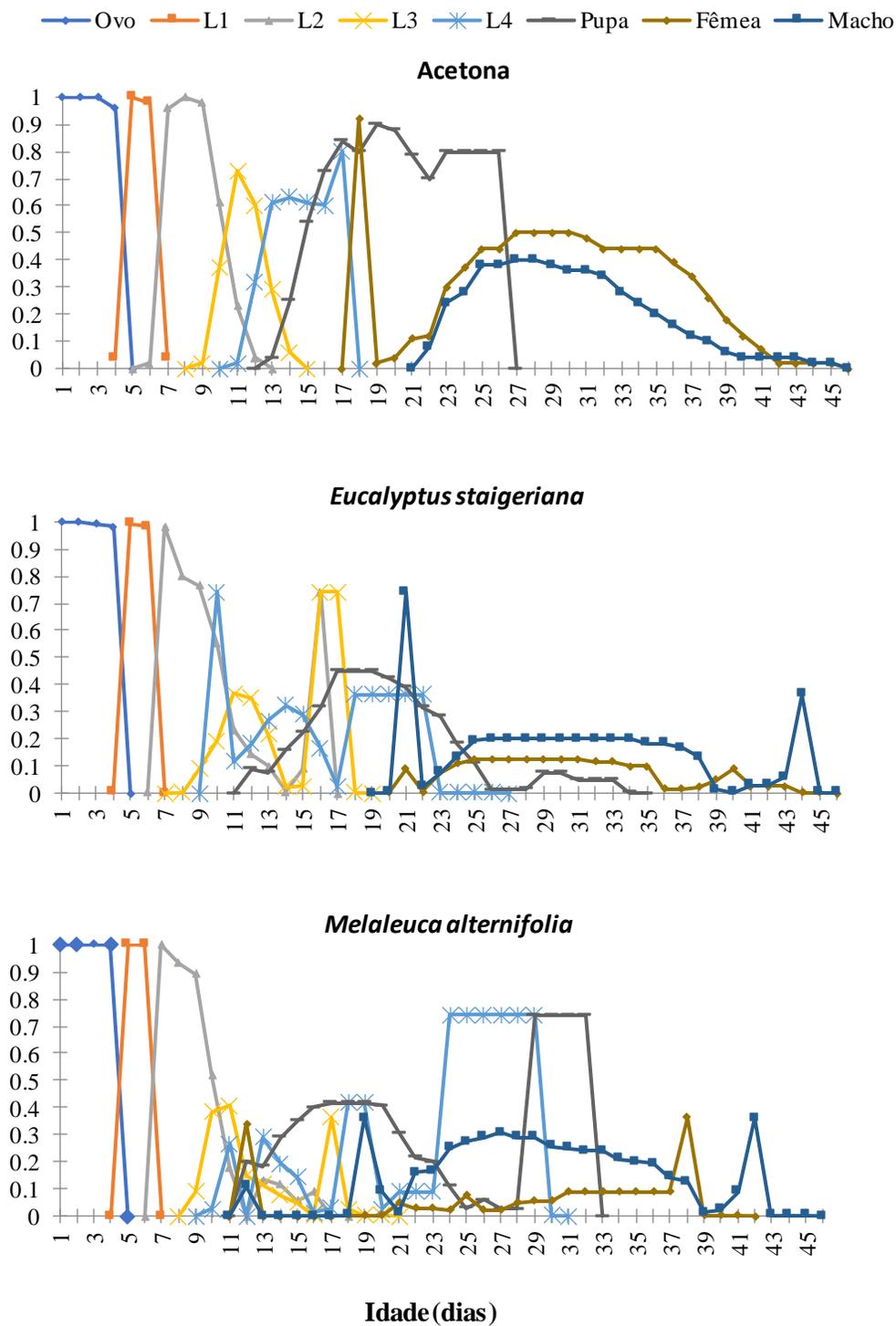
**FIGURA 1**



**FIGURA 2**

**FIGURA 3**

Taxa de sobrevivência idade-específica ( $s_{ij}$ )



**FIGURA 4**

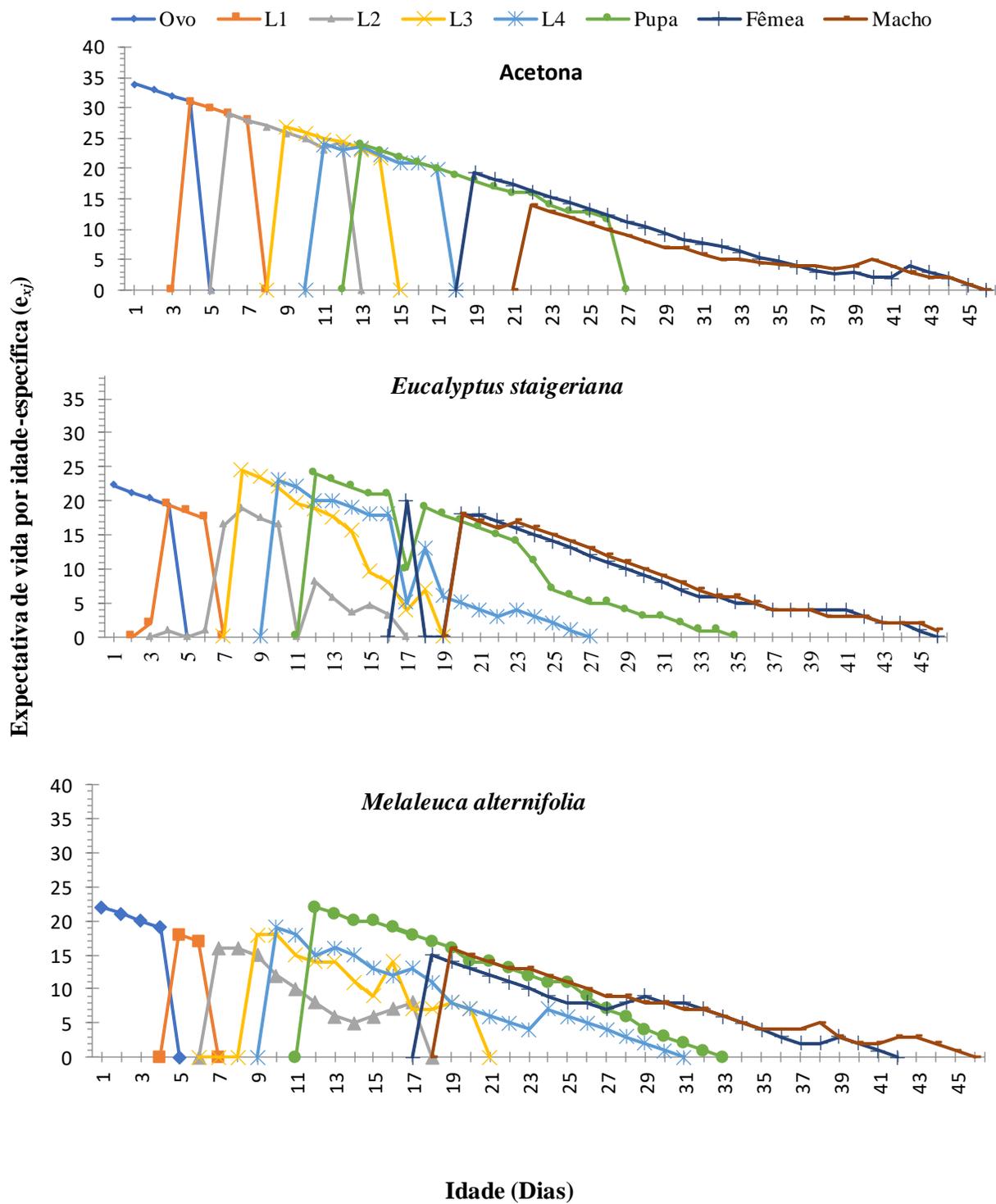
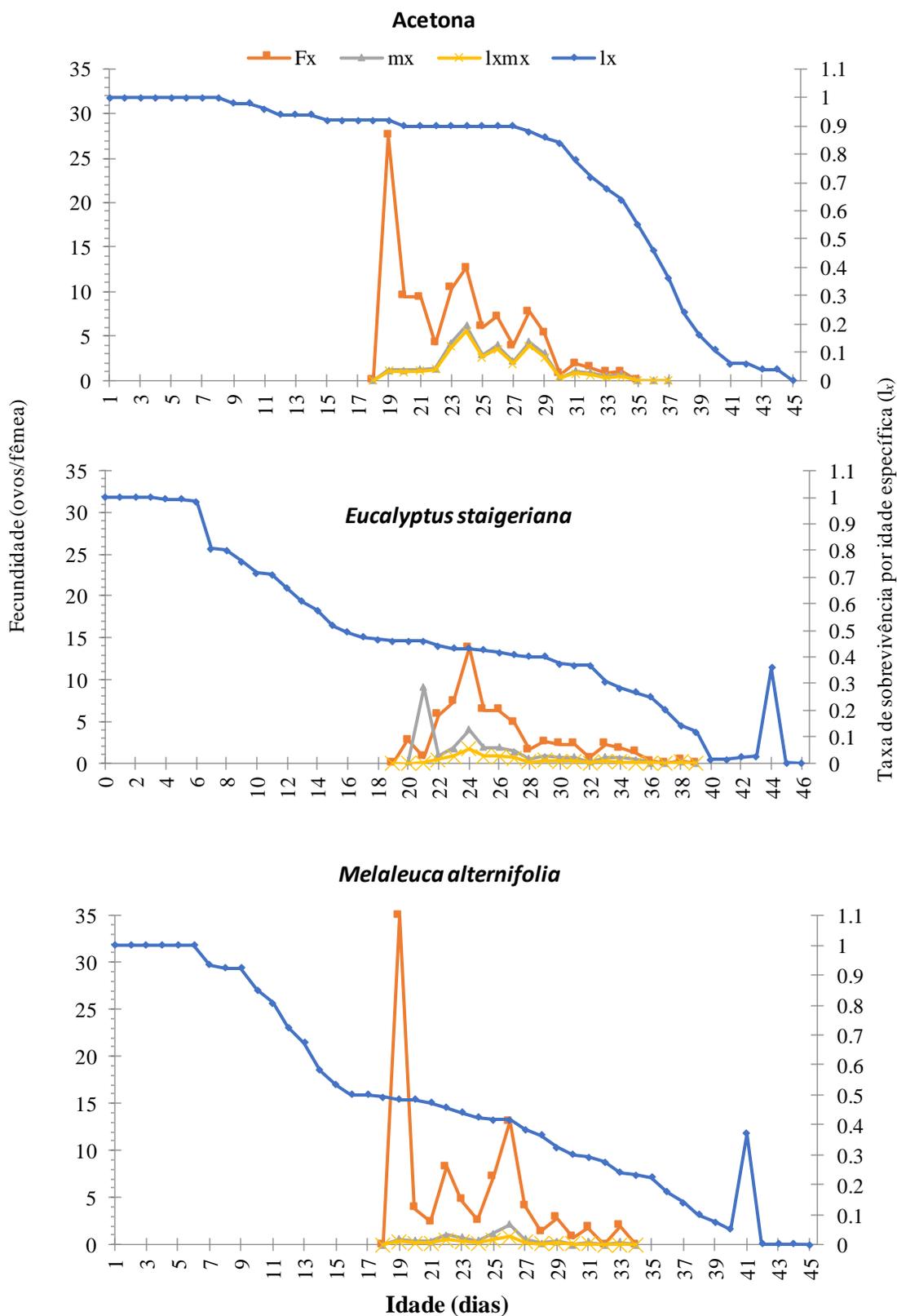
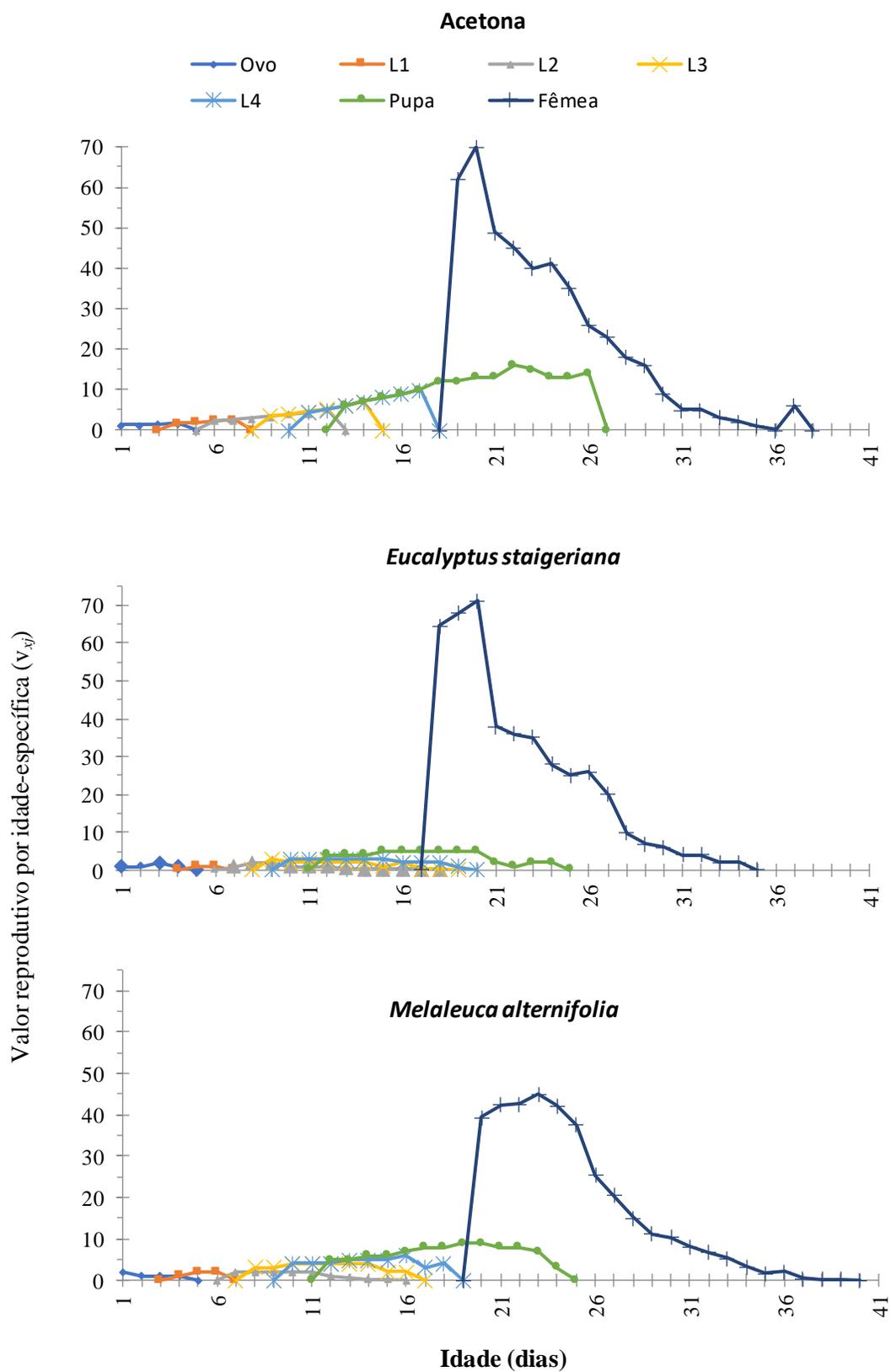


FIGURA 5



**FIGURA 6**



**FIGURA 7**

**Tabela 1.** Composição química dos óleos essenciais de *Eucalyptus staigeriana* e *Melaleuca alternifolia*

Nº	Compostos	IR*	Lit	Área (>5%)±DP	
				<i>E. staigeriana</i>	<i>M. alternifolia</i>
1	$\alpha$ -Thujeno	910	924	0,279 $\pm$ 0,003	0,71 $\pm$ 0,002
2	$\alpha$ -Pino	913	932	2,981 $\pm$ 0,050	3,074 $\pm$ 0,013
3	$\alpha$ -Felandreno	937	1002	Nd	0,635 $\pm$ 0,002
4	<b><math>\alpha</math>-Terpineno</b>	950	1014	0,179 $\pm$ 0,023	<b>10,44 <math>\pm</math> 0,091</b>
5	Silvestrene	957	1025	Nd	2,109 $\pm$ 0,005
6	$\beta$ -Pino	974	974	1,454 $\pm$ 0,022	0,618 $\pm$ 0,002
7	<b><math>\gamma</math>-Terpineno</b>	975	1054	Nd	<b>22,102 <math>\pm</math> 0,129</b>
8	NI	990	-	1,085 $\pm$ 0,003	
9	Terpinoleno	992	1086	Nd	3,353 $\pm$ 0,010
10	$\alpha$ -Phellandreno	1004	1002	2,257 $\pm$ 0,025	Nd
11	<i>o</i> -Cimeno	1022	1022	2,15 $\pm$ 0,001	3,378 $\pm$ 0,157
12	<b>Limoneno</b>	1027	1024	<b>27,298 <math>\pm</math> 0,330</b>	Nd
13	1,8-Cineol	1030	1026	4,133 $\pm$ 0,055	2,241 $\pm$ 0,005
14	(Z)- $\beta$ -Ocimeno	1035	1032	0,227 $\pm$ 0,001	Nd
15	(E)- $\beta$ -Ocimeno	1045	1044	0,435 $\pm$ 0,002	Nd
16	$\gamma$ -Terpinene	1055	1054	1,882 $\pm$ 0,016	Nd
17	Terpinolene	1087	1086	8,919 $\pm$ 0,076	Nd
18	Linalool	1100	1095	1,562 $\pm$ 0,009	Nd
19	NI	1170	-	0,847 $\pm$ 0,315	
20	Terpinen-4-ol	1176	1174	0,887 $\pm$ 0,316	Nd
21	<b>4-Terpineol</b>	1179	1174	Nd	<b>42,235 <math>\pm</math> 0,100</b>
22	$\alpha$ -Terpineol	1190	1186	1,089 $\pm$ 0,016	3,386 $\pm$ 0,139
23	Nerol	1228	1227	2,063 $\pm$ 0,019	Nd
24	<b>Neral</b>	1241	1235	<b>9,905 <math>\pm</math> 0,024</b>	Nd
25	Geraniol	1255	1249	6,386 $\pm$ 0,048	Nd
26	<b>Geranial</b>	1272	1264	<b>13,825 <math>\pm</math> 0,079</b>	Nd
27	Geraniato de metila	1324	1322	3,787 $\pm$ 0,021	Nd
28	Acetato de nerila	1366	1359	1,166 $\pm$ 0,012	Nd
29	Acetato de geranila	1385	1379	3,246 $\pm$ 0,046	Nd
30	$\alpha$ -Gurjuneno	1406	1409	Nd	0,293 $\pm$ 0,001
31	E-Cariofileno	1415	1417	0,146 $\pm$ 0,001	0,224 $\pm$ 0,001
32	Aromadendreno	1435	1439	Nd	1,238 $\pm$ 0,005
33	<i>allo</i> -Aromadendreno	1456	1458	Nd	0,364 $\pm$ 0,001
34	<i>trans</i> -Cadina-1(6),4-dieno	1470	1475	Nd	0,169 $\pm$ 0,001
35	Viridiflorene	1492	1496	Nd	1,277 $\pm$ 0,004
36	$\delta$ -Cadinene	1521	1522	Nd	0,9 $\pm$ 0,004
Total				98,19	98,74

\* Índice de retenção relativo à série n-alceno (C8-C20) na coluna HP-5 MS em ordem de eluição. Área (> 5%): média da área relativa dos picos cromatográficos acima de 1%. SD: desvio padrão (n = 3). nd: não detectado não identificado ou apresenta picos com área relativa inferior a 1%. NI: não identificado.

**Tabela 2.** Dose Letal<sub>50</sub> e Dose Letal<sub>90</sub> dos óleos essenciais de *Melaleuca alternifolia* e *Eucalyptus staigeriana* para *Tuta absoluta*.

Tratamento	N	$\chi^2$	P	*b	*e	DL <sub>50</sub> (LS –LI) ( $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ )	DL <sub>90</sub> (LS –LI) ( $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ )
<i>E. staigeriana</i>	60	186	0,56	-4,259	78,514	78,5 (72,0 – 85,0)	131,5(111,2– 151,8)
<i>M. alternifolia</i>	60	285,9	0,68	-3,947	76,571	76,5 (70,3 – 82,8)	133,6(110,0– 157,3)

**Legenda:** \*Doses em  $\mu\text{g} / \mu\text{L}$ . LS= limite superior; LI – limite inferior. <sup>b</sup> é proporcional à inclinação no valor DL<sub>50</sub>  $\chi^2$  e os valores de p correspondem ao teste de ajuste \*\* "b" = coeficientes da equação  $f(x)=1/1+\exp(b(\log(x)-\log(e)))$ .

**Tabela 3:** Média ( $\pm$  EP) do tempo de desenvolvimento dos estágios de vida e longevidade (em dias) de *Tuta absoluta* submetidas aos tratamentos.

Parâmetro	Estágio/Ínstar/ Período/Sexo	Acetona		<i>Melaleuca alternifolia</i>		<i>Eucalyptus staigeriana</i>	
		N	Média $\pm$ SE	N	Média $\pm$ SE	N	Média $\pm$ SE
<b>Tempo de desenvolvimento (dias)</b>	Ovo	100	3,96 $\pm$ 0,02 a	120	3,99 $\pm$ 0,01 a	120	3,98 $\pm$ 0,01 a
	L1	100	2,06 $\pm$ 0,03 a	120	2,01 $\pm$ 0,01 ab	120	1,99 $\pm$ 0,01 b
	L2	96	3,83 $\pm$ 0,09 a	92	3,83 $\pm$ 0,17 a	77	4,05 $\pm$ 0,16 a
	L3	96	2,16 $\pm$ 0,04 a	84	1,68 $\pm$ 0,10 b	69	2,09 $\pm$ 0,12 a
	L4	92	2,36 $\pm$ 0,07 a	55	1,96 $\pm$ 0,13 b	56	2,46 $\pm$ 0,10 a
	Pupa	90	8,00 $\pm$ 0,12 b	49	8,71 $\pm$ 0,23 a	39	8,22 $\pm$ 0,17 ab
	Ovo – Pupa	90	22,44 $\pm$ 0,18 a	49	21,73 $\pm$ 0,33 a	39	22,23 $\pm$ 0,25 a
<b>Longevidade (dias)</b>	Adulto	100	34,02 $\pm$ 0,79 a	120	22,27 $\pm$ 1,05 b	120	15,97 $\pm$ 0,61 b
<b>Ciclo de vida*</b>	Fêmea	50	37,36 $\pm$ 0,47 a	9	32,22 $\pm$ 1,99 b	16	37,73 $\pm$ 1,03 a
	Macho	40	35,00 $\pm$ 0,66 b	40	34,85 $\pm$ 0,82 b	23	38,48 $\pm$ 0,93 a
	Ovo – Adulto	90	36,31 $\pm$ 0,41 b	49	34,37 $\pm$ 0,78 c	39	38,2 $\pm$ 0,69 a

As médias na mesma linha seguidas de letras diferentes diferem entre si ( $p < 0,05$ ). As diferenças entre os tratamentos foram obtidas por meio do teste Bootstrap pareado com 100.000 repetições. N = número de espécimes em cada estágio de desenvolvimento. \* Ciclo de vida total média para machos e fêmeas, em dias, apenas para insetos que se tornaram adultos.

**Tabela 4.** Média ( $\pm$  EP) de parâmetros reprodutivos de adultos de *Tuta absoluta* provenientes de lagartas de 72 h que sobreviveram à exposição das DL<sub>50</sub> dos tratamentos.

Parâmetro	Acetona		<i>Melaleuca alternifolia</i>		<i>Eucalyptus staigeriana</i>	
	N	Média $\pm$ SE	N	Média $\pm$ SE	N	Média $\pm$ SE
<b>Fecundidade total (O/F)</b>	50	62,76 $\pm$ 4,28 a	9	46,78 $\pm$ 9,97 a	15	56,13 $\pm$ 6,23 a
<b>Fecundidade (O/F)*</b>	44	71,32 $\pm$ 3,08 a	8	60,14 $\pm$ 6,03 a	14	60,14 $\pm$ 5,12 a
<b>Oviposição (dias)</b>	44	4,57 $\pm$ 0,26 b	8	4,00 $\pm$ 0,22 b	14	5,50 $\pm$ 0,36 a
<b>PPOA (dias)</b>	44	1,73 $\pm$ 0,17 a	8	2,29 $\pm$ 0,64 a	14	1,71 $\pm$ 0,22 a
<b>PPOT (dias)</b>	44	24,02 $\pm$ 0,39 a	8	22,86 $\pm$ 0,96 a	14	23,29 $\pm$ 0,42 a
<b>MFT (O/F)</b>	-	107	-	74	-	93
<b>MFDT (O/F)</b>	-	70	-	50	-	39

Legenda: Fertilidade máxima diária (FMD), fertilidade total máxima (FMT), período de pré-oviposição do adulto (PPOA) e período de pré-oviposição total (PPOT).

\* Total de fêmeas que ovipositaram.

As médias na mesma linha seguidas de letras diferentes são significativamente diferentes com  $p < 0,05$ .

As diferenças entre os tratamentos foram obtidas por meio do teste Bootstrap pareado com 100.000 repetições. (O / F) = ovos por fêmea.

N = número de espécimes para cada parâmetro.

**Tabela 5.** Parâmetros demográficos de *Tuta absoluta* tratadas com as DL<sub>50</sub> dos óleos essenciais de *Melaleuca alternifolia* e *Eucalyptus staigeriana*.

Parâmetros demográficos	Acetona	<i>M. alternifolia</i>	<i>E. staigeriana</i>
	Média $\pm$ SE	Média $\pm$ SE	Média $\pm$ SE
<b>Taxa intrínseca de crescimento (r)</b>	0,133 $\pm$ 0,005 a	0,050 $\pm$ 0,017 b	0,073 $\pm$ 0,010 b
<b>Taxa finita de crescimento (<math>\lambda</math>)</b>	1,143 $\pm$ 0,006 a	1,051 $\pm$ 0,018 b	1,076 $\pm$ 0,011 b
<b>Taxa de reprodução líquida (R<sub>0</sub>)</b>	31,38 $\pm$ 3,80 a	3,508 $\pm$ 1,324 b	7,02 $\pm$ 1,847 b
<b>Tempo médio de geração (T)</b>	25,812 $\pm$ 0,422 a	25,027 $\pm$ 1,011 a	26,657 $\pm$ 0,425 a
<b>Taxa bruta de reprodução (GRR)</b>	35,8 $\pm$ 4,073 a	8,4 $\pm$ 3,056 ab	17,42 $\pm$ 4,233 b

## CONSIDERAÇÃO FINAIS

A lagarta-do-cartucho *S. frugiperda* e a traça-do-tomateiro *T. absoluta* são importantes artrópodes-pragas que acometem diversas culturas. Considerando os desafios encontrados para o controle destas pragas, justificam-se pesquisas que busquem desenvolver novos inseticidas para o manejo eficiente desses insetos. Referente ao controle biológico, a espécie *T. pretiosum* é um importante parasitoide capaz de regular o crescimento populacional de ambas pragas. Entretanto, o método químico é o mais utilizado para o controle desses insetos e, em geral são capazes de causar impactos negativos ao ambiente e selecionar populações resistentes. Desta forma, novas medidas de controle devem ser desenvolvidas e neste contexto, os óleos essenciais de plantas devem ser avaliados para estes artrópodes pragas.

Os OEs avaliados no presente trabalho apresentam potencial para serem utilizadas no manejo de *S. frugiperda* e *T. absoluta*; entretanto, novos estudos em condições de semicampo e campo devem ser realizados visando avaliar a seletividade ecológica, bem como testar outras formulações com adjuvantes (por exemplo, nanoemulsões) para melhorar a durabilidade e potencializar a eficácia dos produtos botânicos.