



**CAMILA SILVA BIBIANO**

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA E BIOATIVIDADE DE ÓLEOS  
ESSENCIAIS DE LAMIÁCEAS PARA *Spodoptera frugiperda*  
(SMITH, 1797) (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E  
SELETIVIDADE PARA *Trichogramma pretiosum* (RILEY, 1879)  
(HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

**LAVRAS-MG  
2020**

**CAMILA SILVA BIBIANO**

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA E BIOATIVIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE  
LAMIÁCEAS PARA *Spodoptera frugiperda* (SMITH, 1797) (LEPIDOPTERA:  
NOCTUIDAE) E SELETIVIDADE PARA *Trichogramma pretiosum* (RILEY, 1879)  
(HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Plantas Mediciniais Aromáticas e Condimentares, área de concentração em Bioatividade de Plantas Mediciniais, para a obtenção do título de Doutor.

Dr. Geraldo Andrade Carvalho  
Orientador

Dr<sup>a</sup>. Dejjane Santos Alves  
Coorientadora

**LAVRAS-MG  
2020**

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

Bibiano, Camila Silva.

Composição química e bioatividade de óleos essenciais de lamiáceas para *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) e seletividade para *Trichogramma pretiosum* (Riley, 1879) (Hymenoptera: Trichogrammatidae) / Camila Silva Bibiano. – 2019. 67 p. : il.

Orientador: Geraldo Andrade Carvalho.

Coorientadora: Dejana Santos Alves.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2019.

Bibliografia.

1. Lepidoptera. 2. Inseticida natural. 3. Controle biológico. I. Carvalho, Geraldo Andrade. II. Alves, Dejana Santos. III. Título.

**CAMILA SILVA BIBIANO**

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA E BIOATIVIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE LAMIÁCEAS PARA *Spodoptera frugiperda* (SMITH, 1797) (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E SELETIVIDADE PARA *Trichogramma pretiosum* (RILEY, 1879) (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

**CHEMICAL COMPOSITION AND BIOACTIVITY OF LAMIACEAE ESSENTIAL OILS FOR *Spodoptera frugiperda* (SMITH, 1797) (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) AND SELECTIVITY FOR *Trichogramma pretiosum* (RILEY, 1879) (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Plantas Mediciniais Aromáticas e Condimentares, área de concentração em Bioatividade de Plantas Mediciniais, para a obtenção do título de Doutor.

APROVADA em 28 de agosto de 2019.

Prof. Dr. Smail Aazza ANPMA

Prof. Dra. Dejjane Santos Alves UTFPR

Profª. Dra. Shaiene Moreno Gouvêa IFRJ

Prof. Dr. Bruno Henrique Sardinha UFLA

Prof. Dr. Geraldo Andrade Carvalho  
Orientador

**LAVRAS-MG  
2020**

À minha querida mãe Aparecida, ao meu pai Faguinon (*in memoriam*), às minhas irmãs Aline e Natália, aos meus cunhados Daniel e Thiago, à minha madrinha Fátima e às minhas sobrinhas Catarina e Beatriz.

**Dedico.**

## AGRADECIMENTOS

A Deus criador, minha fonte inesgotável de força e esperança, por ter me concedido o dom da vida e pelos dons que me deu, e juntamente com Jesus e Maria Santíssima que estiveram todo o tempo ao meu lado nesta jornada.

A minha querida mãe, Aparecida Bibiano, que me apoiou e me deu todo suporte físico e espiritual durante todo o caminho. Obrigada, mãe, sua fé e amor me trouxeram até aqui.

Ao meu pai, Faguinon Bibiano (*in memoriam*), que mesmo não estando fisicamente presente, sei que esteve olhando por mim e me dando a força necessária para seguir em frente.

Às minhas irmãs, Natália e Aline, que nunca mediram esforços em me ajudar, sempre me apoiando e incentivando, obrigada.

Aos meus cunhados, Daniel e Thiago, que sempre estiveram presente, dando-me apoio, e à minha família também.

À Universidade Federal de Lavras pela oportunidade concedida e suporte na parte física.

Ao professor e orientador, Dr. Geraldo Andrade de Carvalho, pelos ensinamentos, apoio e incentivos e, também, por ter sido muito mais que um orientador, mas também um amigo.

À professora e Co-orientadora, Dr<sup>a</sup> Dejjane Santos Alves, por todos os ensinamentos passados durante a execução, análise e escrita da tese; e também pela amizade, paciência, sua ajuda foi essencial para a finalização deste trabalho.

Ao professor e Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Plantas Mediciniais, Aromáticas e Condimentares (PPGPMAC), José Eduardo Brasil Pereira Pinto.

À professora e vice Coordenadora do PPGPMAC, Suzan Kelly Vilela Bertolucci, pelo apoio durante os procedimentos laboratoriais.

À técnica e responsável pelo laboratório de ecotoxicologia, Eliana Andrade, por toda a ajuda na criação dos insetos, montagem dos experimentos e avaliações, agradeço, pois, sem seu apoio, não teria conseguido.

À técnica e responsável pelo laboratório de fitoquímica do horto de plantas medicinais, Annete, pelo apoio e ajuda nos procedimentos laboratoriais e análises cromatográficas.

Aos membros do Laboratório de Ecotoxicologia e MIP do Departamento de Entomologia da UFLA.

Aos membros do laboratório de Fitoquímica do Horto de Plantas Medicinais-UFLA.

Aos Funcionários do Departamento de Entomologia e Agricultura da UFLA.

Aos amigos Brenda, Miguel e Lara que me ajudaram nos momentos mais importantes na montagem dos experimentos.

Aos funcionários Dico e Paulinho do horto que me ajudaram na implantação dos canteiros com as plantas utilizadas no trabalho.

Aos Amigos do Ballet Bibiano pelo apoio sempre.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos (O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001).

## Mensagem

Nada te pertube, nada te espante,  
Tudo Passa, Deus não muda.  
A paciência tudo alcança;  
Quem a Deus tem, nada lhe falta: Só Deus Basta!

Eleva o pensamento, aos céus sobe,  
Por nada te angustieis,  
Nada te perturbe.  
A Jesus Cristo segue, com grande entrega;  
E venha o que vier, nada te espante.  
Vês a Glória do mundo? É glória Vã!  
Nada tens de estável, tudo passa.

Deseje as coisas celestes,  
Que sempre duram.  
Fiel e Rico em promessas, Deus não muda.  
Ame-o como Merece, Bondade imensa.  
Quem a Deus tem, mesmo que passe por momentos difíceis;  
Sendo Deus o seu Tesouro,  
Nada lhe falta.  
Só Deus Basta!

Santa Teresa D'Ávila



## RESUMO GERAL

Espécies da família Lamiaceae apresentam em seu metabolismo secundário substâncias naturais como os óleos essenciais, os quais apresentam elevada bioatividade antifúngica, bactericida e inseticida. Essas substâncias naturais são alternativas promissoras a inseticidas sintéticos, já que dificultam o aparecimento de populações resistentes devido a sua complexidade molecular. Entretanto, o produto de estudo deve atender aos quesitos de eficiência no controle da praga alvo e também apresentar baixa toxicidade para organismos benéficos. O objetivo deste trabalho foi estudar espécies da família Lamiaceae e avaliar a composição química e bioatividade de seus óleos essenciais contra *Spodoptera frugiperda* Smith, 1797 (Lepidoptera: Noctuidae) e seus efeitos sobre o desenvolvimento de *Trichogramma pretiosum* Riley, 1879 (Hymenoptera: Trichogrammatidae). Foram selecionadas seis espécies pertencentes à família Lamiaceae (*Hyptis marrubioides* Epling (Tubiflorae: Lamiaceae), *Nepeta cataria* L., *Ocimum basilicum* L. (Lamiales: Lamiaceae), *Origanum majorana* L., *Origanum vulgare* L. e *Plectranthus amboinicus*) provenientes do Horto de Plantas Medicinais da Universidade Federal de Lavras em Lavras, Minas Gerais. Estas foram selecionadas com base em revisões da literatura de estudos realizados previamente com espécies da mesma família as quais apresentaram potencial inseticida. Dentre as seis espécies quatro apresentaram elevado potencial inseticida, dentre elas *O. basilicum* e *H. marrubioides* foram selecionadas pois apresentaram teores de rendimento de óleo essencial superior ao das demais. Para o OE de *O. basilicum* na dosagem de 70 µg/µL foi verificado um TL<sub>50</sub> de 24 horas e sobrevivência acumulada de 0,54%. Linalol (39,49%) e 1,8-cineol (15,04%) foram identificados como substâncias majoritárias deste óleo. Em contraste o OE de *H. marrubioides* na dosagem de 70 µg/µL apresentou TL<sub>50</sub> equivalente a 20,5 h e sobrevivência acumulada de 0 %; sendo β-tujona (41,49%) e α-tujona (15,81 %) identificados como substâncias majoritárias para esse óleo. Testes tópicos realizados com as duas espécies selecionadas, comprovaram a atividade inseticida desses OEs para *S. frugiperda*. Resultados com as substâncias majoritárias isoladas sugere um sinergismo como resultante da atividade inseticida. E o OE de ambas as espécies apresentaram baixa toxicidade para o parasitoide *T. pretiosum*.

**Palavras-chave:** Lepidoptera. Inseticida natural. Controle biológico. Metabolismo secundário.

## GENERAL ABSTRACT

Species from the Lamiaceae family present natural substances in their secondary metabolism, such as essential oils (EO), which have high antifungal, bactericidal, and insecticidal bioactivity. These natural substances are promising alternatives to synthetic insecticides since they make it difficult for resistant populations to emerge due to their molecular complexity. However, the studied product must meet the requirements of target pest control efficiency and present low toxicity to beneficial organisms. The objective of this work was to study species from the Lamiaceae family and evaluate the chemical composition and bioactivity of their essential oils against *Spodoptera frugiperda* Smith, 1797 (Lepidoptera: Noctuidae), as well as their effects on the development of *Trichogramma pretiosum* Riley, 1879 (Hymenoptera: Trichogrammatidae). We selected six species belonging to the Lamiaceae family (*Hyptis marrubioides* Epling (Tubiflorae: Lamiaceae), *Nepeta cataria* L., *Ocimum basilicum* L. (Lamiales: Lamiaceae), *Origanum majorana* L., *Origanum vulgare* L., and *Plectranthus amboinicus*) from the Medicinal Plants Garden of the Universidade Federal de Lavras, in Lavras, Minas Gerais, Brazil. These plants were selected based on literature reviews of studies previously conducted with species of the same family which showed potential insecticide properties. Among the six species, four presented high insecticide potential, among which were *O. basilicum* and *H. marrubioides*, selected for their higher yields of essential oil when compared to the others. We found a 24-hour TL<sub>50</sub> and a cumulative survival of 0.54% for the dosage of 70 µg/µL of *O. basilicum* EO. We identified linalool (39.49%) and 1,8-cineol (15.04%) as the major substances. In contrast, the dosage of 70 µg/µL of *H. marrubioides* EO showed a TL<sub>50</sub> equivalent to 20.5 h and 0% cumulative survival, presenting β-thujone (41.49%) and α-thujone (15.81%) as major substances. Topical tests conducted with both selected species proved the insecticidal activity of these EOs for *S. frugiperda*. The results with the isolated majority substances suggest a synergy as a result of insecticide activity. The EOs of both species showed low toxicity to the *T. pretiosum* parasitoid.

**Keywords:** Lepdoptera. Natural insecticide. Biological control. Secondary metabolism.

## SUMÁRIO

PRIMEIRA PARTE .....	11
1 INTRODUÇÃO.....	11
2 REFERENCIAL TEÓRICO .....	13
2.1 Óleos essenciais .....	13
2.2 Família Lamiaceae .....	14
2.2.1 <i>Ocimum basilicum</i> L. (Lamiales: Lamiaceae) .....	14
2.2.2 <i>Hyptis marruboides</i> Epling (Tubiflorae: Lamiaceae) .....	16
2.2.3 <i>Nepeta cataria</i> L. (Lamiales: Lamiaceae) .....	17
2.2.4 <i>Origanum vulgare</i> (L.) e <i>Origanum majorana</i> (L.) .....	19
2.2.5 <i>Plectranthus amboinicus</i> (Lour.) .....	21
2.3 Inseticidas e bioinseticidas .....	22
2.4 Lagarta-do-cartucho ( <i>Spodoptera frugiperda</i> ).....	26
2.4.1 Aspectos bioecológicos de <i>Spodoptera frugiperda</i> .....	26
2.5 <i>Trichogramma pretiosum</i> .....	28
REFERÊNCIAS.....	30
SEGUNDA PARTE - ARTIGOS .....	38
ARTIGO 1 -TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE LAMIÁCEAS PARA <i>Spodoptera frugiperda</i> E SELETIVIDADE FISIOLÓGICA PARA <i>Trichogramma pretiosum</i> .....	38

## PRIMEIRA PARTE

### 1 INTRODUÇÃO

A família botânica das Lamiáceas ou antiga Labiateae, compreende mais de 7000 espécies, incluindo gêneros como *Ocimum*, *Origanum* e *Mentha*, os quais são mais conhecidos e estudados. Essas plantas apresentam características aromáticas e produção de óleos essenciais em sua maioria constituídos por mono e sesquiterpenos, tais como mentol, cariofileno, eucaliptol, linomeno, linalol, terpineol, carvacrol, entre outros (Kennedy et al., 2018; Iscan et al., 2002). Essas substâncias conferem às espécies bioatividades específicas, podendo ser aplicadas desde fins medicinais e terapêuticos (atividade antioxidante, depurativa, calmante), assim como no controle de doenças e pragas na agricultura (Martinez-Velazquez et al., 2011).

Estudos para identificação da aplicabilidade dessas substâncias têm crescido cada vez mais e, por estas substâncias serem provenientes do metabolismo secundário das plantas, apresentam inúmeras vantagens se comparadas às substâncias sintéticas (Walia et al., 2017). O uso dos óleos essenciais na agricultura tem ganhado destaque principalmente no controle de fitopatógenos e insetos pragas, na produção de biopesticidas ou na descoberta de novas moléculas, são base para novos formulados. No controle de insetos, os óleos podem apresentar inúmeras vantagens como seletividade, baixa toxicidade a mamíferos e humanos, alta degradação no ambiente e eficiência nos manejos integrados, incluindo ação contra seleção de espécies resistentes (Cárdenas-Ortega et al., 2015).

A *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797), mais comumente conhecida por lagarta-do-cartucho, é uma das pragas que vem apresentando cada vez mais casos de resistência aos inseticidas e também à tecnologia transgênica. Caracterizada como polífaga apresenta mais de 100 espécies de plantas hospedeiras, dentre elas, milho, tomate, sorgo, arroz, algodão, entre outras. Com seu alto potencial reprodutivo, ciclo biológico relativamente curto e diversidade de hospedeiros, o que aumenta o estabelecimento da espécie o ano todo, são parâmetros que dificultam assim seu controle (Santos-Amaya et al., 2015; Boyer et al., 2012).

Os métodos de controle mais utilizados continuam a ser o uso de inseticidas sintéticos e a tecnologia com material transgênico como é o caso do milho Bt. O uso do controle biológico principalmente com a espécie parasitoide *Trichogramma pretiosum* (Riley, 1879) (Hymenoptera: Trichogrammatidae) também tem sido aprimorada. Assim, com a atual inserção do Manejo Integrado de Pragas (MIP), é necessário que os produtos químicos utilizados sejam

seletivos para a praga alvo e que não causem danos ao inimigo natural e demais organismos não alvo (Dequech et al., 2013; Hohmann et al., 2010).

As espécies do gênero *Trichogramma* são atualmente utilizados devido à facilidade de reprodução em hospedeiros alternativos. Por ser mais abundante, a espécie *T. pretiosum* é amplamente utilizada nos controles biológicos no Brasil (Souza et al., 2016; Alto et al., 2016), no entanto o uso constante de inseticidas sintéticos não seletivos podem diminuir a efetividade do parasitismo e emergência do inimigo natural.

Assim, a busca por novos princípios ativos e substâncias é importante para que haja rotatividade de produtos evitando, assim, casos de resistência da praga. Além disso, é importante que essas substâncias sejam seletivas para organismos não alvo como os inimigos naturais, e que também apresentem características que minimizem os danos ambientais.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Óleos essenciais

Os óleos essenciais são substâncias voláteis produzidas pelo metabolismo secundário de plantas. São conhecidos por suas propriedades aromáticas usadas com função cosmética, antisséptica, antifúngica, virucida, inseticida, além das propriedades medicinais. São aplicados na formulação de conservantes de alimentos, anti-inflamatórios, analgésico, sedativo (CALDAS et al., 2014; MARTÍN NIETO, 2017; NIKOLIC et al., 2014).

Para as plantas, os óleos essenciais têm papel importante na repelência de herbívoros, proteção contra os raios ultravioleta, na atração de polinizadores ou contra fitopatógenos. O óleo essencial é uma mistura de complexas substâncias naturais, entre elas em sua maioria monoterpenos e sesquiterpenos (MEJRI et al., 2018).

Na composição química de um mesmo óleo essencial pode estar presente uma quantidade que pode variar de 20 a 60 substâncias dependendo da espécie, de fatores climáticos e de sazonalidade. O método mais convencional de extração é por hidrodestilação e suas variações. A massa fresca ou seca da planta em contato com água em ebulição, por período determinado de acordo com a espécie e parte da planta utilizada. O vapor contendo o óleo passa por um sistema de resfriamento onde é condensado e em seguida coletado (MEJRI et al., 2018).

Os óleos são caracterizados por dois ou três constituintes majoritários. Como exemplo, o óleo de *Ocimum basilicum* L. (Lamiales: Lamiaceae) que apresenta carvacrol (30%), timol (27 %) e linalol (68%). Cada óleo essencial é caracterizado pelo seu marcador químico, como se este fosse sua impressão digital. O marcador químico geralmente é a substância que apresenta a maior concentração na composição total do óleo, linalol no caso de *O. basilicum*. Outros componentes são considerados traços (ABOU EL-SOUD et al., 2015).

Geralmente, a atividade biológica do óleo essencial é conferida pelas substâncias majoritárias. Elas podem apresentar bioatividade de forma isolada, onde apenas uma substância confere a ação inseticida, antifúngica etc., ou podem atuar de forma sinérgica (KOUL et al., 2013).

## 2.2 Família Lamiaceae

Incluindo mais de 200 gêneros e 4000 espécies, a família Lamiaceae é uma das famílias que possui o maior número de espécies produtoras de óleos essenciais com atividade repelente e inseticida. Dentre os gêneros mais citados e estudados estão *Pycnanthemum*, *Teucrium*, *Thymus*, *Satureja*, *Micromeria*, *Origanum*, *Mentha*, *Monarda* e *Ocimum* (GIATROPOULOS et al., 2018; STASZEK et al., 2013).

Essas plantas podem ser reconhecidas por suas folhas opostas e onduladas; flores bilaterais e simétricas com cinco pétalas e cinco sépalas unidas. São popularmente identificadas por seus odores distintos e, por isso são utilizadas na culinária, perfumaria, medicina popular e alternativa (SANTOS et al., 2015). Apresentam também atividades antioxidante, antimicrobiana, antifúngica, antitumoral, expectorante, calmínativa, entre outras (CALDAS et al., 2011, 2014; MILEVSKAYA et al., 2017).

Os principais constituintes químicos presentes nos óleos dessas espécies são terpenos, dentre eles mentol, mentona, piperitona, pulegona, linalol, neral, timol, 1,8-cineol, terpineno, carvacrol e cariofileno (GIATROPOULOS et al., 2018). A atividade biológica geralmente é condicionada pelos constituintes majoritários presentes no óleo. Por outro lado, caracterização química das espécies se dá pelo marcador químico, que seria como a impressão digital por meio químico, nesse caso representada pelo constituinte que sempre se apresenta em maior teor na composição do óleo essencial.

### 2.2.1 *Ocimum basilicum* L. (Lamiales: Lamiaceae)

Com espécies distribuídas em regiões tropicais e temperadas, o gênero *Ocimum* compreende mais de 150 espécies utilizadas desde a antiguidade principalmente na culinária e perfumaria. Dentre as principais espécies desse gênero são citadas *Ocimum basilicum* L., *Ocimum gratissimum* L., *Ocimum selloi* Benth e *Ocimum sanctum* L. também conhecidos como manjeriço, alfavaca, manjeriço-doce e manjeriço-santo, respectivamente (PANDEY; SINGH; TRIPATHI, 2014).

O óleo essencial é extraído a partir de folhas e flores secas ou frescas. Podem ser utilizados como aditivos de aroma em alimentos, produtos farmacêuticos, cosméticos (JAVANMARDI et al., 2003). É usado como planta medicinal no tratamento de dores de cabeça, tosse, diarreia, obstipação, verrugas e mau funcionamento dos rins (SIMON et al., 1999).

Figura 1 - Planta de manjeriç o-doce (*Ocimum basilicum*) cultivada no canteiro no Horto de Plantas Medicinais – UFLA, Lavras-MG.



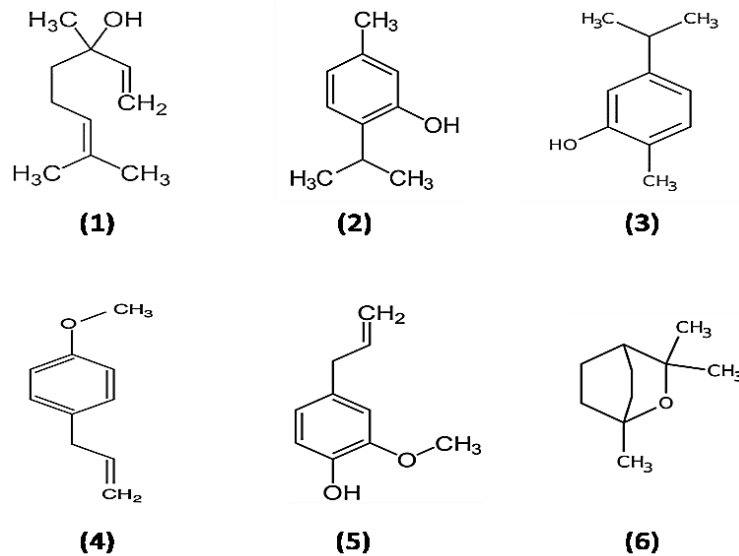
Fonte: Foto tirada por Camila Bibiano no Horto de Plantas Medicinais - UFLA.

O  leo essencial apresenta propriedades antif ngicas, atividade inseticida e larvicida (ABOU EL-SOUD et al., 2015; CRUZ et al., 2017; DRIS et al., 2017). Extratos de *O. basilicum* tamb m foram investigados para as suas propriedades antimicrobianas in vitro utilizando m todo de disco-difus o e concentraç o de inibiç o m nima m todo –MIC (PATIL; KULKARNI; PANDEY, 2011).

Dentre os principais constituintes qu micos dessa esp cie, destacam-se linalol, timol, carvacrol, estragol, eugenol e 1,8-cineol (FIGURA 2) todos estes s o possuidores de propriedades repelentes (MARTINEZ-VELAZQUEZ et al., 2011).



Figura 2 - Estrutura química de alguns constituintes principais do óleo essencial de *Ocimum basilicum*. linalol (1), timol (2), carvacrol (3), estragol (4), eugenol (5), 1,8-cineol (6).



Fonte: IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry: Home. [<http://www.iupac.org/>]

Montagem: Camila Bibiano.

### 2.2.2 *Hyptis marrubioides* Epling (Tubiflorae: Lamiaceae)

As espécies do gênero *Hyptis* podem ser encontradas em regiões de savana nos continentes Africano e Americano. Compreende mais de 300 espécies que são utilizadas na medicina popular no controle de doenças da pele, dores estomacais e cólicas (McNEIL; FACEY; PORTER, 2011; PEDROSO et al., 2017). São caracterizadas como plantas arbustivas, apresentando ramos tomentosos. Suas folhas são pecioladas, com tricomas tomentosos ou glandulares, que podem também se apresentarem com textura coriácea (SILVA-LUZ et al., 2012).

Propriedades inseticidas do óleo essencial dessa espécie já foram verificadas no controle de *Zabrotes subfasciatus* (Boheman) (Coleoptera: Bruchidae) caruncho do feijão. O estudo verificou eficiente atividade ovicida para essa praga de grãos armazenados (MELLO et al., 2014). Atividade inseticida também foi verificada do óleo essencial de *H. marrubioides* para formigas saúva limão (BOTREL et al., 2010).

A composição química do óleo essencial de *H. marrubioides*, também conhecida como hortelã-do-campo, constitui-se basicamente por sesquiterpenos. Dentre os constituintes majoritários estão  $\alpha$ -tujona,  $\beta$ -tujona,  $\alpha$ -copaeno,  $\alpha$ -cariofileno. Estudos comprovam que diferenças de sazonalidade, manejo e adubação, qualidade de luz, entre outros fatores, podem

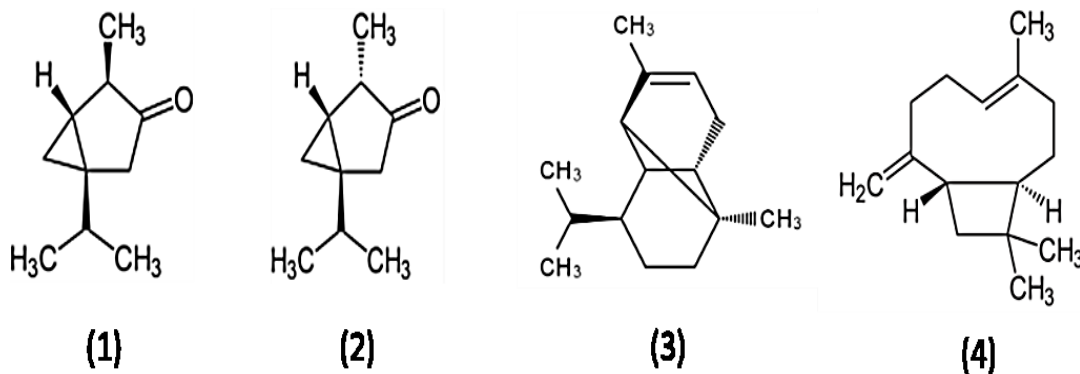
influenciar nos valores quantitativos e qualitativos de óleos essenciais provenientes de uma mesma espécie (BOTREL et al., 2010; SALES et al., 2007).

Figura 3 - Planta de hortelã-do-campo (*Hyptis marrubioides*) cultivada em canteiro no Horto de Plantas Medicinais – UFLA, Lavras-MG.



Fonte: Foto tirada por Camila Bibiano no Horto de Plantas Medicinais - UFLA.

Figura 4 - Estrutura química de alguns constituintes principais do óleo essencial de *Hyptis marrubioides*.  $\alpha$ -tujona (1),  $\beta$ -tujona (2),  $\alpha$ -copaeno (3),  $\alpha$ -cariofileno (4).



Fonte: IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry: Home. [<http://www.iupac.org/>]

Montagem: Camila Bibiano.

### 2.2.3 *Nepeta cataria* L. (Lamiales: Lamiaceae)

*Nepeta cataria* L. é uma erva semiperene, conhecida popularmente como erva-de-gato. De origem asiática, pode crescer até 90 cm de altura, e encontrada em regiões de clima temperado. Estudos relatam seu uso na medicina popular como sedativa, relaxante,

antiespasmódica e tônica. Além disso, é relatado seu uso anestésico na área médica e veterinária, e na odontológica com efeito antimicrobiano (MOHAMED et al., 2018; SOUZA et al., 2018; ZOMORODIAN et al., 2013).

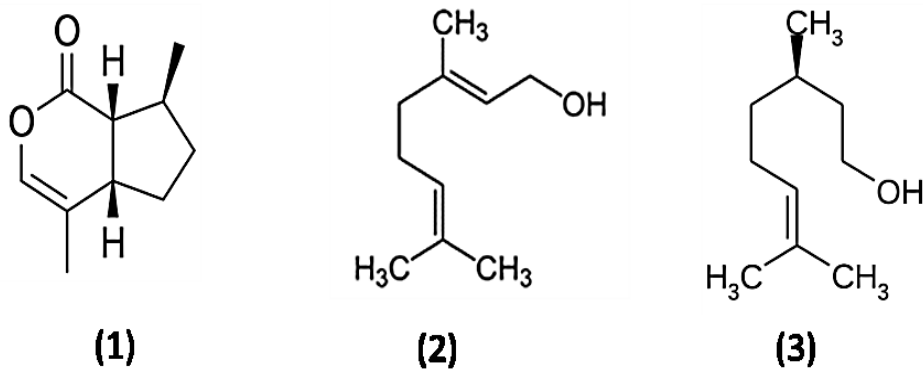
O óleo essencial dessa espécie é encontrado principalmente nas folhas e inflorescências. Seus constituintes principais são nepetalactona, geraniol, citronelol e neral (MOHAMED et al., 2018; MOHAMMADI; SAHARKHIZ, 2011) (FIGURA 6).

Figura 5 - Planta de erva-de-gato (*Nepeta cataria*) cultivada canteiro no Horto de Plantas Medicinais – UFLA, Lavras-MG.



Fonte: Foto tirada por Camila Bibiano no Horto de Plantas Medicinais - UFLA.

Figura 6 - Estrutura química de alguns constituintes principais do óleo essencial de *Nepeta cataria*. Nepetalactona (1), geraniol (2), citronelol (3).



Fonte: IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry: Home. [<http://www.iupac.org/>]

Montagem: Camila Bibiano.

#### 2.2.4 *Origanum vulgare* (L.) e *Origanum majorana* (L.)

As espécies do gênero *Origanum* são nativas da Ásia tropical, mas também podem ser encontradas na Ásia Temperada, África e Europa. Estas também foram introduzidas na Índia e nas Américas. Conhecidas popularmente como orégano que em grego significa montanha brilhante, é um gênero que possui cerca de 300 espécies (MARRELLI; STATTI; CONFORTI, 2018).

Suas propriedades aromáticas, além do seu grande uso na área culinária tem sido relatado também na área farmacológica, alimentícia e cosmética. Estudos verificaram propriedades antifúngica, antiviral, contra diarreia, reumatismo, dores musculares (BUSATTA et al., 2008; ERENLER et al., 2017).

Atividades antitumoral e antiinflamatória foram testadas para o óleo essencial de *Origanum vulgare* (L.) (Lamiales: Lamiaceae). Estudos verificaram remodelação e incremento de colágeno em células do tecido epitelial (HAN; PARKER, 2017). Análises químicas citam os principais constituintes do OE dessa espécie como carvacrol, 4-terpineol, terpineno, timol, e  $\beta$ -cariofileno (HAN; PARKER, 2017) (FIGURA 8).

O óleo essencial de *Origanum majorana* (L.) (Lamiales: Lamiaceae) tem sido usado na culinária e na perfumaria, além de terem sido verificada sua atividade biológica no tratamento de estomatite, migrânea, asma, reumatismo, doenças do coração e do sangue (Hajlaoui et al, 2016). Outros estudos verificaram seu potencial larvicida contra o vetor de doenças *Culex pipens* (L.) (Diptera: Culicidae) (EL-AKHAL et al., 2014). Os constituintes principais do óleo essencial de *O. majorana* têm sido identificados como 4-terpineol, sabineno, 1,8-cineol, terpineno, cimeno, (EL-AKHAL et al., 2014; HAJLAOUI et al., 2016; WALLER et al., 2016) (FIGURA 8).

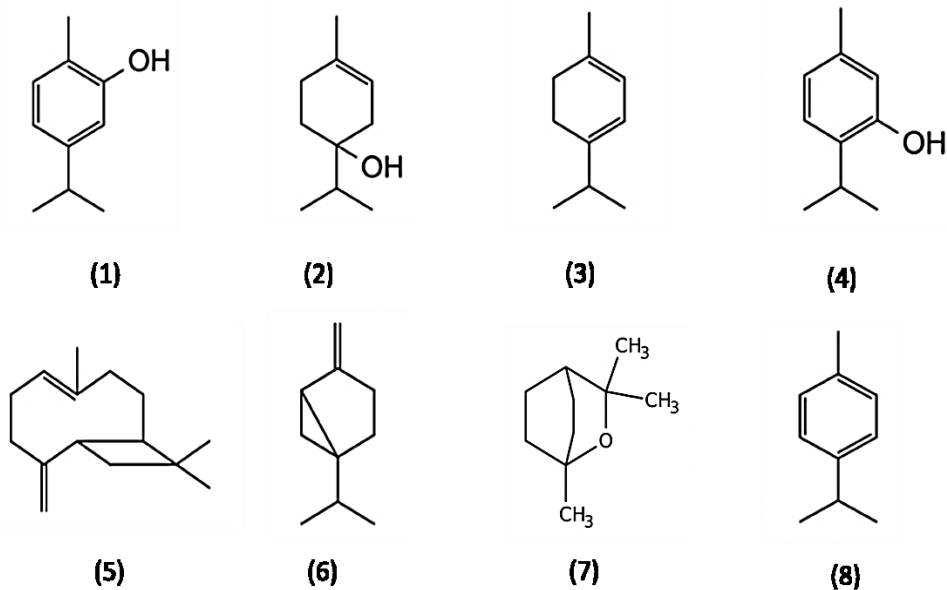


Figura 7 - Plantas de orégano (*Origanum vulgare*) (1) e manjerona (*Origanum manjerona*) (2), cultivadas em canteiro no Horto de Plantas Medicinais – UFLA, Lavras-MG.



Fonte: Foto tirada por Camila Bibiano no Horto de Plantas Medicinais - UFLA.

Figura 8 - Estrutura química de alguns constituintes principais do óleo essencial de *Origanum vulgare* (1,2,3,4,5) e *Origanum majorana* (2,3,6,7,8). Carvacrol (1), 4-terpineol (2), terpineno (3), timol (4),  $\beta$ -cariofileno (5), sabineno (6), 1,8-cineol (7) e cimeno (8).



Fonte: IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry: Home. [<http://www.iupac.org/>]

Montagem: Camila Bibiano

### 2.2.5 *Plectranthus amboinicus* (Lour.)

*Plectranthus amboinicus* (Lour.) (Lamiales: Lamiaceae), conhecida também como loureiro ou malvariço, é uma Lamiácea que pode ser encontrada nas regiões tropicais da Ásia, África e Américas. Dentre as plantas desse gênero é uma das espécies mais importante. É uma planta suculenta, que apresenta folhas e caules pilosos. É usada na medicina popular contra sintomas de resfriado, gripe e constipações, asma, tosse e doenças da pele (ARUMUGAM; SWAMY; SINNIHAH, 2016).

Figura 9 - Planta de malvariço (*Plectranthus amboinicus*) cultivada em canteiro no Horto de Plantas Medicinais – UFLA, Lavras-MG.



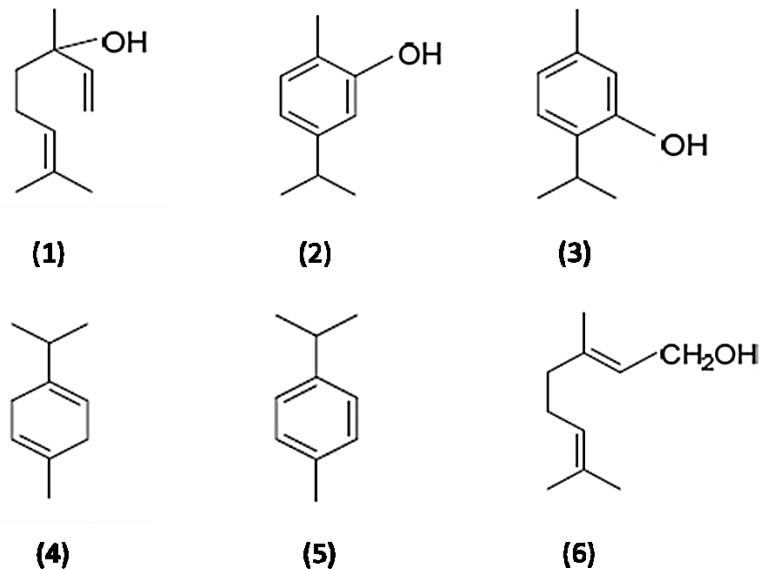
Fonte: Foto tirada por Camila Bibiano no Horto de Plantas Medicinais - UFLA.

Estudos realizados reportaram como constituintes majoritários do óleo essencial dessa espécie linalol, carvacrol, timol, nerol acetato, geraniol acetato, terpineno, cimeno (ASIIMWE et al., 2014; ROUT et al., 2012). Foram verificadas atividades antifúngica contra fungos do gênero *Candida* spp. (OLIVEIRA et al., 2007); atividade bactericida contra bactérias do gênero *Staphylococcus* spp., *Escherichia coli* (Enterobacteriales: Enterobacteriaceae), *Salmonella typhimurium* (Elmer) (Enterobacteriales: Enterobacteriaceae) entre outras (SHUBHA; BHATT, 2015).

Outras atividades biológicas como antitumoral, antiespasmódica, antiinflamatória, no tratamento de doenças da pele, doenças cardiovasculares, atividade anxiodante, também já foram relatados (BHATT; NEGI, 2012; GURGEL et al., 2009; RAMALAKSHMI et al.,

2014). Além do efeito larvicida e repelente para as espécies *Aedes aegypti* (L.) (Diptera: culicidae), *Anopheles gambiae* (GILES, 1926) (Diptera: culicidae) *Culex quinquefasciatus* (L.) (Diptera: culicidae) e *Culex tritaeniorhynchus* (L.) (Diptera: Culicidae) (JAYARAMAN; SENTHILKUMAR; VENKATESALU, 2015; LIMA et al., 2011).

Figura 10 - Estrutura química de alguns constituintes principais do óleo essencial de *Plectranthus amboinicus*. Linalol (1), carvacrol (2), timol (3), terpineno (4), cimeno (5) e geraniol (6).



Fonte: IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry: Home. [<http://www.iupac.org/>]

Montagem: Camila Bibiano.

### 2.3 Inseticidas e bioinseticidas

Embora o manejo integrado de pragas esteja cada vez mais utilizado, os inseticidas sintéticos continuam ocupando papel de destaque no controle de pragas. Seu uso pode afetar direta e indiretamente todos os organismos vivos presentes em agroecossistemas. As empresas produtoras sempre estão renovando seu portfólio de produtos comerciais, para que estes atendam às exigências de eficácia e segurança.

Dentre os pesticidas mais consumidos no mundo num total de 2 milhões de toneladas; 5,7% são referentes a inseticidas; 55,4% a herbicidas; 8,6% a fungicidas e 30,3% outros. Apesar de os inseticidas apresentarem a menor proporção, cerca de 114 mil toneladas são consumidas anualmente, o que é um valor significativo, quando pensamos em saúde e segurança ambiental (CASIDA; BRYANT, 2017).

Dentre as trinta substâncias inseticidas mais consumidas anualmente no mundo, a o grupo dos organofosforados fica em primeiro lugar no ranking. O clorpirifós é o primeiro inseticida na lista desse grupo. A tabela 1, baseada nos dados de Casida e Bryant (2017), fornece informações sobre a quantidade em toneladas de inseticida utilizados mundialmente na safra 2015/2016, de acordo com seu modo de ação e grupo químico.

Os inseticidas do grupo organofosforados atuam na inibição da enzima acetilcolinesterase (AChE) assim como os do grupo químico metilcarbamatos. Com a inibição dessa enzima, ocorre um acúmulo de acetilcolina na fenda sináptica fazendo com que ocorra uma hipertransmissão de impulsos elétricos causando assim um colapso no sistema nervoso central (CASIDA, 2017a).

Tabela 1 - Os trinta inseticidas mais utilizados nos últimos anos, seus modos de ação, grupo químico e quantidade em toneladas utilizadas mundialmente (Casida & Bryant, 2017).

Modo de Ação	Nome	Quantidade (t)
AChE (acetilcolinesterase)– organofosforados (OPs)	<b>Clorpirifós</b> , Acefato, Dimetoato, Malatião, Forato, Triazofos, Metamidofos, Terbufos, Cloretoxifos, e Profenofos.	101120
AChE – metilcarbamatos (MCs)	Carbofuran, Oxamil, Carbaril e Metomil	12025
Na <sup>+</sup> (canal de sódio) – piretróides (PyrS)	Permetrin, Cihalotrin- lambda, Cipermetirin and Fenvalerate	10685
nAChR ( receptor nicotínico de acetilcolina) – neonicotinóides	Imidacloprid, Acetamiprid, Tiametoxam e Clotianidin	22800
Outros	<b>Bacillus thuringiensis</b> , Clorantraniliprole, Fipronil, Hidrocloreto de Cartap, Buprofezin e Ciolite	42970

Fonte: Casida e Bryant (2017).

Trabalhos nos últimos anos têm relatado incidências de doenças, principalmente relacionadas a câncer devido ao uso de organofosforados. Pesquisadores apresentaram os riscos entre os usos destes compostos e o desencadeamento de câncer de pulmão e de leucemia (ALAVANJA et al., 2004; BEANE FREEMAN et al., 2005; BONNER et al., 2010). Adicionalmente, Alavanja et al. (2014) verificaram a incidência de câncer de próstata em trabalhadores que manuseavam ou tinham contato direto com aplicação desses inseticidas.



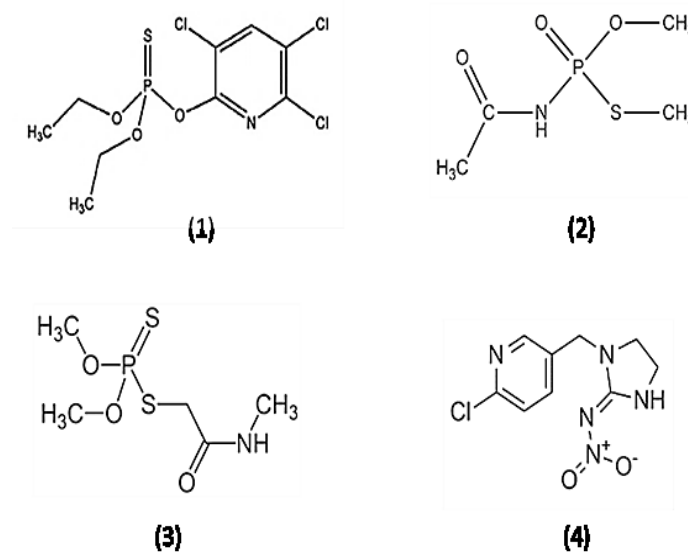
Em trabalho realizado em Iowa-EUA, durante seis anos, avaliou-se a associação de trabalhadores que tinham contato com inseticidas organofosforados com incidência de câncer. Dentre as pessoas selecionadas para participarem do estudo, mais de 60% cresceram em fazendas. Foram assim expostos aos compostos e principalmente a inseticidas organofosforados. Os resultados apontaram forte correlação entre os distúrbios de tireoide e cistos de ovário (LERRO et al., 2015).

A persistência dos produtos químicos no ambiente pode afetar não apenas a saúde humana, mas toda a fauna e a flora de forma direta e indireta. Uma simples aplicação em longo prazo pode não causar danos ambientais e a saúde, mas a aplicação periódica pode causar a acumulação dessas substâncias provocando grande contaminação. Pesquisadores verificaram em nível cromossômico os níveis de intoxicação da rã-touro asiática *Hoplobatrachus rugulosus* (Gunther, 1858) (Anura: Ranidae) presente em uma região com alta aplicação de inseticidas organofosforados. Os autores identificaram clorpirifós acumulado na água e em plantas no local, o que provocou aberrações cromossômicas em *H. rugulosus* (TENGGAROEK et al., 2017).

Além dos casos de intoxicação e impactos ambientais anteriormente citados, a aplicação frequente de produtos sintéticos pode causar grande pressão de seleção, ocasionando no aparecimento de populações resistentes. Casos de populações de inseto resistentes a inseticidas têm aparecido cada vez mais identificados. Pesquisadores identificaram população resistente de *Nilaparvata lugens* Stal (Hemiptera: Delphacidae), principal praga do arroz na China, ao clorpirifós (YANG et al., 2018); *Musca domestica* L. resistente a deltametrina (ALI KHAN; AKRAM; HAIDER, 2015), além de muitos casos de resistência da própria *Spodoptera frugiperda* a tecnologia Bt e a inseticidas organofosforados (ZHU et al., 2015)

Clorpirifós, principal inseticida da classe dos organofosforados e com característica de alta toxicidade, está no mercado, desde 1965, e tem sido formulado e comercializado em forma líquida, gel, granulado, pó, microencapsulado, entre outros (JOHN; SHAIKE, 2015). Sua acumulação no ambiente pode variar de alguns dias a quatro anos dependendo de várias condições, entre elas o nível da aplicação, natureza da formulação, e características ambientais tais como clima pH, tipo de solo e microbiota (CHAI; MOHD-TAHIR; BRUNN HANSEN, 2009).

Figura 11 - Estrutura química dos quatro principais inseticidas mais consumidos na safra de 2016. Clorpirifós (1), acefato (2), dimetoato (3), imidacloprid (4) (Casida & Bryant; 2017).



Fonte: IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry: Home. [<http://www.iupac.org/>]  
Montagem: Camila Bibiano.

Os bioinseticidas têm sido considerados uma alternativa ao uso dos pesticidas convencionais, visto que causam menores danos ambientais e apresentam menor toxicidade ao homem. Além disso, podem ser utilizados em programas de manejo integrado de pragas visando à diminuição da seleção de organismos resistentes e preservação de inimigos naturais por meio de sua seletividade.

Podem ser considerados bioinseticidas todos os tipos de compostos derivados de alguma fonte biológica natural, como exemplo, microrganismos, plantas, algas, animais entre outros. Na tabela 1, podemos identificar um bioinseticida muito consumido mundialmente que é o *Bacillus thuringiensis*, além dele outros já são comercializados como o óleo de Neem (Azamax) à base de azadiractina.

No entanto, assim como os inseticidas sintéticos, os bioinseticidas precisam ser bem estudados quanto suas características físico-químicas, seletividade e toxicidade. Assim como para os inseticidas sintéticos, casos de resistência a bioinseticidas também podem ocorrer como foi verificado em trabalho onde mais de 27 espécies de insetos apresentaram resistência ao *Bacillus thuringiensis* (SIEGWART et al., 2015).

O grande desafio é buscar sempre por novas alternativas ou novas substâncias para o controle de pragas, é que sejam eficientes, seletivas a organismos não alvos ou benéficos, que apresentem características físico-químicas que possibilitem o uso em baixas doses, que não se

acumulem no ambiente e que possam ser incluídas em programas de manejo integrado de pragas.

## **2.4 Lagarta-do-cartucho (*Spodoptera frugiperda*)**

A lagarta-do-cartucho-do-milho é uma espécie que foi identificada primeiramente como praga chave na cultura do milho. É encontrada principalmente em regiões tropicais e subtropicais nas Américas e recentemente identificada em locais no continente africano (OTIM et al., 2018). Considerada um inseto polífago, pode se alimentar de mais de 100 espécies de plantas cultivadas, além do milho são citadas algodão, soja, sorgo, tomate, arroz entre outras. (SANTOS-AMAYA et al., 2015).

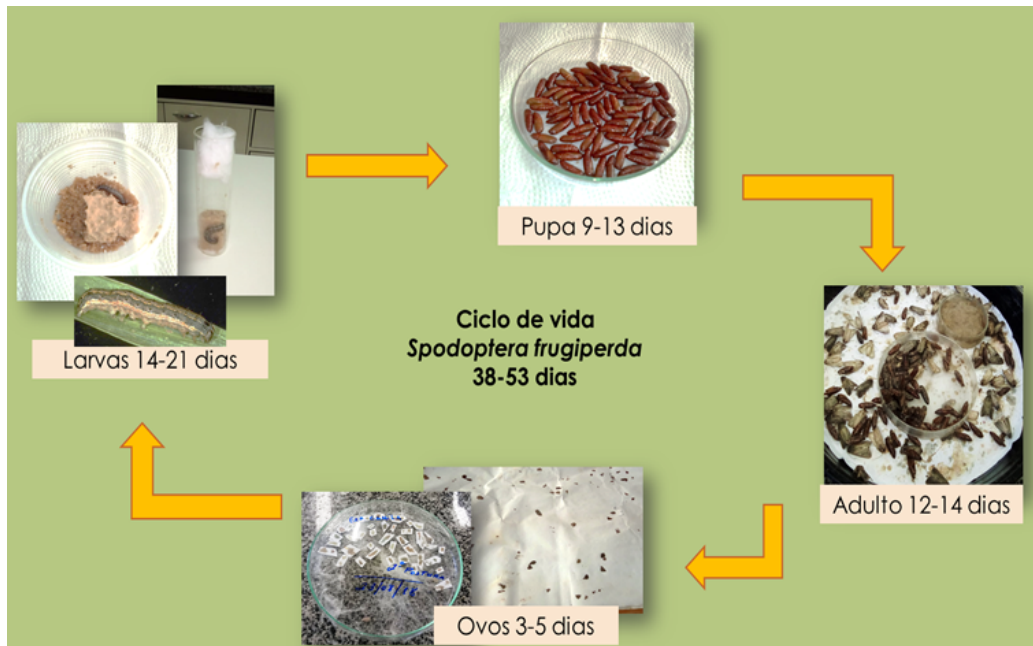
É uma praga que apresenta uma grande importância econômica, já que seu controle tem sido um desafio na agricultura nas últimas décadas. (ANDREWS, 1980). Por ser uma praga migratória, pode viajar mais de 100 km em uma noite e seus danos pode ocasionar perda total da lavoura (JOHNSON, 1987; SARMENTO et al., 2002).

Por ser uma praga migratória, pode viajar mais de 100 km em uma noite e seus danos pode ocasionar perda total da lavoura (JOHNSON, 1987; SARMENTO et al., 2002).

### **2.4.1 Aspectos bioecológicos de *Spodoptera frugiperda***

A lagarta-do-cartucho apresenta ciclo de vida relativamente curto e com alta taxa reprodutiva. A variedade de hospedeiros é grande e bem diversificada, o que facilita a estabilização da espécie durante todo o ano. A duração total do ciclo pode variar de 38 a 53 dias, e pode sofrer variações em seus estágios devido a fatores ambientais, químicos entre outros. A fase de larva tem duração média de 14 dias, a fase de pupa cerca de 13 dias, o estágio adulto em média 12 dias e fase de ovo três a quatro dias (BARROS et al., 2010).

Figura 12 - Ciclo de vida de *Spodoptera frugiperda*, criada em laboratório.



Fotos: População de *S. frugiperda* criada no Laboratório de Ecotoxicologia- DEN/UFLA, Lavras-MG.

A identificação morfológica da espécie é feita utilizando um estereomicroscópio (binocular), e é mais confiável quando feita em estágios adultos. Ovos de todas as espécies de *Spodoptera* são depositados em grupos, variando de 20 a mais de 350 ovos por lote (Peterson, 1964). Eles geralmente são colocados em uma camada mas, às vezes, em duas camadas parciais. Os ovos são geralmente cobertos com pêlos das fêmeas, cor caramelo, marrom, branco ou amarelo-claro (FIGURA 12 -1) (KORYCINSKA, 2012; VALVERDE, 2007; ZENKER et al., 2007).

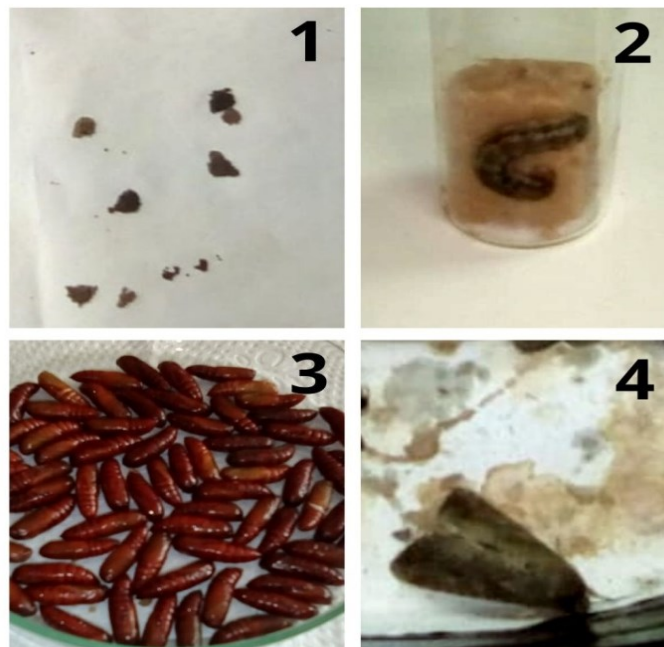
As larvas jovens dessa espécie são esverdeadas ou acastanhadas com listras longitudinais (FIGURA 12-2). O estágio larval das espécies de *Spodoptera* apresentam caracteres similares com a maioria das outras larvas de noctídeos. Algumas características são: 3 pares de pernas verdadeiras; 4 pares de prepernas abdominais; 1 par de prepernas anais; cabeça com 6 ocelos (stemmata) nos dois lados; nenhum pente anal (EPPO, 2015). No entanto, a larva totalmente crescida de *S. frugiperda* é muito diferente das outras larvas de *Spodoptera*, pois esta é cerca de 30 (POGUE, 2002) a 40 mm (EPPO, 2015) de comprimento maior e variável na cor, de rosa amarelado, oliváceo, marrom, cinza opaco a quase preto (POGUE, 2002).

A pupa é marrom e apresenta cerca de 15 a 22 mm de comprimento, com um cremaster composto por 2 espinhos de cerca de 0,5 mm de comprimento (FIGURA 12-3).

Esses espinhos podem facilmente romper ou, às vezes, apresentarem-se pouco desenvolvidos, o que o torna um caractere de diagnóstico não confiável (EPPO, 2015).

Para o indivíduo adulto dessa espécie é possível identificar alguns brancos com marcações de linhas transversais marrons, mas elas não são tão contrastantes como em outras espécies de *Spodoptera*. A cor do marrom é a mais comum é variável de marrom acinzentado ao marrom enferrujado (FIGURA 13-4). Os machos podem ter manchas orbitais marrons claras, ovais, oblíquas e não estreitas como em outras espécies (EPPO, 2015).

Figura 13 - Ovos (1), larva adulta (2), pupa (3), e adulto (4) *Spodoptera frugiperda*, criada em laboratório.



Fotos: População de *S. frugiperda* criada no Laboratório de Ecotoxicologia- DEN/UFLA, Lavras-MG.

### 2.5 *Trichogramma pretiosum*

Os tricogramatídeos pertencem à ordem Hymenoptera e têm menos de 1 mm de comprimento, são exclusivamente parasitoides de ovos, com grande preferência por ovos de lepidópteros. Os insetos da família Trichogrammatidae são gregários ou solitários, holometabólicos (apresentam fases de ovo, larva, pupa e adulto). Estes parasitoides podem se reproduzir sexualmente, originando machos e fêmeas ou via partenogênese telítoca, onde são produzidas apenas fêmeas (CIOCIOLA JUNIOR; ZUCCHI; STOUTHAMER, 2001).

Os ovos de *Trichogramma* spp. são inseridos no ovo de seus hospedeiros, e sua larva alimenta-se da massa vitelina e/ou do embrião do hospedeiro. Os parasitoides do gênero

*Trichogramma* possuem três instares larvais saciformes, além das fases de pré-pupa e pupa (PARRA; ZUCCHI, 2004). A duração total do período ovo-adulto é muito variável, principalmente em função da temperatura, mas também em função da espécie de *Trichogramma* e do hospedeiro (PARREIRA et al., 2018).

Estudos mostram que a procedência da população e a variação entre as espécies coletadas em diferentes regiões também podem ser responsáveis por alterações nos aspectos biológicos das populações desse parasitoide. Normalmente, o ciclo é de aproximadamente 10 dias à temperatura de 25°C (BLEICHER; PARRA, 1990).

Parasitoides do gênero *Trichogramma* são um dos inimigos naturais mais utilizados como agentes de controle biológico de insetos-praga (SOUZA et al., 2016). Esses parasitoides são de grande importância no controle biológico aplicado, pois eliminam as pragas no estágio de ovo e impedem danos às culturas causados pelas larvas das pragas (JALALI; MOHANRAJ; LAKSHMI, 2016). Nos últimos anos, têm-se pesquisado a possibilidade de controle de *S. frugiperda* por meio de liberações de *Trichogramma atopovirilia* (OATMAN et al., 1983) e *T. pretiosum*, parasitoides frequentes dessa praga (RESENDE; CIOCIOLA, 1996).

## REFERÊNCIAS

- ABOU EL-SOUD, N. H. et al. Chemical composition and antifungal activity of ocimum basilicum L. essential oil. **Open access Macedonian Journal of Medical Sciences**, Skopje, v. 3, n. 3, p. 374-379, Sept. 2015.
- ALAVANJA, M. C. et al. Non-hodgkin lymphoma risk and insecticide, fungicide and fumigant use in the agricultural health study. **PLoS One**, San Francisco, n. 9, p. e109332.
- ALAVANJA, M. C. et al. Pesticides and lung cancer risk in the agricultural health study cohort. **American Journal of Epidemiology**, Baltimore, v. 160, n. 9, p. 876–85, Nov. 2004.
- ALI KHAN, H. A.; AKRAM, W.; HAIDER, M. S. Genetics and mechanism of resistance to deltamethrin in the house fly, *Musca domestica* L., from Pakistan. **Ecotoxicology**, London, v. 24, n. 6, p. 1213-1220, Aug. 2015.
- ANDREWS, K. L. The whorlworm, *spodoptera frugiperda*, in central America and Neighboring Areas. **The Florida Entomologist**, Gainesville, v. 63, n. 4, p. 456-467, Dec. 1980.
- ARRIGONI-BLANK, M. F. et al. Antinociceptive activity of the volatile oils of *Hyptis pectinata* L. Poit. (Lamiaceae) genotypes. **Phytomedicine**, Stuttgart, v. 15, n. 5, p. 334-339, May 2008.
- ARUMUGAM, G.; SWAMY, M. K.; SINNIHAH, U. R. *Plectranthus amboinicus* (Lour.) spreng: botanical, phytochemical, pharmacological and nutritional significance. **Molecules**, Basel, v. 21, n. 4, p. 369, Mar. 2016.
- ASIIMWE, S. et al. Chemical composition and Toxicological evaluation of the aqueous leaf extracts of *Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng. **International Journal of Pharmaceutical Science Invention**, Ghaziabad, v. 3, n. 2, p. 19–27, Feb. 2014.
- AZEVEDO, N. R. et al. Essential oil chemotypes in *Hyptis suaveolens* from Brazilian cerrado. **Biochemical Systematics and Ecology**, Oxford, v. 30, n. 3, p. 205-216, Mar. 2002.
- BARROS, E. M. et al. Development of *Spodoptera frugiperda* on different hosts and damage to reproductive structures in cotton. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, Amsterdam, v. 137, n. 3, p. 237-245, Dec. 2010.
- BATISTA, J. A.; BOTREL, P. P.; FIGUEIREDO, F. C. Efeito do extrato de tiririca e bioestimulante no enraizamento de estacas de *Hyptis marrubioides* Epl. **Revista Agrogeoambiental**, Pouso Alegre, v. 7, n. 2, p. 91-99, June 2015.
- BEANE FREEMAN, L. E. et al. Cancer incidence among malepesticide applicators in the Agricultural Health Study cohort exposed to diazinon. **American Journal of Epidemiology**, Baltimore, v. 162, n. 11, p. 1070–1079, Dec. 2005.

BHATT, P.; NEGI, P. S. Antioxidant and antibacterial activities in the leaf extracts of Indian borage (*Plectranthus amboinicus*). **Food and Nutrition Sciences**, Olsztyn, v. 3, n. 2, p. 146–152, Jan. 2012.

BLEICHER, E.; PARRA, J. R. P. Espécies de *Trichogramma* parasitóides de Alabama argillacea. III. Determinação das exigências térmicas de três populações. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 25, n. 2, p. 215-219, fev. 1990.

BONNER, M. R. et al. Occupational exposure to terbufos and the incidence of cancer in the Agricultural Health Study. **Cancer Causes & Control**, Oxford, v. 21, n. 6, p. 871–7, June 2010.

BOTREL, P. P. et al. Content and chemical composition of *Hyptis marruboides* essential oil in function of seasons. **Acta Scientiarum Agronomy**, Maringá, v. 32, n. 3, p. 533-538, set. 2010.

BRAGA, R. **Plantas do Nordeste, especialmente do Ceará**. Fortaleza: Fundação Guimarães Duque, 2001. 496 p.

BUSATTA, C. et al. Application of *Origanum majorana* L. essential oil as an antimicrobial agent in sausage. **Food Microbiology**, London, v. 25, n. 1, p. 207–211, Feb. 2008.

CALDAS, G. F. R. et al. Antiulcerogenic activity of the essential oil of *Hyptis martiusii* Benth. (Lamiaceae). **Journal of Ethnopharmacology**, Limerick, v. 137, n. 1, p. 886-892, Sept. 2011.

\_\_\_\_\_. Gastroprotective and ulcer healing effects of essential oil of *Hyptis martiusii* Benth. (Lamiaceae). **PLoS One**, San Francisco, v. 9, n. 1, p. e84400, 2014.

CÁRDENAS-ORTEGA, N.C. et al. Composition of the essential oil of *Salvia ballotiflora* (Lamiaceae) and its insecticidal activity. **Molecules**, Basel, v. 20, n. 5, p. 1420-3049, May 2015.

CASIDA, J. E. Pest toxicology: the primary mechanisms of pesticide action. **Chemical Research in Toxicology**, Washington, v. 22, n. 4, p. 609–619, Apr. 2009.

\_\_\_\_\_. Pesticide interactions: mechanisms, benefits, and risks. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 65, n. 23, p. 4553–4561, June 2017a.

\_\_\_\_\_. Why prodrugs and propesticides succeed. **Chemical Research in Toxicology**, Washington, v. 30, n. 5, p. 1117–1126, May 2017b.

CASIDA, J. E.; BRYANT, R. J. The ABCs of pesticide toxicology: amounts, biology, and chemistry. **Toxicology Research**, Oxford, v. 6, n. 6, p. 755-763, Nov. 2017.

CASIDA, J. E.; DURKIN, K. A. Neuroactive insecticides: targets, selectivity, resistance, and secondary effects. **Annual Review of Entomology**, Palo Alto, n. 58, p. 99–117, 2013.



\_\_\_\_\_. Pesticide chemical research in toxicology: lessons from nature. **Chemical Research in Toxicology**, Washington, v. 30, n. 1, p. 94–104, Janeiro, 2017.

CHAI, L. K.; MOHD-TAHIR, N.; BRUUN HANSEN, H. C. Dissipation of acephate, chlorpyrifos, cypermethrin and their metabolites in a humid-tropical vegetable production system. **Pest Management Science**, West Sussex, v. 65, n. 2, p. 189–196, Feb. 2009.

CIOCIOLA JÚNIOR, A. I.; ZUCCHI, R. A.; STOUTHAMER, R. Molecular key to seven brazilian species of Trichogramma (Hymenoptera: Trichogrammatidae) using sequences of the ITS2 region and restriction analysis. **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 30, v. 2, p. 259-262, jun. 2001.

CRUZ, G. S. et al. 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). **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, Essex, v. 20, n. 5, 2017, p. 1360-1369, Sept. 2017.

DRIS, D. F. et al. Lavandula dentata essential oils: chemical composition and larvicidal activity against culiseta longiareolata and culex pipiens (Diptera: Culicidae). **African Entomology**, Pretória, v. 25, n. 2, p. 387-394, Sept. 2017.

EL-AKHAL, F. et al. Chemical composition and larvicidal activity of essential oil of *Origanum majorana* (Lamiaceae) cultivated in Morocco against *Culex pipiens* (Diptera: Culicidae). **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, Singapore, v. 4, n. 9, p. 746-750, Sept. 2014.

EPPO. *Spodoptera littoralis*, *Spodoptera litura*, *Spodoptera frugiperda*, *Spodoptera eridania*. **Bulletin OEPP**, Paris, v. 45, n. 3, p. 410-444, Dec. 2015.

ERENLER, R. et al. Bioassay-guided isolation, identification of compounds from *Origanum rotundifolium* and investigation of their antiproliferative and antioxidant activities. **Pharmaceutical Biology**, London, v. 55, n. 1, p. 1646–1653, Dec. 2017.

GIATROPOULOS, A. et al. Chemical composition and assessment of larvicidal and repellent capacity of 14 Lamiaceae essential oils against *Aedes albopictus*. **Parasitology Research**, Berlin, v. 117, n. 6, p. 1953–1964, June 2018.

GURGEL, A. P. et al. In vivo study of the anti-inflammatory and antitumor activities of leaves from *Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng (Lamiaceae). **Journal of Ethnopharmacology**, Lausanne, v. 125, n. 2, p. 361–363, Sept. 2009.

HADACEK, F. Secondary metabolites as plant traits: current assessment and future perspectives. **Critical Reviews in Plant Sciences**, Boca Raton, v. 21, n. 1, p. 273-322, July/Aug. 2002.

HAJLAOUI, H. et al. Chemical composition and in vitro evaluation of antioxidant, antimicrobial, cytotoxicity and anti-acetylcholinesterase properties of Tunisian *Origanum majorana* L. essential oil. **Microbial Pathogenesis**, London, n. 95, p. 86-94, June 2016.

HAN, X.; PARKER, T. L. Anti-inflammatory, tissue remodeling, immunomodulatory, and anticancer activities of oregano (*Origanum vulgare*) essential oil in a human skin disease model. **Biochimie Open**, Amsterdam, n. 4, p. 73-77, Mar. 2017.

INSECTICIDE RESISTANCE ACTION COMMITTEE. **IRAC mode of action classification scheme**. [S.l.]: IRAC, 2019. 30 p.

\_\_\_\_\_. **IRAC mode of action classification scheme**. Bruxelas: CropLife International, 2017. Disponível em: <<https://www.irac-online.org/>>. Acesso em: 15 mar. 2019.

ISCAN, G. et al. Antimicrobial screening of Menthe piperita essential oils. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 50, n. 14, p. 3943–3946, July 2002.

JALALI, S. K.; MOHANRAJ, P.; LAKSHMI, B. L. Trichogrammatids. In: OMKAR, B. K. (Ed.). **Ecofriendly pest management for food security**. Oxford: Elsevier-Academic Press, 2016. p. 139–181.

JAVANMARDI, J. et al. Antioxidant activity and total phenolic content of Iranian *Ocimum* accessions. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 83, n. 4, p. 547-550, Dec. 2003.

JAYARAMAN, M.; SENTHILKUMAR, A.; VENKATESALU, V. Evaluation of some aromatic plant extracts for mosquito larvicidal potential against *Culex quinquefasciatus*, *Aedes aegypti*, and *Anopheles stephensi*. **Parasitology Research**, Berlin, v. 114, n. 4, p. 1511–1518, Apr. 2015.

JOHN, E. M.; SHAIKE, J. M. Chlorpyrifos: pollution and remediation. **Environmental Chemistry Letters**, Secaucus, v. 13, n. 3, p. 369-391, 2015.

JOHNSON, S. J. Migration and the life history strategy of the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* in the western hemisphere. **International Journal of Tropical Insect Science**, Wallingford, v. 8, n. 4/6, p. 543-549, Dec. 1987 .

KENNEDY, D. et al. Volatile terpenes and brain function: investigation of the cognitive and mood effects of mentha \_ piperita L. essential oil with in vitro properties relevant to central nervous system function. **Nutrients**, Basel, v. 10, n. 8, p. E1029, 2018.

KOUL, O. et al. Comparative study on the behavioral response and acute toxicity of some essential oil compounds and their binary mixtures to larvae of *Helicoverpa armigera*, *Spodoptera litura* and *Chilo partellus*. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v. 49, p. 428-436, Aug. 2013.

KRIEGER, R. **Hayes' handbook of pesticide toxicology**. 3rd ed. Califórnia: Academic Press 2010. 2342 p.

LERRO, C. C. et al. Organophosphate insecticide use and cancer incidence among spouses of pesticide applicators in the Agricultural Health Study. **Occupational and Environmental Medicine**, London, v. 72, n. 10, p. 376-744, Oct. 2015.

LIMA, M. A. et al. Evaluation of larvicidal activity of the essential oils of plants species from Brazil against *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). **African Journal of Biotechnology**, Nairobi, v. 10, n. 55, 11716–11720, Sept. 2011.

- MALAN, K. et al. The essential oil of *Hyptis pectinata*. **Planta Medica**, Stuttgart, v. 54, n. 6, p. 531-532, Jan. 1988.
- MARRELLI, M.; STATTI, G. A.; CONFORTI, F. *Origanum* spp.: an update of their chemical and biological Profiles. **Phytochemistry Review**, Dordrecht, n. 17, p. 873–888, 2018.
- MARTÍN NIETO, G. Biological Activities of three essential oils of the lamiaceae family. **Medicines**, Basel, v. 4, n. 3, p. E63, Aug. 2017.
- MARTINEZ-VELAZQUEZ, G. A. et al. Acaricidal effect and chemical composition of essential oils extracted from *Cuminum cyminum*, *Pimenta dioica* and *Ocimum basilicum* against the cattle tick *Rhipicephalus (Boophilus) microplus* (Acari: Ixodidae). **Parasitology Research**, Berlin, v. 108, n. 2, p. 481-487, Feb. 2011.
- MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais**: guia de seleção e emprego de plantas usadas em fitoterapia no Nordeste do Brasil. 2. ed. Fortaleza: UFC, 2000. 344 p.
- McNEIL, M.; FACEY, P.; PORTER, R. Essential oils from the *Hyptis* genus – a review (1909–2009). **Natural Product Communications**, Westerville, v. 6, n. 11, p. 1775–1796, Nov. 2011.
- MEJRI, J. et al. Emerging extraction processes of essential oils: a review. **Asian Journal of Green Chemistry**, [S.l.], v. 2, n. 3, p. 246-267, May 2018.
- MELLO, M. B. et al. Atividade inseticida do óleo essencial de *Hyptis marrubioides* no controle de *Zabrotes subfasciatus* (Coleoptera, Chrysomelidae, Bruchinae). **Revista Agrogeoambiental**, Pouso Alegre, v. 6, n. 1, p. 79-85, Apr. 2014.
- MELLO, M. O.; SILVA-FILHO, M. C. Plant-insect interactions: an evolutionary arms race between two distinct defense mechanisms. **Brazilian Journal of Plant Physiology**, Londrina, v. 14, n. 2, p. 71-81, maio/ago. 2002.
- MILEVSKAYA, V. V. et al. Determination of phenolic compounds in medicinal plants from the lamiaceae family. **Journal of Analytical Chemistry**, New York, v. 72, n. 3, p. 342–348, Mar. 2017.
- MOHAMED, H. F. Y. et al. Growth and essential oil responses of *Nepeta* species to potassium humate and harvest time. **Acta Physiologiae Plantarum**, Warszawa, v. 40, n. 204, 2018. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.1007%2Fs11738-018-2778-5>>. Acesso em: 15 mar. 2019.
- MOHAMMADI, S.; SAHARKHIZ, M. J. Changes in essential oil content and composition of catnip (*Nepeta cataria* L.) during different developmental stages. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, Essex, v. 14, n. 4, p. 396–400, Mar. 2011.
- NIKOLIC, M. et al. Chemical composition, antimicrobial, and cytotoxic properties of five Lamiaceae essential oils. **Industrial Crops and Products**, Baltimore, n. 61, p. 225–232, Nov. 2014.

- OATMAN, E. R. et al. Parasitization of lepidopterous pests on fresh market tomatoes in southern California. **Journal of Economic Entomology**, College Park Md, v. 76, n. 3, p. 452-455, June 1983.
- OLIVEIRA, R. A. G. et al. Interference of *Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng essential oil on the anti-*Candida* activity of some clinically used antifungals. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, João Pessoa, v. 17, n. 2, p. 186–190, abr./jun. 2007.
- OTIM, M. H. et al. Detection of sister-species in invasive populations of the fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) from Uganda. **PLoS One**, San Francisco, |v. 13, n. 4, p. p. e0194571, Apr. 2018.
- PANDEY, A. K.; SINGH, P.; TRIPATHI, N. N. Chemistry and bioactivities of essential oils of some *Ocimum* species: an overview. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, China, v. 4, n. 9, p. 682-694, Sept. 2014.
- PATIL, R. C.; KULKARNI, C. P.; PANDEY, A. Antibacterial and phytochemical analysis of *Tinospora cordifolia*, *Azarchita indica* and *Ocimum santum* leaves extract against common human pathogens: An *in vitro* study. **Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry**, New Delhi, v. 6, n. 5, p. 702-706, 2017.
- PARRA, J. R. P.; ZUCCHI, R. A. *Trichogramma* in Brazil: feasibility of use after twenty years of research. **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 33, n. 3, p. 271-281, maio/jun. 2004.
- PARREIRA, D. S. et al. Quantifying the harmful potential of ten essential oils on immature *Trichogramma pretiosum* stages. **Chemosphere**, Oxford, v. 199, p. 670-675, May 2018.
- PEDROSO, R. C. N. et al. Effects of light quality and chemical elicitors on the growth parameters and rosmarinic acid content of *in vitro* cultures of *Hyptis pectinate* (L.) Poit. **Journal of the Brazilian Chemistry Society**, São Paulo, v. 30, n. 11, p. 2430-2437, Nov. 2019.
- \_\_\_\_\_. Impact of light quality on flavonoid production and growth of *Hyptis marruboides* seedlings cultivated *in vitro*. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, Curitiba, v. 27, n. 4, p. 466-470, jul./ago. 2017.
- PINTUREAU, B.; M. CALVIN, Del P. I.; GRENIER, S. Effectiveness of the second mating in a bisexual *trichogramma* species and the first mating in a thelytokous *trichogramma* species (*hymenoptera: trichogrammatidae*). **The Canadian Entomologist**, Cambridge, v. 129, n. 1, p. 35-41, Feb. 1997.
- POGUE, M. A. World revision of the genus *Spodoptera* Guenée (Lepidoptera: Noctuidae). **Memoirs of the American Entomological Society**, Philadelphia, v. 43, n. 28, p. 117-124, 2002.
- RAMALAKSHMI, P. et al. Anticancer effect of *Coleus amboinicus* (Karpooravalli) on human lung cancer cell line (A549). **International Journal of Development Research**, [S.l.], v. 4, n. 11, p. 2442–2449, Nov. 2014.

RATTAN, R. S. Mechanism of action of insecticidal secondary metabolites of plant origin. **Crop Protection**, Madison, v. 29, n. 9, p. 913-920, Sept. 2010.

RAYMUNDO, L. J. et al. Characterisation of the anti-inflammatory and antinociceptive activities of the *Hyptis pectinata* (L.) Poit essential oil. **Journal of Ethnopharmacology**, Lausanne, v. 134, n. 3, p. 725-732, Apr. 2011.

RESENDE, D. L. M. C.; CIOCIOLA, A. I. Capacidade de parasitismo de *Trichogramma atopovirilia* Oatman & Platner, 1983 (Hymenoptera: Trichogrammatidae) em ovos de *Helicoverpa zea* (Boddie, 1850) (Lepidoptera: Noctuidae) em diferentes temperaturas. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 20, p. 421-424, 1996.

ROUT, O. P. et al. Pathorchur (*Coleus aromaticus*): a review of the medicinal evidence for its phytochemistry and pharmacology properties. **International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology**, Índia, v. 3, n. 4, p. 348–355, Dec. 2012.

SIMON, J. E. et al. Basil: a source of aroma compounds and a popular culinary and ornamental herb. reprinted from: perspectives on new crops and new uses. In: JANICK, J. (Ed.). **Perspectives on new crops and new uses**. Alexandria: ASHS Press, 1999.

SALES, J. F. et al. Composition and chemical variability in the essential oil of *hyptis marrubioides* Epl. **Journal of Essential Oil Research**, Wheaton, v. 19, n. 6, p. 552-556, Nov. 2007.

SANTOS, F. A. V. et al. Antibacterial activity of *Plectranthus amboinicus* Lour (Lamiaceae) essential oil against *Streptococcus mutans*. **European Journal of Integrative Medicine**, Oxford, n. 8, p. 293, Nov. 2015.

SANTOS-AMAYA, O. F. et al. Resistance to dual-gene Bt maize in *Spodoptera frugiperda*: selection, inheritance and cross-resistance to other transgenic events. **Scientific Reports**, New York, v. 5, n. 18243, p. 1-10, Jan. 2015.

SANTOS, P. O. et al. Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Hyptis pectinata* (L.) Poit. **Química Nova**, São Paulo, v. 31, n. 7, p. 1648-1652, 2008.

SARMENTO, R. A. et al. Biology review, occurrence and control of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera, Noctuidae) in corn in Brazil. **Bioscience Journal**, Uberlândia, v. 18, n. 2, p. 1516-3725, dez. 2002.

SHUBHA, J. R.; BHATT, P. *Plectranthus amboinicus* leaves stimulate growth of probiotic *L. plantarum*: Evidence for ethnobotanical use in diarrhea. **Journal of Ethnopharmacology**, Lausanne, n. 166, p. 220–227, May 2015.

SIEGWART, M. et al. Resistance to bio-insecticides or how to enhance their sustainability: a review. **Frontiers in Plant Science**, Lausanne, n. 6, p. 381, June 2015.

SILVA-LUZ, C. L. et al. Flora da serra do cipó, minas gerais: Lamiaceae. **Boletim de Botânica**, São Paulo, v. 30, n. 2, p. 109-155, 2012.

SIMÕES, C. M. O.; SPITZER, V. Óleos voláteis. In: simões, C. M. O. et al. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 2. ed. Porto Alegre: UFRGS, 1999. cap. 18, p. 387-441.

SOUZA, A. R. et al. Natural parasitism of lepidopteran eggs by *Trichogramma* species (Hymenoptera: Trichogrammatidae) in agricultural crops in Minas Gerais, Brazil. **Flórida Entomologist**, Gainesville, v. 99, n. 2, p. 221-225, 2016.

SOUZA, A. S. L. et al. Propofol and essential oil of *Nepeta cataria* induce anaesthesia and marked myorelaxation in tambaqui *Colossoma macropomum*: implications on cardiorespiratory responses. **Aquaculture**, Amsterdam, n. 500, p. 160-169, Feb. 2018.

STASZEK, D. et al. Marker fingerprints originating from TLC and HPLC for selected plants from Lamiaceae family. **Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies**, New York, v. 36, n. 17, p. 2463–2475, Oct. 2013.

TEIXEIRA, B. et al. Chemical composition and bioactivity of different oregano (*Origanum vulgare*) extracts and essential oil. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, London, v. 93, n. 11, p. 2707-2714, Aug. 2013.

TENGJAROENKUL, B. et al. Cytotoxicity evaluation of the East Asian bullfrog (*Hoplobatrachus rugulosus*) in an agricultural area affected by chlorpyrifos. **Cytologia**, Tokio, v. 82, n. 2, p. 175–181, Mar. 2017.

TURNER, J. A. **The Pesticide Manual: a world compendium**. 17th ed. Oxford: Cabi, 2015. 1357p.

WALIA, S. S. et al. Phytochemical biopesticides: some recent developments. **Phytochemistry, Review**, Dordrecht, n. 16, p. 989–1007, 2017.

WALLER, S. B. et al. Cytotoxicity and anti-*Sporothrix brasiliensis* activity of the *Origanum majorana* Linn. oil. **Brazilian Journal of Microbiology**, São Paulo, v. 47, n. 4, out./dez. 2016.

YANG, B. et al. Effects of temperature on fitness costs in chlorpyrifos-resistant brown planthopper, *Nilaparvata lugens* Stål (Hemiptera: Delphacidae). **Insect Science**, Victória, v. 25, n. 3, p. 409-417, June 2018.

YEOM, H. J. et al. Insecticidal and acetylcholine esterase inhibition activity of asteraceae plant essential oils and their constituents against adults of the German Cockroach (*Blattella germanica*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 63, n. 8, p. 2241-2248, Mar. 2015.

ZHU, Y. C. et al. Evidence of multiple/cross resistance to Bt and organophosphate insecticides in Puerto Rico population of the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda*. **Pesticide Biochemistry and Physiology**, New York, n. 122, p. 15-21, July 2015.

ZOMORODIAN, K. et al. Chemical composition and antimicrobial activities of essential oil of *nepeta cataria* L. against Common causes of oral infections. **Journal of Dentistry**, Tehran, v. 10, n. 4, p. 329-337, July 2013.

**SEGUNDA PARTE - ARTIGOS****ARTIGO 1 -TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE LAMIÁCEAS PARA  
*Spodoptera frugiperda* E SELETIVIDADE FISIOLÓGICA PARA *Trichogramma  
pretiosum***

Camila S. Bibiano, Deiane S. Alves, Geraldo A. Carvalho, Suzan K. Vilela Bertolucci.

Artigo formatado de acordo com as normas para submissão do periódico Industrial Crops and  
Products.

## RESUMO

A lagarta do cartucho *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) é uma praga nativa das Américas que vem atingindo também outros continentes. Seu controle é ainda em sua maioria, por meio de químicos sintéticos, no entanto, o uso de substâncias naturais tem se mostrado como alternativa promissora no controle. Assim, este trabalho teve como objetivo avaliar a bioatividade de óleos essenciais (OE) de *Hyptis marruboides* Epling, *Nepeta cataria* L., *Ocimum basilicum* L., *Origanum majorana* L., *Origanum vulgare* L. e *Plectranthus amboinicus* (Lour.) para *S. frugiperda*. Adicionalmente, os óleos essenciais de *Hyptis marruboides* Epling (Tubiflorae: Lamiaceae) e de *Ocimum basilicum* L. (Lamiales: Lamiaceae) foram analisados quimicamente empregando-se cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM). Os compostos majoritários destas duas espécies foram avaliados quanto à toxicidade para esse inseto. Os constituintes majoritários do óleo essencial de *H. marruboides* foram identificados como  $\beta$ -tujona e  $\alpha$ -tujona e para *O. basilicum* como linalol e 1,8-cineol. Avaliaram-se também os efeitos dos óleos essenciais dessas duas espécies sobre o parasitoide *Trichogramma pretiosum* (Riley, 1879) (Hymenoptera: Trichogrammatidae). Os óleos essenciais de *H. marruboides* (DL50:18,49  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) e *O. basilicum* (DL50: 38,21  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) apresentaram alta toxicidade para *S. frugiperda* em ensaio tópico. Foi verificada a existência de uma possível interação sinérgica entre as substâncias presentes nos óleos essenciais. Os óleos essenciais de *H. marruboides* e *O. basilicum*, não afetaram negativamente a longevidade das fêmeas e nem a capacidade de parasitismo.

Palavras chave: Lagarta-militar, parasitoide, inseticidas botânicos, MIP

## ABSTRACT

The fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) is a native pest of the Americas and that currently was found on African continent. Its control is still in most, by using of synthetic chemicals, however the use of botanical products is a promising alternative. Thus, this work aimed to evaluate the insecticidal activity of essential oils (EO) of *Hyptis marruboides* Epling, *Nepeta cataria* L., *Ocimum basilicum* L., *Origanum majorana* L., *Origanum vulgare* L. and *Plectranthus amboinicus* (Lour.) for *S. frugiperda*. In addition, the essential oils of *H. marruboides* and *O. basilicum*, were subjected to gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS) toxicity to this insect. The major constituents of *H. marruboides* essential oil were identified as  $\beta$ -thujone and  $\alpha$ -thujone and for *O. basilicum* as linalool and eucalyptol (1,8-cineol). The effects of the EOs of *H. marruboides* and *O. basilicum* were also evaluated for the parasitoid *Trichogramma pretiosum* (Riley, 1879) (Hymenoptera: Trichogrammatity). The essential oils of *H. marruboides* (LD50 18.49  $\mu\text{g} / \mu\text{L}$ ) and *O. basilicum* (LD50 38.21  $\mu\text{g} / \mu\text{L}$ ) were toxic to *S. frugiperda* in a topical bioassay. The essential oils of *H. marruboides* and *O. basilicum*, which did not negatively affect female longevity or parasitism for the porasitoid subject.

Keywords: Military caterpillar, parasitoid, botanical products, linalool,  $\alpha$ -thujone, 1,8-cineole.



## 1. INTRODUÇÃO

*Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae), conhecida como lagarta-do-cartucho, é uma praga que pode causar grandes perdas econômicas em várias culturas. Por ser um inseto polífago é praga de diversas culturas como milho, soja, algodão e arroz (Montezano et al., 2018; Casmuz et al., 2010). Este inseto possui ciclo biológico curto e grande capacidade de multiplicar sua população, e pode causar prejuízos de milhões de dólares para os produtores (Zhang et al., 2016).

Plantas geneticamente modificadas fazem parte de uma tecnologia bastante utilizada no controle de *S. frugiperda*, embora já existam algumas populações resistentes a essa tecnologia (Santos-Amaya et al., 2015; Boyer et al., 2012). O controle químico tem demonstrado em algumas lavouras ineficiência de controle, em função da dificuldade de contato das lagartas com os resíduos dos inseticidas e, até mesmo, por apresentar populações resistentes (Yu et al., 2003, Zhu et al., 2015).

Nesse contexto, na busca por alternativas de controle, produtos oriundos do metabolismo secundário de plantas apresentam-se promissores para serem empregados no controle de *S. frugiperda*, especialmente os óleos essenciais, já que estes apresentam alta atividade biológica (Ayil-Gutiérrez et al., 2018; Oliveira et al., 2018; Murcia-Meseguer et al., 2018; Niculau et al., 2013).

Entre as inúmeras famílias botânicas conhecidas pela produção de metabólitos secundários tóxicos para insetos, destaca-se a família Lamiaceae. (Bhavya et al., 2018; Cárdenas-Ortega et al., 2015; Chil-Núñez et al., 2018; Conti et al., 2012; Dris et al., 2017 e Essolakina et al., 2014).

Além da toxicidade para o inseto alvo é desejável que as substâncias naturais ativas sejam seletivas para organismos não alvo, tais como inimigos naturais. Foi selecionado para esse trabalho o parasitoide de ovos *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae) pois esse parasitoide apresenta vantagens baixo custo de criação e manutenção, alta taxa de reprodução e eficiência de parasitismo, além de ser caracterizado como um dos principais inimigos naturais de *S. frugiperda* (Dequech et al., 2013).

Embora muitas pesquisas tenham sido conduzidas com o objetivo de avaliar a atividade inseticida de espécies dessa família botânica (Alves et al., 2014; Calmasur et al., 2006; Cárdenas-Ortega et al., 2015; Carvalho et al., 2019;), estudos sobre suas aplicações no controle de *S. frugiperda* e seus efeitos sobre o parasitoide *T. pretisum* são escassos (Bueno et al., 2017).

O objetivo deste trabalho foi avaliar a toxicidade dos óleos essenciais das lamiáceas *Hyptis marruboides* Epling, *Nepeta cataria* L., *Ocimum basilicum* L., *Origanum majorana* L., *Origanum vulgare* L. e *Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng para *S. frugiperda*. Adicionalmente, os óleos essenciais mais promissores foram caracterizados quimicamente e a seletividade para *T. pretiosum* foi avaliada. Os constituintes majoritários dos óleos essenciais tiveram a toxicidade avaliada para *S. frugiperda*.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Coleta do material botânico

O material vegetal foi obtido de plantas cultivadas no horto de plantas medicinais da Universidade Federal de Lavras (UFLA), Lavras, Minas Gerais (21°14'43" S, 44°59'59" W). Para o estabelecimento desse cultivo, estacas foram coletadas do caule de plantas matrizes e após climatizadas em casa de vegetação por 40 dias foram transplantadas e cultivadas com adubo orgânico em canteiros, sob sistema de irrigação por aspersão.

A biomassa (folhas, caule e inflorescências) das espécies *H. marruboides* (hortelã-do-campo), *O. basilicum* (manjericão), *N. cataria* (erva-de-gato), *O. vulgare* (orégano), *O. majorana* (manjerona) e *P. amboinicus* (malvariço) foi coletada em dois períodos, a primeira (90 dias após o transplante das mudas) em 18 de novembro de 2016 e a segunda coleta, em 10 de janeiro de 2017 (142 dias após o plantio). Ambas as coletas foram realizadas no período da manhã, entre 8:00 e 9:00 horas. Após coletada, a biomassa foi levada para a extração, onde foram feitas misturas de ambas as extrações. As exsiccatas das espécies foram depositadas no herbário ESAL, no Departamento de Biologia da UFLA.

### 2.2 Extração dos óleos essenciais

A extração dos óleos essenciais (OE) foi realizada pelo processo de hidrodestilação em aparelho do tipo Clevenger modificado. Para isso, o material vegetal (60 g de biomassa fresca), foi submetido à extração empregando-se água destilada (1000 mL), por um período de 90 minutos. O óleo essencial foi coletado sem utilização de solvente, uma vez que o hidrolato (óleo mais água) foi centrifugado por 10 minutos em 300 rpm. Após o hidrolato ser congelado a -20°C, o óleo essencial foi pipetado e armazenado em frascos de vidro âmbar de 5 ml, e em seguida, pesados para cálculo do teor e rendimento.

### 2.3 Cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas

Os óleos essenciais de *O. basilicum* e *H. marrubioides*, os quais foram ativos para *S. frugiperda* e que também apresentaram maiores teores e rendimento na extração (Tabela 1 e Figura 1), foram caracterizados quimicamente. As análises foram conduzidas no Laboratório de Fitoquímica do Horto, do Departamento de Agricultura da UFLA. Para as análises quantitativas, empregou-se cromatografia em fase gasosa acoplada a um detector de ionização em chama de hidrogênio (CG-DIC) em um sistema Agilent® (Agilent Technologies, California, USA) 7890A equipado com coluna capilar de sílica fundida HP-5 (30 m de comprimento; 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 µm de espessura do filme). O gás hélio foi utilizado como arraste, tendo fluxo de 1,0 mL/min; as temperaturas do injetor e do detector foram mantidas em 220°C e 240°C. A temperatura inicial do forno foi de 60°C, isotérmico por 1,5 min, seguido por uma rampa de temperatura de 3°C/min até 240°C, seguida de uma rampa de 10°C/min até 270°C. O óleo foi diluído em acetato de etila (1%, v/v) e injetado automaticamente no cromatógrafo empregando-se volume de 1,0 µL, no modo split a uma razão de injeção de 1:50. As análises foram realizadas em triplicata e os resultados expressos pela média da porcentagem da área normalizada relativa dos picos cromatográficos (Tabela 2).

As análises qualitativas dos óleos essenciais foram realizadas por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM), utilizando-se um equipamento Agilent® 5975C, operado por ionização de impacto eletrônico a 70 eV, em modo varredura, a uma velocidade de 1,0 scan/s, com um intervalo de aquisição de massas de 40 - 400 m/z. Os componentes foram identificados por comparação de seus índices de retenção e tempo de retenção calculados (IKc e TR) com os índices obtidos em literaturas (Davies, 1990; Adams, 2007) e por comparação dos espectros de massas com o banco de dados da biblioteca NIST/EPA/NHI (NIST, 2008). Os índices de retenção de relativos à co-injeção de padrão de n-alcenos (C8-C20; Sigma-Aldrich®, St. Louis, USA) foram calculados com a aplicação da equação de Van Den Dool e Kratz (1963).

### 2.4. Ensaaios com *Spodoptera frugiperda*

#### 2.4.1. Insetos

Lagartas de *S. frugiperda* foram obtidas de criação mantida no Laboratório de Ecotoxicologia e MIP do Departamento de Entomologia da UFLA. As lagartas foram

alimentadas com dieta artificial (Parra, 2001) e os adultos com solução de mel a 10%. Os insetos utilizados em todos os bioensaios foram provenientes da segunda postura dos adultos providos da criação. Os insetos foram mantidos em sala climatizada à temperatura de  $25 \pm 2$  °C, umidade relativa de  $70 \pm 10$  % e fotofase de 12 horas.

#### **2.4.2 Screening com os óleos essenciais em ensaio de aplicação tópica**

Os OEs provenientes de folhas, caules e inflorescências de *H. marrubioides*, *N. cataria*, *O. basilicum*, *O. majorana*, *O. vulgare* e *P. amboinicus* foram previamente solubilizados em acetona na concentração de  $90 \mu\text{g}/\mu\text{L}$  (dose estipulada por testes realizados anteriormente) e aplicados de forma tópica ( $1 \mu\text{L}$ ) no dorso das lagartas de *S. frugiperda*, empregando-se microseringa do tipo Hamilton®. Foram empregadas lagartas de *S. frugiperda* com 72 horas de idade, previamente alimentadas em dieta artificial. O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado, com 72 repetições por tratamento, a parcela experimental foi constituída por uma lagarta, mantida individualizada em placas de microtitulação Elisa® de 24 compartimentos. O controle negativo foi constituído por acetona. A sobrevivência dos insetos foi avaliada a cada 24 horas durante 168 horas. O experimento foi repetido duas vezes no tempo.

#### **2.4.3. Screening com óleos essenciais sobre lagartas de *S. frugiperda* via ingestão**

Neste ensaio foram empregados apenas os óleos essenciais de *H. marrubioides* e *O. basilicum*, que além de serem ativos para *S. frugiperda* em ensaio tópico, também apresentaram maior rendimento na extração. Os OEs ( $200 \mu\text{g}$ ) foram solubilizados em 20 mL de solução aquosa de Tween 80 a 1% e incorporados em 200 mL de dieta artificial à temperatura média de 40°C (diluição estipulada por meio de pré-testes e dados presentes na literatura).

Os tratamentos constituíram-se de: dois tratamentos com as soluções contendo os OEs de *O. basilicum* e *H. marrubioides* diluídos (20ml) em dieta artificial; um tratamento com o bioinseticida Azamax® (na dose recomendada pelo fabricante, 5 mL/L água) diluído em dieta artificial como controle positivo, o qual após ser preparado (calda) foi adicionado à dieta (20 mL da calda em 200 mL de dieta artificial); solução aquosa de Tween 80 a 1% (20ml) diluída em dieta artificial; e a testemunha com apenas a dieta artificial acrescida de 20ml de água destilada.

Pedaços de dieta de igual tamanho foram oferecidos para lagartas recém eclodidas de *S. frugiperda*. O delineamento foi inteiramente casualizado com 60 repetições por tratamento, a parcela experimental foi formada por uma lagarta que foi mantida de forma individualizada em tubo de vidro (8 cm de altura x 2,5 cm de diâmetro). Os ensaios foram repetidos duas vezes no tempo. Os insetos tiveram a sobrevivência avaliada a cada 24 horas por 7 dias. Além disso, também foi avaliado o peso das pupas.

#### **2.4.4. Obtenção de curvas de tempo-resposta e de dose-resposta**

Os óleos essenciais de *H. marruboides* e *O. basilicum* foram avaliados nas doses de 10, 30, 50, 70 e 90 µg/µL de acetona. Também foram determinadas curvas de dose-reposta para o inseticida padrão clorpirifós (95 % de pureza, Sigma-Aldrich®) nas doses de 0,001; 0,01; 0,1; 1 e 10 µg/µL de acetona, conforme descrito no subitem 2.4.2. As avaliações de sobrevivência dos insetos foram realizadas a cada 24 horas durante 168 horas, e os ensaios foram repetidos duas vezes no tempo. A curva de dose resposta foi traçada no tempo de 48 horas.

#### **2.4.5 Ensaio com os constituintes majoritários**

Para os testes com as substâncias majoritárias, foram empregados os compostos majoritários de *H. marruboides*, identificado como β-tujona, e os de *O. basilicum* linalol e 1,8-cineol. A partir do percentual de cada substância por meio da cromatografia (Tabela 2) presente nos seus respectivos OEs, e ainda os valores de DL50 e DL90 de cada óleo adquiridos pelos testes Curva de dose resposta (Tabela 3); as doses de cada substância majoritária isolada foram determinadas da seguinte forma:  $D=DL90*(T/100)$  onde D = dose da substância isolada a ser testada; DL90= Dose Letal 90 do OE, obtido no subitem 2.4.4; T = teor da substância pura presente no OE, obtida no subitem 2.3.

Assim, os tratamentos empregados consistiram da DL90 dos óleos essenciais de *H. marruboides* (44,57 µg/µL) e de *O. basilicum* (75,17 µg/µL), e das substâncias puras: α-tujona (7,05 µg/µL), linalol (29,61 µg/µL) e 1,8-cineol (11,28 µg/µL), além do tratamento controle com apenas acetona. Os óleos e as substâncias puras foram diluídos em acetona e 1 µL das soluções adquiridas, foi aplicado no dorso de lagartas com 72 horas de idade. A sobrevivência dos insetos foi avaliada a cada 24 horas durante 168 horas, e os ensaios foram repetidos duas vezes no tempo.

## 2.5 Seletividade fisiológica dos óleos essenciais para *T. pretiosum* em sua fase imatura

Utilizou-se uma população de *T. pretiosum* obtida de ovos de *S. frugiperda* em cultura de milho no município de Piracicaba, SP. Ovos da traça-da-farinha *Ephesia kuehniella* Zeller, 1879 (Lepidoptera: Pyralidae) foram utilizados como hospedeiro para o teste com *T. pretiosum* oriundos da segunda geração. As doses utilizadas corresponderam aos valores de DL90 dos OEs para *S. frugiperda*. Os tratamentos consistiram dos OEs de *H. marrubioides*, *O. basilicum* e do produto técnico clorpirifós (controle positivo), nas concentrações de 75,17 µg/µL; 44,57 µg/µL e 0,24 µg/µL, respectivamente. Acetona foi usada como controle negativo.

Foram utilizados pulverizadores de pressão (vazão de pressão de aproximadamente 0,3 L/min) para a pulverização dos compostos. Cada tratamento foi representado por uma cartela contendo cerca de 125 ovos de *E. kuehniella*, os quais foram previamente inviabilizados sob lâmpada germicida, tratados e ofertados às fêmeas, uma hora após a aplicação dos compostos.

Para cada tratamento, vinte e oito fêmeas com até 12 h de idade foram individualizadas em tubos de vidro (8 cm de altura x 2,5 cm de diâmetro), fechados com filme de polietileno, alimentadas com mel em forma de gotículas depositadas no interior dos recipientes. Cerca de 125 ovos de *E. kuehniella* com até 24 horas de idade foram aderidos a cartelas de cartolina azul (5 cm de comprimento e 0,5 cm de largura), por meio de goma arábica diluída a 50% em água, inviabilizados sob lâmpada germicida e ofertados para cada fêmea do parasitoide.

Após 24 horas da oferta, as fêmeas foram retiradas e individualizadas em outros tubos para avaliação da longevidade. Os ovos supostamente parasitados foram mantidos em ambiente climatizado sob as mesmas condições da criação, até a emergência dos parasitoides. Avaliaram-se os efeitos das substâncias na capacidade de parasitismo, percentual de emergência e longevidade das fêmeas.

Cada tratamento foi composto por sete repetições, cada parcela formada de quatro cartelas contendo ovos do hospedeiro. A porcentagem média de redução da capacidade benéfica do parasitoide (parasitismo e emergência) foi obtida por meio da equação: % redução =  $100 - [(m\u00e9dia \text{ geral do tratamento} / m\u00e9dia \text{ geral da testemunha}) \times 100]$ .

## 2.6. Análises estatísticas

Os experimentos foram repetidos duas vezes no tempo e os dados coletados foram submetidos à análise conjunta, usando o teste de Bartlett (R Development Core Team, 2019).

Os dados referentes à sobrevivência dos insetos ao longo do tempo foram submetidos à análise de sobrevivência, aplicando-se o modelo de Weibull, por meio do pacote Survival do software R® (R Development Core Team, 2019). Após a seleção do modelo matemático mais adequado por meio da análise de resíduos, foi realizada a análise de contraste para verificar a semelhança entre os tratamentos empregados com vista à formação de grupos congêneres. Também foram calculados os tempos letais medianos (TL<sub>50</sub>) para cada grupo formado. O ajustamento dos dados à distribuição de Weibull foi verificado por meio do teste de Kolmogorov – Smirnov.

Para a construção das curvas de dose-resposta, foi empregada análise de Logit usando o pacote drc (Ritz 2013) no software R® (R Development Core Team, 2019). As análises de emergência e parasitismo, foram avaliadas por meio do teste Kruskal-Wallis, utilizando o pacote pgirmess no software R® (R Development Core Team, 2019).

## 3. RESULTADOS

### 3.1. *Screening* com os óleos essenciais em ensaio de aplicação tópica

Os dados se ajustaram à distribuição de Weibull ( $D = 0,0456$ ;  $p\text{-valor} = 0,6703$ ) e houve diferença significativa entre os tratamentos ( $\chi^2 = 622,76$ ,  $df = 6$ ,  $p < 0,0001$ ). Foi possível a formação de quatro grupos congêneres, o grupo 1 agrupou as espécies *O. basilicum*, *H. marrubioides*, *O. majorana* e *P. amboinicus*, os quais apresentaram TL<sub>50</sub> de 23 h e sobrevivência acumulada de 0%. O segundo grupo constituiu-se do óleo essencial de *O. vulgare* apresentando TL<sub>50</sub> de 37 h e sobrevivência acumulada de 0,17%. A espécie *N. cataria* formou o grupo 3 apresentando TL<sub>50</sub> de 53 h e sobrevivência acumulada de 2,3%. O quarto grupo englobou o controle negativo com acetona com TL<sub>50</sub> maior que 168 horas e sobrevivência acumulada de 98,6% (Figura 1). Com base nos resultados de teor e rendimento dos OEs (Tabela 1) as espécies *O. basilicum* e *H. marrubioides* foram escolhidas para dar continuidade aos testes biológicos.

Tabela 1 - Teor e rendimento do óleo essencial das folhas, caules e inflorescências de *Ocimum basilicum*, *Hyptis marrubioides*, *Nepeta cataria*, *Plectranthus amboinicus*, *Origanum majorana* e *Origanum vulgare*.

Espécie	Teor (%)	Rendimento (µl/ g planta)
<i>Ocimum basilicum</i>	1,03	0,61
<i>Hyptis marrubioides</i>	0,46	0,27
<i>Nepeta cataria</i>	0,40	0,24
<i>Plectranthus amboinicus</i>	0,15	0,09
<i>Origanum majorana</i>	0,45	0,26
<i>Origanum vulgare</i>	0,54	0,32

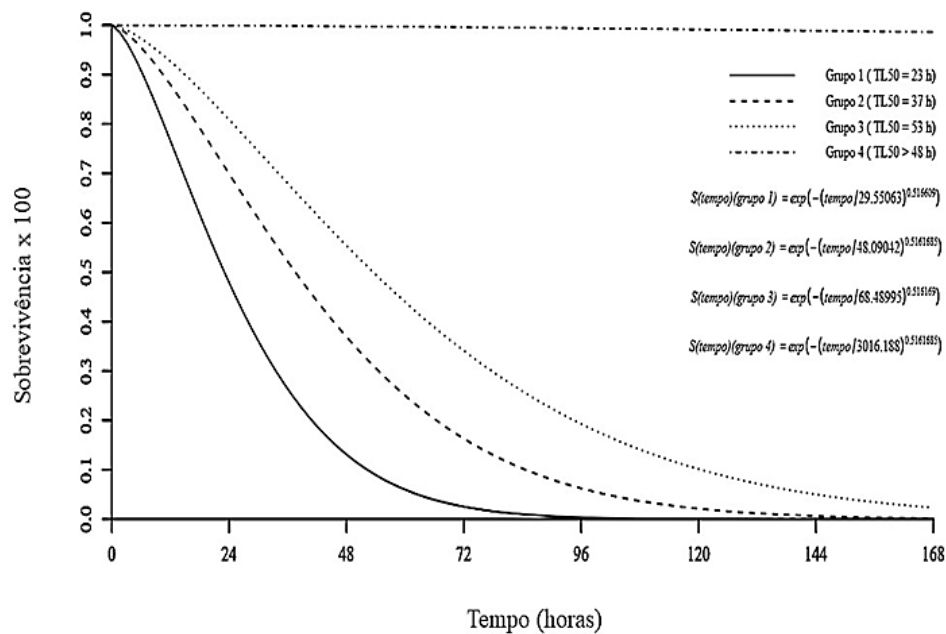


Figura 1 - Sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica com óleos essenciais de plantas da família *Lamiaceae*. Onde:  $S(t) = \exp(-(\text{time}/\delta)\alpha)$ ;  $\delta$  = parâmetro de forma;  $\alpha$  = parâmetro de escala. Grupos 1 = óleos essenciais de *Ocimum basilicum*, *Hyptis marrubioides*, *Origanum majorana* e *Plectranthus amboinicus*. Grupo 2 = óleo essencial de *Origanum vulgare*. Grupo 3 = óleo essencial de *Nepeta cataria*. Grupo 4 = acetona.



### 3.2. Efeitos dos óleos essenciais sobre lagartas de *S. frugiperda* via ingestão

No ensaio de ingestão, houve ajuste dos dados à distribuição de Weibull ( $D = 0,0766$ ;  $p\text{-valor} = 0,3412$ ), e foi constatada diferença significativa entre os tratamentos ( $\chi^2 = 155,51$ ;  $df = 4$ ,  $p < 0,0001$ ). Foi possível a formação de dois grupos congêneres; grupo 1 foi formado pelo tratamento com bioinseticida Azamax® (controle positivo), apresentando  $TL_{50}$  igual a 120 horas e sobrevivência acumulada de 25,37%. O segundo grupo englobou a testemunha acetona e os OE de *H. marrubioides* e *O. basilicum*, com  $TL_{50}$  maior que 168, e sobrevivência acumulada de 98,34% (Figura 2).

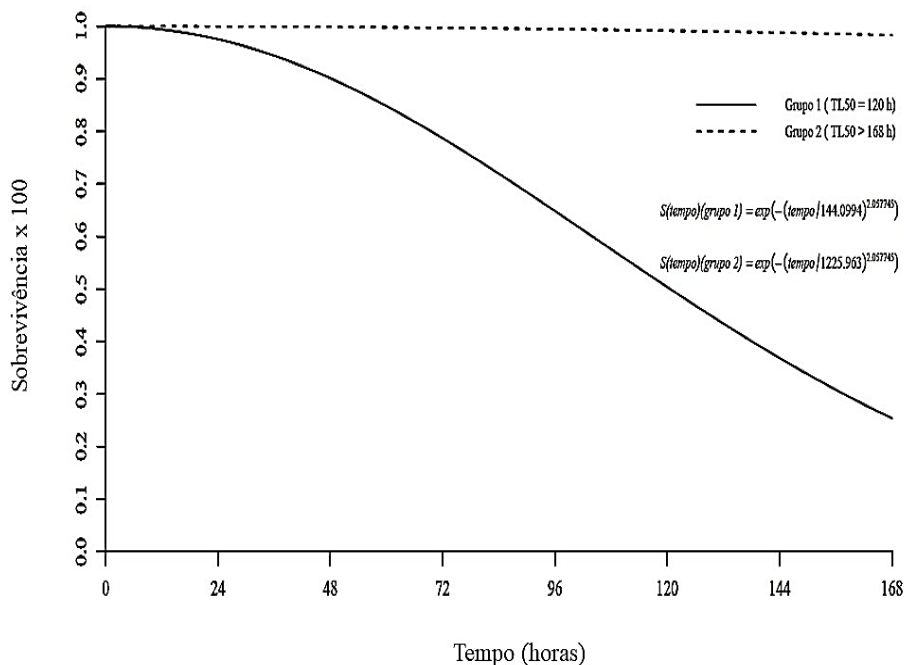


Figura 2 – Sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* alimentadas com dieta artificial contendo óleo essencial de *Ocimum basilicum* e *Hyptis marrubioides* ( $2 \text{ mg mL}^{-1}$  de dieta) e bioinseticida Azamax® na dose recomendada ( $8 \text{ mg mL}^{-1}$  de dieta). Grupo 1 = Dieta artificial acrescida de Azamax® (controle negativo). Grupo 2 = controle negativo 1 (dieta artificial), controle negativo 2 (dieta artificial acrescida de solução aquosa Tween® 80  $0,01 \text{ g mL}^{-1}$ ), dieta artificial com óleo essencial de *O. basilicum* e dieta artificial com óleo essencial de *H. marrubioides*.

No que se refere ao peso de pupas de *S. frugiperda*, não foi constatada diferença entre os tratamentos. Os pesos variaram de 0,02g e 0,10g. Assim como no teste via ingestão para a obtenção da curva de sobrevivência (Figura 2); observa-se que os OEs de *H. marrubioides* e *O. basilicum* não tiveram atividade inseticida via oral. As substâncias podem ter sido metabolizadas, ou trabalhos futuros poderão ser feitos para a verificação de efeitos subletais ao inseto via ingestão dos óleos.

### 3.3. Análise e identificação dos constituintes de cada espécie vegetal

O óleo essencial de *O. basilicum*, apresentou dez constituintes principais (Tabela 2),  $\beta$ -linalol (39,49%) e 1,8-cineol (15,04%) foram os que apresentaram maiores teores. Já o óleo de *H. marrubioides*, o resultado cromatográfico apresentou oito constituintes principais (Tabela 2), e os que apresentaram maiores teores foram  $\beta$ -tujona (41,49%) e  $\alpha$ -tujona (15,81%).

Tabela 2 - Composição química do óleo essencial das folhas, caules e inflorescências de *Hyptis marrubioides* e *Ocimum basilicum*.

	Identificação	TR	Área %
<i>Ocimum basilicum</i>			
1	1,8 Cineol	7,21	15,04%
2	Fenchona	9,16	1,684
3	$\beta$ linalol	9,73	39,493
4	Octanoato de Metila	10,63	2,637
5	Cânfora	11,28	11,74
6	$\alpha$ Terpineol	13,16	2,3
7	Isoeugenol	20,1	5,859
8	Z Cariofileno	22,49	1,868
9	Germacreno B	24,98	3,87
10	$\delta$ Cadinol	30,42	3,892
<i>Hyptis marrubioides</i>			
1	Sabineno	5,51	5,422
2	$\alpha$ tujona	9,83	15,82
3	$\beta$ tujona	10,28	41,499
4	Octanoato de Metila	10,63	3,295
5	Pinocanfeno	12,44	3,969
6	$\alpha$ Copaeno	20,77	3,515
7	$\alpha$ Cariofileno	22,49	4,311
8	Germacreno D	24,98	5,478

\*TR = tempo de retenção calculado de acordo com a série de n-alcenos (C8-C20) HP-5 MS por ordem de eluição; Ni = constituinte não identificado.

### 3.4. Obtenção de curvas de dose resposta

As diferentes concentrações do OE de *H. marrubioides* apresentaram atividade inseticida para lagartas de *S. frugiperda* ( $\chi^2 = 866,12$ ;  $df = 4$ ,  $p < 0,0001$ ), com os dados se ajustando à distribuição de Weibull ( $D = 0,0375$ ;  $p\text{-valor} = 0,692$ ). Houve a formação de 5 grupos distintos, as concentrações de 70 e 90  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  foram integrantes do grupo 1, com  $TL_{50}$  equivalente a 20,5 h e sobrevivência acumulada de 0 %. O grupo 2 foi composto pela dosagem de 50  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  apresentando  $TL_{50}$  de 31,5 h e sobrevivência acumulada de 0,15%. A dosagem de 30  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  compôs o grupo 3, com  $TL_{50}$  equivalente a 76 h e sobrevivência acumulada de 77,53%. Em seguida, a dosagem de 10  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  compôs o grupo 4, com  $TL_{50}$  maior que 168 horas e sobrevivência acumulada de 92,24%. O quinto grupo foi formado pelo controle acetona, com  $TL_{50}$  maior 168 h e sobrevivência acumulada de 92,24% (Figura 3).

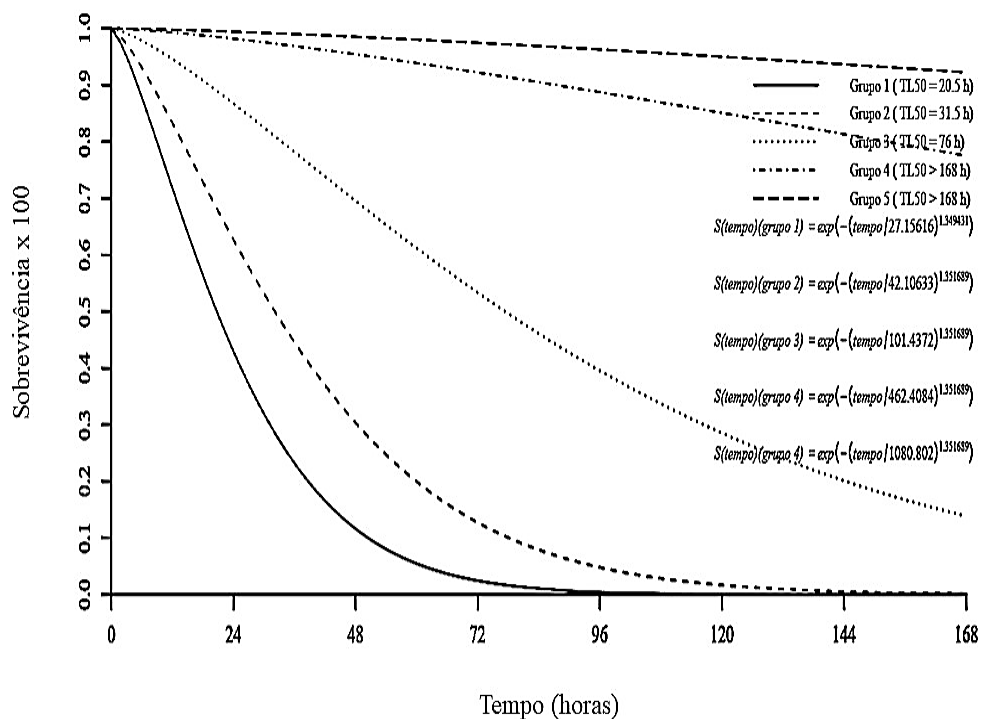


Figura 3 - Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica de diferentes concentrações (10, 30, 50, 70 e 90  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) do óleo essencial de *Hyptis marrubioides*. Onde:  $S(t) = \exp(-(\text{time}/\delta)\alpha)$ ;  $\delta$  = parâmetro de forma;  $\alpha$  = parâmetro de escala. Grupo 1= concentrações de 70 e 90  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 2= concentração de 50  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 3= concentração de 30  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 4= concentração 10  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 5 = acetona (controle negativo).

A análise de sobrevivência com diferentes concentrações do óleo de *O. basilicum* também apresentou diferença estatística significativa ( $\chi^2 = 582,56$ ;  $df = 5$ ,  $p \leq 0,01$ ); os dados se

ajustaram à distribuição de Weibull ( $D = 0,0456$ ;  $p\text{-valor} = 0,469$ ). Foram formados cinco grupos distintos : as maiores concentrações (70 e 90  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) formaram o grupo 1 com  $TL_{50}$  de 24 horas e sobrevivência acumulada de 0,54%; o grupo 2 foi composto pela dosagem de 50  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ , apresentando  $TL_{50}$  de 68 h e sobrevivência acumulada de 17,06%; a dosagem de 30  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  compôs o grupo três com  $TL_{50}$  de 125 h e sobrevivência acumulada de 39,26%; a dosagem de 10  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  compôs o grupo 4, e o controle com acetona compôs o grupo 5, ambos com  $TL_{50}$  maior que 168 horas e sobrevivência acumulada de 82,80% (Figura 4).

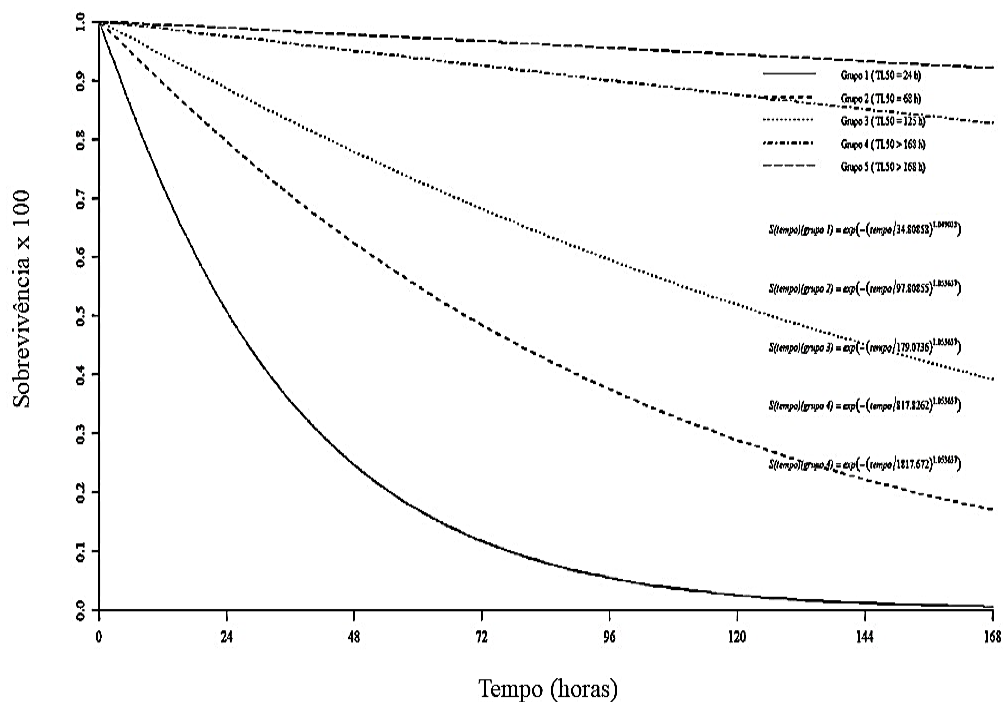


Figura 4 - Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica de diferentes concentrações (10, 30, 50, 70 e 90  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) do óleo essencial de *Ocimum basilicum*. Onde:  $S(t) = \exp(-(\text{time}/\delta)\alpha)$ ;  $\delta$  = parâmetro de forma ;  $\alpha$  = parâmetro de escala. Grupo 1= concentrações de 90 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . 70 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 2 = concentração de 50  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 3= concentração de 30  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 4= concentração 10  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . Grupo 5 = acetona (controle negativo).

No que se refere às curvas de dose-resposta, o OE de *H. marruboides* apresentou os resultados mais promissores, com  $DL_{50}$  de 18,49  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  e  $DL_{90}$  de 44,57  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ . O óleo essencial de *O. basilicum* apresentou os valores de 38,21  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  e 75,169  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  para  $DL_{50}$  e  $DL_{90}$ , respectivamente. Em adição, para o produto técnico clorpirifós, este apresentou  $DL_{50}$  de 0,019  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  e  $DL_{90}$  de 0,234  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  (Tabela 3).

Tabela 3 - Curvas de dose-resposta para os óleos essenciais de *Hyptis marrubioides*, *Ocimum basilicum*, e o produto técnico clorpirifós aplicados via tópica sobre lagartas de *Spodoptera frugiperda*.

Tratamento	DL <sub>50</sub> (LI - LS) (µg/µL)	DL <sub>90</sub> (LI - LS) (µg/µL)	$\chi^2$	P	n	e	B
<i>Hyptis marrubioides</i>	18,49 (16,32 - 20,66)	44,57 (38,48– 50,66)	518,85	0,9913	720	18,493	-2,498
<i>Ocimum basilicum</i>	38,21 (35,30 - 41,12)	75,16 (66,91– 83,42)	601,05	0,4573	720	38,213	-3,248
Clorpirifós	0,0190 (0,0065-0,0316)	0,234 (0,0154-0,4848)	119,27	0,4499	720	0,0191	-0,875

“b” e “e” = coeficientes da equação  $f(x)=1/1+\exp(b(\log(x)-\log(e)))$ .

### 3.6. Ensaios com os compostos majoritários

Os dados não apresentaram diferença significativa entre os tratamentos ( $\chi^2= 552,85$ ;  $df=5$ ,  $p\leq 0,01$ ), se ajustaram à distribuição de Weibull ( $D = 0,04965$ ;  $p\text{-valor} = 0,2361$ ). Houve a formação de cinco grupos congêneres: o grupo 1 foi formado pelo tratamento OE de *O. basilicum*, e o TL<sub>50</sub> foi de 20 h e a sobrevivência acumulada de 0,23%. O grupo 2 englobou o tratamento com o OE de *H. marrubioides*, com TL<sub>50</sub> de 31 h e sobrevivência acumulada de 2,01%. O grupo 3 foi formado pelas substâncias linalol e  $\alpha$ -tujona, o TL<sub>50</sub> para este grupo foi de 59 h e sobrevivência acumulada de 13,67%. A substância 1,8-cineol se enquadrou no grupo 4, com TL<sub>50</sub> de 98 h e sobrevivência acumulada de 30,79%; e por fim o grupo 5 composto pelo controle (acetona), apresentando TL<sub>50</sub> maior que 168 horas e sobrevivência acumulada de 92,40% (Figura 5).

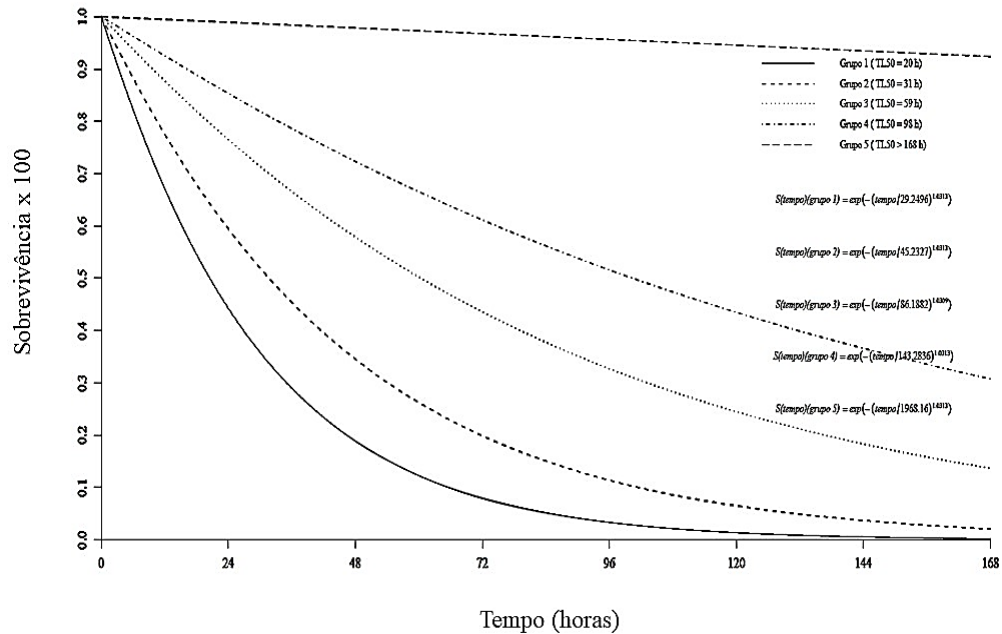


Figura 5 - Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a aplicação tópica de *Hyptis marrubioides*, *Ocimum basilicum* e suas respectivas substâncias majoritárias sendo estas linalol, 1,8-cineol,  $\alpha$ -tujona e acetona como controle. Onde:  $S(t) = \exp(-(\text{time}/\delta)\alpha)$ ;  $\delta$  = parâmetro de forma ;  $\alpha$  = parâmetro de escala. Grupo 1= *Ocimum basilicum*. Grupo 2= *Hyptis marrubioides*. Grupo 3= Linalol mais  $\alpha$ -tujona. Grupo 4= 1,8-cineol. Grupo 5= Acetona.

### 3.7. Seletividade para *T. pretiosum*

Os resultados da avaliação da longevidade das fêmeas de *T. pretiosum* utilizadas no teste de parasitismo (Figura 6) se ajustaram à distribuição de Weibull ( $D = 0,04965$ ;  $p\text{-valor} = 0,239$ ), foi constatada diferença significativa entre os tratamentos ( $\chi^2 = 74,62$ ;  $df = 3$ ,  $p \leq 0,01$ ). O grupo 1 constituiu-se das fêmeas que tiveram contato com os ovos tratados com o inseticida clorpirifós (controle positivo), apresentando TL<sub>50</sub> de 22,1 h e sobrevivência acumulada de 4,69%. Os ovos tratados com os OE de *H. marrubioides* e *O. basilicum* formaram o grupo 2, apresentando TL<sub>50</sub> de 78 h e sobrevivência acumulada de 63,75%. O grupo 3, com um TL<sub>50</sub> de 84 h foi composto por fêmeas que estiveram em contato com ovos tratados com acetona (controle negativo), e apresentaram sobrevivência acumulada de 82,30% (Figura 6).

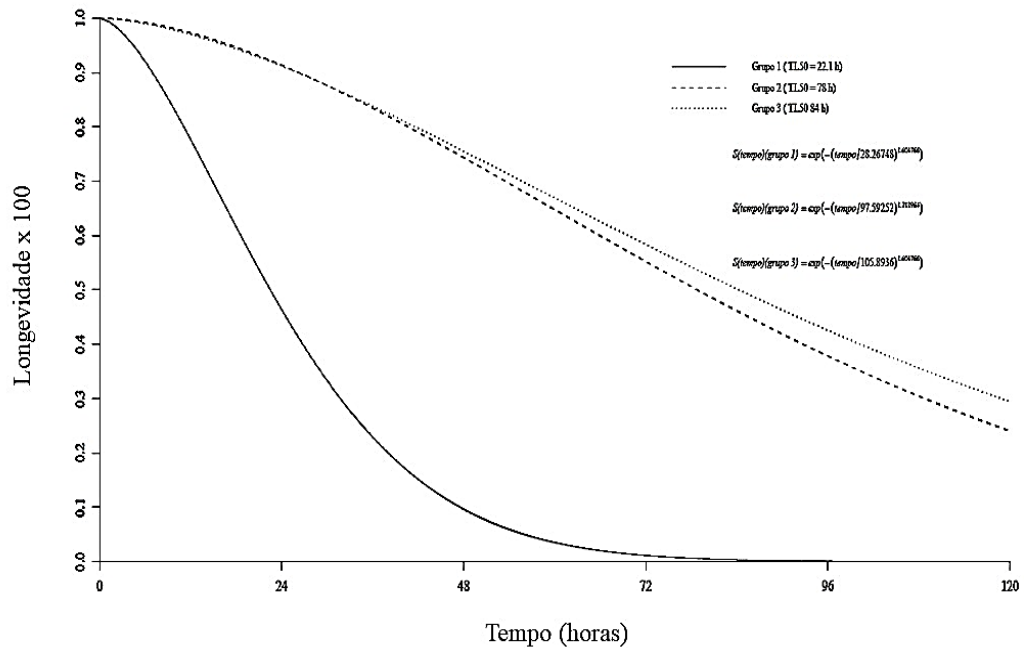


Figura 6 - Longevidade de fêmeas de *Trichogramma pretiosum* submetidas ao contato de ovos de *Anagasta kuehniella*, tratados com solução de óleo essencial de *Hyptis marrubioides*, *Ocimum basilicum*, Clorpirifós. Grupo 1 = Clorpirifós (0,24 µg/µl). Grupo 2= óleo essencial de *Hyptis marrubioides* e *Ocimum basilicum*. Grupo 3= acetona (controle negativo).

No que se refere à percentagem de parasitismo de *T. pretiosum*, os ovos tratados com acetona, OE de *H. marrubioides* e *O. basilicum* apresentaram os valores percentuais de parasitismo equivalentes 81,63; 75,95 e 74,25 % respectivamente, e estes não se apresentaram diferentes entre si. De forma análoga, não foi constatada redução no percentual de emergência, com as médias de 41,94; 31,19 e 47,64%, respectivamente. Para o controle positivo (inseticida clorpirifós), foi constatada diferença significativa, com médias de 49,29 e 2,34% para o percentual de parasitismo e emergência, respectivamente (Tabela 4).

Tabela 4 - Porcentagem de emergência e de parasitismo de *Trichogramma pretiosum* submetidos ao contato com de ovos de *Anagasta kuehniella*, tratados com solução de óleo essencial de *Hyptis marrubioides*, *Ocimum basilicum*, clorpirifós e acetona.

Tratamentos	% de parasitismo $\pm$ EP*	% de emergência $\pm$ EP*
Acetona (controle negativo)	81,63 $\pm$ 1,7903 a	41.94 $\pm$ 1.9805 a
<i>Hyptis marrubioides</i>	74.95 $\pm$ 3.8115 a	31.19 $\pm$ 0.4383 a
<i>Ocimum basilicum</i>	74.25 $\pm$ 2.4308 a	47.64 $\pm$ 2.6697 a
Clorpirifós (controle positivo)	45.29 $\pm$ 8.6036 b	2.34 $\pm$ 2.6827 b

\*Médias seguidas de mesma letra, nas colunas, não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Kruskal-Wallis a 5% de significância.

#### 4. DISCUSSÃO

Os óleos essenciais das espécies *O. basilicum*, *H. marrubioides*, *P. amboinicus*, *O. majorana*, *O. vulgare* e *N. cataria*, escolhidas para o teste preliminar, apresentaram atividade inseticida para lagartas da espécie *S. frugiperda*; principalmente as primeiras quatro espécies; o que corrobora os demais dados presentes na literatura referente à atividade inseticida dessa família (Giatropoulos et al., 2018; Silva et al., 2017; Hashemi et al., 2013; Tripathi et al., 2009).

O OE de *H. marrubioides* apresentou atividade inseticida via contato para *S. frugiperda* ( $DL_{50}$  = 18,49  $\mu$ g/ $\mu$ L) comprovando, assim, ação inseticida do gênero *Hyptis* já verificada por outros autores. Entre as outras espécies deste mesmo gênero estão *Hyptis pectinata*, *Hyptis suaveolens*, *Hyptis spicigera*; estas são testadas para efeito larvicida contra *Aedes albopictus* e ação fumigante contra *Sitophilus granarius* (Feitosa-Alcântara et al., 2018; Conti et al., 2012; Singh et al. 2012, Conti et al., 2011; Tripathi et al., 2009).

Trabalhos com a espécie *Hyptis suaveolens* verificaram a atividade larvicida dessa espécie para *Spodoptera litura* (Pavunraj et al., 2014). Tripathi et al. (2009) também verificaram resultados parecidos; encontraram um  $DL_{50}$  de 57.0  $\mu$ g/mg (peso OE/ peso inseto) óleo essencial de para *Callosobruchus maculatus*

O OE de *O. basilicum* também apresentou atividade inseticida contra *S. frugiperda*, comprovada pelos bioensaios via aplicação tópica ( $DL_{50}$  = 38,21  $\mu$ g/ $\mu$ L) (Tabela 3) o que corrobora os recentes estudos que mostraram também a versatilidade do gênero *Ocimum* como agente inseticida. Como exemplo, a espécie *Ocimum tenuiflorum* no controle do



*Sitophilus oryzae* (Bhavya et al., 2018), ou *Ocimum sanctum* como larvicida do vetor *Chrysomya putoria* (Chil-Núñez et al., 2018), além de outras espécies como *Ocimum gratissimum* e *Ocimum canum* (Cruz et al., 2017; Essolakina et al. 2014).

A ação inseticida encontrada nos OEs neste trabalho, corroboram o efeito similar encontrado em trabalhos realizados com o óleo de *Artemisia absinthium* no controle de *Spodoptera littoralis* sobre lagartas de terceiro instar. Os autores encontraram valores de 10,59 e 17,12  $\mu\text{L/L}$  de solvente para  $\text{DL}_{50}$  e  $\text{DL}_{90}$  respectivamente (Dhen et al., 2014). Efeito larvicida do OE de *O. basilicum* também foi observado por Dris et al., (2017) no controle de *Culex pipiens*.

Quanto à composição química dos OEs, para a espécie *H. marrubioides* foi possível verificar que os resultados do presente estudo diferem um pouco dos encontrados por Botrel et al (2010) que identificaram 3,36 % e 9,98% para  $\beta$ -tujona e  $\alpha$ -tujona, respectivamente, em plantas cultivadas em casa de vegetação. Estudos realizados com essa mesma espécie sobre diferentes níveis de radiação também apresentaram valores distintos; os autores encontraram  $\beta$ -tujona com um percentual de 32% sob alta radiação (Sales et al., 2009).

De igual modo ocorreu com o OE de *O. basilicum*, o qual o teor de linalol (39,49%) foi relativamente baixo se comparados com trabalhos de outros autores como Silva et al., (2017). Estes autores verificaram um teor de 77,34% da substância linalol. Por outro lado, o teor de 1,8-cineol encontrado por estes mesmos autores foi relativamente mais baixo (6,05%) se comparado com o encontrado neste estudo (15,04%). Outros trabalhos realizados com *O. basilicum* apresentaram teores de linalol de aproximadamente 62% (Cruz et al., 2017), o que comprova que essas espécies podem sofrer alterações no teor dos seus constituintes do metabolismo secundário devido a vários fatores como sazonalidade e variedade da espécie.

A atividade inseticida para *S.frugiperda* mostrou alta nos tratamentos com os óleos essenciais (sobrevivência acumulada de 0,23% e 2,01%; respectivamente) do que nos testes com as substâncias isoladas linalol,  $\alpha$ -tujona (sobrevivência acumulada de 13,67%) e 1,8-cineol (sobrevivência acumulada de 30,79%). Os óleos essenciais por apresentarem grande complexidade de substâncias que podem, muitas vezes, apresentar efeito biológico por atuação sinérgica de substâncias (Benelli et al., 2017; Andrés et al., 2017). Os resultados deste trabalho corroboram os estudos realizados por Cruz et al. (2017) nos quais, embora limoneno e trans-anetol tenham sido identificados como compostos majoritários, os testes de toxicidade com as substâncias isoladas para larvas de *S. frugiperda* apresentaram diferentes resultados se comparados com os encontrados nos ensaios com os óleos essenciais.

Resultados similares ao deste trabalho foram encontrados em estudos realizados com misturas binárias em teste com *Spodoptera litura*. Os autores verificaram que a ação da mistura de linalol e 1,8-cineol proporcionaram um incremento de toxicidade de quase 45% se comparado com testes com as substâncias isoladas (Koul et al., 2013).

Adicionalmente, foram identificados por Herrera et al. (2015), os quais realizaram testes de toxicidade fumigante de doze tipos de ketonas no controle de *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). Dentre as substâncias estudadas, estas incluíram  $\alpha$ -tujona; a qual apresentou (24 horas após a aplicação) 65,5  $\mu\text{L/L}$  de ar e 111,6  $\mu\text{L/L}$  de solvente como  $\text{DL}_{50}$  e  $\text{DL}_{95}$  respectivamente

Substâncias isoladas com características similares às testadas neste trabalho foram utilizadas em bioensaios no controle de de lagartas de terceiro instar de *Spodoptera litura* (Benelli et al., 2017). Os autores encontraram valores de  $\text{DL}_{90}$  de 12,16  $\mu\text{g/ml}$  e 20,56  $\mu\text{g/ml}$  de solvente, para as substâncias majoritárias do OE de *Wedelia prostrata*, canfeno e  $\gamma$ -elemeno, respectivamente.

No que se refere aos testes realizados com o inimigo natural *T.pretiosum*, os resultados comprovaram que os OEs das duas espécies vegetais testadas não foram tóxicos ao parasitoide, não afetando a longevidade das fêmeas nem o percentual de emergência da geração F1. Estes resultados corroboram os de Poorjavad et al. (2014) que também realizaram trabalhos com espécies do gênero *Trichogramma*. Estes autores verificaram a seletividade de óleos essenciais para este gênero de parasitoides; embora os OEs tenham reduzido a longevidade das fêmeas, estes apresentaram-se seletivos para o inimigo natural em outros parâmetros.

De forma análoga ao mencionado anteriormente por Parreira et al. (2018) que testaram 10 diferentes óleos essenciais e verificaram seus efeitos em diferentes estágios de *T. pretiosum*, os autores utilizaram a  $\text{DL}_{50}$  dos óleos essenciais testados para o controle de *Anticarsia gemmatalis* (Hübner) (Lepidoptera: Noctuidae). Uma das espécies testadas foi *Origanum vulgare* e o OE desta espécie se apresentou seletivo para o parasitoide e enquadrou-se na classe tóxica inócua tanto para primeira quando para segunda geração; corroborando os dados encontrados neste trabalho para *H. marrubioides* e *O. basilicum*.

Outros trabalhos realizados com OEs mostraram a versatilidade dessas substâncias do metabolismo secundário das plantas e seu potencial seletivo para organismos não alvo (Purwatiningsih & Hassan, 2012). Estes autores verificaram que o óleo essencial de *Leptospermum petersonii* apresentou atividade inseticida para *Plutella xylostella* (L.), porém o OE em todas as concentrações testadas (0,5 a 6%) não causaram mortalidade de *T.*

*pretiosum*, bem como não afetou o percentual de parasitismo e emergência do parasitoide. Em estudo com OE de *Alpinia conchigera* e *Curcuma zedoaria*, os autores verificaram que o constituinte 1,8-cineol em baixas doses apresentou-se seletivo para a espécie *T. deion* (Suthisut et al., 2011).

## 5. CONCLUSÃO

Os óleos essenciais de *H. marrubioides* e *O. basilicum* apresentam potencial para controle de *S. frugiperda*. Os constituintes majoritários dos óleos essenciais,  $\alpha$ -tujona, linalol e 1-8 cineol testados isoladamente, também apresentaram atividade inseticida para *S. frugiperda*; no entanto, sugere-se que essa atividade está diretamente relacionada ao sinergismo entre as substâncias testadas e demais majoritárias presente nos óleos. Os óleos essenciais de *H. marrubioides* e *O. basilicum* apresentam baixa toxicidade para *T. pretiosum*.

## 6. AGRADECIMENTOS

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo fornecimento de bolsa de estudos ao primeiro autor e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro. À Universidade Federal de Lavras (UFLA) pelo apoio em infraestrutura e recursos.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA

Adams, R. P., 2007. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. 4th ed. Illinois: Allured, 804p.

Akhtar, Y., Pages, E., Stevens, A., Bradbury, R., Camara, C.A.G., Isman, M.B., 2012. Effect of chemical complexity of essential oils on feeding deterrence in larvae of the cabbage looper. *Physiological Entomology*, 37, 81–91.

Alves, T.J.S., Cruz, G.S., Wanderley-Teixeira, V., Teixeira, A.A.C., Oliveira, J.V., Correia, A.A., Câmara, C.A.G., Cunha, F.M., 2014. Effects of *Piper hispidinervum* on

spermatogenesis and histochemistry of ovarioles of *Spodoptera frugiperda*. *Biotechnic & Histochemistry*, vol. 89(4): 245–255.

Andrés, M.F., Rossa, G.E., Cassel, E., Vargas, R.M.F., Santana, O., Díaz, C.E., González-Coloma, A., 2017. Biocidal effects of *Piper hispidinervum* (Piperaceae) essential oil and synergism among its main components. *Food and Chemical Toxicology*.

Ayil-Gutiérrez, B.A., Sánchez-Teyer, L.F., Vazquez-Flota, F., Monforte-González, M., Tamayo-Ordóñez, Y., Tamayo-Ordóñez, M.C., Riverad, G., 2018. Biological effects of natural products against *Spodoptera* spp. *Crop Protection* 114, 195–207.

Benelli, G., Govindarajan, M., AlSalhi, M.S., Devanesan, S., Maggi, F., 2017. High toxicity of camphene and  $\gamma$ -elemene from *Wedelia prostrata* essential oil against larvae of *Spodoptera litura* (Lepidoptera: Noctuidae). *Environ Sci Pollut Res.*, vol. 25(11):10383-10391.

Benelli, G., Pavela, R., Giordani, C., Casettari, L., Curzi, G., Cappellacci, L., Petrelli, R., Maggi, F., 2018. Acute and sub-lethal toxicity of eight essential oils of commercial interest against the filariasis mosquito *Culex quinquefasciatus* and the housefly *Musca domestica*. *Industrial Crops & Products* 112, 668–680.

Bhavya, M.L., Chandu, A.G.S., Devi, S.S., 2018. *Ocimum tenuiflorum* oil, a potential insecticide against rice weevil with antiacetylcholinesterase activity. *Industrial Crops & Products* 126, 434–439.

Birch, A.N.E., Begg, G.S., Squire, G.R., 2011. How agro-ecological research helps to address food security issues under new IPM and pesticide reduction policies for global crop production systems. *Journal of Experimental Botany*, Vol. 62, No. 10, pp. 3251–3261.

Bonner, M.R., Alavanja, M.C.R., 2017. Pesticides, human health, and food security. *Food and Energy Security*, 6(3): 89–93.

**Botrel, P.P., Pinto, J.E.B.P., Araújo, A.C.C., Bertolucci, S.K.V., Figueiredo, F.C., Ferri, P.H. e Costa, D.P., 2010. Essential oil content and chemical composition in *Hyptis marruboides* Epl. of different genotypes ; *Quim. Nova*, Vol. 33, No. 1, 33-37.**

Boyer, S., Zhang, H., Lempérière, G., 2012. A review of control methods and resistance mechanisms in stored-product insects. *Bulletin of Entomological Research*, vol.102, 213–229.

Caldas G.F.R., Oliveira A.R.D.S., Araújo A.V., Quixabeira D.C.A., Silva-Neto J.D.C., 2014. Gastroprotective and ulcer healing effects of essential oil of *Hyptis martiusii* Benth. (Lamiaceae). *PLoS ONE* 9(1): e84400.

Caldas, G.F.R., Costa I.M.A., Silva, J.B.R., Nóbrega, R.F., Rodrigues, F.F.G., Costa, J.G.M., Wanderley, A.G., 2011. Antiulcerogenic activity of the essential oil of *Hyptis martiusii* Benth. (Lamiaceae). *Journal of Ethnopharmacology* 137, 886– 892.

Calmasur, O., Aslan, I., Sahin, F., 2006. Insecticidal and acaricidal effect of three Lamiaceae plant essential oils against *Tetranychus urticae* Koch and *Bemisia tabaci* Genn. *Industrial Crops and Products* 23, 140–146.

Cárdenas-Ortega, N.C., González-Chávez, M.M, Figueroa-Brito, R., Flores-Macías, A., Romo-Asunción, D., Martínez-González, D.E., Pérez-Moreno, V., Ramos-López, M.A.,

2015. Composition of the Essential Oil of *Salvia ballotiflora* (Lamiaceae) and Its Insecticidal Activity. *Molecules*, 20, 1420-3049.

Carvalho, F.P., 2017. Pesticides, environment, and food safety. *Food and Energy Security*; 6(2): 48–60.

Carvalho, G.H.F., Santos, M.L., Monnerat, R., M.A., Andrade, M.G., Santos, A.B., Bastos, I.M.D., Santana, J.M., 2019. Ovicidal and deleterious effects of cashew (*Anacardium occidentale*) nut shell oil and its fractions on *Musca domestica*, *Chrysomya megacephala*, *Anticarsia gemmatalis* and *Spodoptera frugiperda*. *Chem. Biodiversity* 10.1002/cbdv.201800468.

Casmuz, A., Juárez, M.L., Socías, M.G., Murúa, M.G., Prieto, S., Medina, S., Willink, E., Gastaminza, G., 2010. Review of the host plants of fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Revista de la Sociedad Entomológica Argentina*, 69(3/4):209-231.

Chil-Núñez, I., Mendonça, P.M., Escalona-Arranz, J.C., Cortinhas, L.B., Dutok-Sánchez, C.M., Queiroz, M.M.C., 2018. Insecticidal effects of *Ocimum sanctum* var. *cubensis* essential oil on the diseases vector *Chrysomya putoria*. *Journal of Pharmacy & Pharmacognosy Research*, 6 (3), 148-157.

Constanski, K.C., Zorzetti, J.; Santoro, P.H., Hoshino, A.T., Neves, P.M.O.J., 2016. Inert powders alone or in combination with neem oil for controlling *Spodoptera eridania* and *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) larvae. *Semina: Ciências Agrárias, Londrina*, v. 37, n. 4, p. 1801-1810.

Conti, B., Benelli, G., Flamini, G., Cioni, P.L., Profeti, R., Ceccarini, L., Macchia, M., Canale, A., 2012. Larvicidal and repellent activity of *Hyptis suaveolens* (Lamiaceae) essential oil against the mosquito *Aedes albopictus* Skuse (Diptera: Culicidae). *Parasitol Res*, 110:2013–2021.

Conti, B., Canale, A., Cioni, P.L., Flamini, G., Rifichi, A., 2011. *Hyptis suaveolens* and *Hyptis spicigera* (Lamiaceae) essential oils: qualitative analysis, contact toxicity and repellent activity against *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera: Dryophthoridae). *J Pest Sci.*, 84:219–228.

Cruz, G. S., Wanderley-Teixeira, V., Marques da Silva, L., Dutra, K.A., Guedes, C.A., Oliveira, J.V., Navarro, D.M.A.F., Araújo, B. C., Teixeira, A.A.C. 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). *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 20:5, 1360-1369.

Cruz, G. S., Wanderley-Teixeira, V., Oliveira, J. V., Correia, A. A., Breda, M. O., Alves, T.J.S., Cunha, F. M., Teixeira, A.A.C., Dutra, K. A., Navarro, D.M.A.F., 2014. Bioactivity of *Piper hispidinervum* (Piperales: Piperaceae) and *Pyzygium aromaticum* (Myrtales: Myrtaceae) oils, with or without formulated Bta on the biology and immunology of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Journal of Economic Entomology*, 107(1):144-153.

Cruz, G.S., Teixeira, V.W., Oliveira, J.V., Teixeira, A.A.C., Araújo, A.C., Alves, T.J.S., Cunha, F.M., Breda, M.O., 2015. Histological and Histochemical Changes by Clove Essential

Oil Upon the Gonads of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). *Int. J. Morphol.*, 33(4):1393-1400.

Dequech, S.T.B., Camera, C., Sturza, V.S., Ribeiro, L.P., Querino, R.B., Poncio, S., 2013. Population fluctuation of *Spodoptera frugiperda* eggs and natural parasitism by *Trichogramma* in maize. *Acta Scientiarum. Agronomy*, v. 35, n. 3, p. 295-300.

Dhen, N., Majdoub, O., Souguir, S., 2014. Chemical composition and fumigant toxicity of *Artemisia absinthium* essential oil against *Rhyzopertha dominica* and *Spodoptera littoralis*. *Tunisian Journal of Plant Protection*, Vol. 9, No. 1.

Dool, H. van den; Kratz, P., 1963. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography. **Journal of Chromatography A**, 11(C):463-471.

Dris, D., Tine-Djebbar, F., Bouabida, H., Soltani, N., Dris, D., Tine-Djebbar, F., Bouabida, H., Soltani, N., 2017. Chemical composition and activity of an *Ocimum basilicum* essential oil on *Culex pipiens* larvae: Toxicological, biometrical and biochemical aspects. *South African Journal of Botany* 113, 362–369.

Eliopoulos, P.A., Hassiotis, C.N., Andreadis, S.S., Porichi, A.E.E., 2015. Fumigant toxicity of essential oils from basil and spearmint against two major pyralid pests of stored products. *J. Econ. Entomol.* 108(2): 805–810.

Essolakina, B.M., Koffi, K., Nenonene, A.Y., Wiyao, P., Komlan, A.P., Bakouma, L., Abouwaliou, N.N., Christine, R., Komla, S., 2014. Insecticidal activities of *Ocimum canum* sims essential oil on termites *Macrotermes subhyalinus* Rambur (Osoptera: Termitidae). *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 17:5, 726-733.

Fazolin, M., Estrela, J.L.V., Medeiros, A.F.M., Silva, I.M., Gomes, L.P., Silva, M.S.F., 2016. Synergistic potential of dillapiole-rich essential oil with synthetic pyrethroid insecticides against fall armyworm. *Ciência Rural*, v.46, n.3, 382-388.

Feitosa-Alcantara, R.B., Bacci, L., Blank, A.F., Alves, P.B., Silva, I. M.A, Soares, C.S., Sampaio, T.S., Nogueira, P.C.L, Arrigoni-Blank, M.F., 2018. Essential Oils of *Hyptis pectinata* chemotypes: isolation, binary mixtures and acute toxicity on leaf-cutting ants. *Molecules*, 22, 621.

Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). Maize production 2018/2019. Disponível em:

<http://www.fao.org/search/en/?cx=018170620143701104933%3Aqq82jsfba7w&q=corn+production&cof=FORID%3A9&siteurl=www.fao.org%2Fhome%2Fen%2F&ref=www.google.com%2F&ss=3164j784068j15>. Acessado em: 29 de junho de 2019.

Formisano, C., Rigano, D., Senatore, F., Arnold, N. A., Simmonds, M.S.J., Rosselli, S., Bruno, M., Loziene, K., 2013. Essential oils of three species of *Scutellaria* and their influence on *Spodoptera littoralis*. *Biochemical Systematics and Ecology* 48, 206–210.

Freitas Bueno, A.; Carvalho, G.A., Santos, A.C., Sosa-Gomez, D.R., Silva, D.M., 2017. Pesticide selectivity to natural enemies: challenges and constraints for research and field recommendation. *Ciencia Rural*, vol.47.

- Ghabbari, M., Guarino, S., Caleca, V., Saiano, F., Sinacori, M., Baser, N., Jemaa, J.M.B., Verde, G. L., 2018. Behavior-modifying and insecticidal effects of plant extracts on adults of *Ceratitis capitata* (Wiedemann) (Diptera Tephritidae). *Journal of Pest Science*, Vol. 91, pp 907–917.
- Giatropoulos, A., Kimbaris, A., Michaelakis, A., Papachristos, D.P., Polissiou, M.G., & Emmanouel, N., 2018. Chemical composition and assessment of larvicidal and repellent capacity of 14 Lamiaceae essential oils against *Aedes albopictus*. *Parasitology Research*, 117 (6):1953-1964.
- Govindarajan, M., Rajeswary, M., Hoti, S.L., Bhattacharyya, A., Benelli, G., 2015. Eugenol,  $\alpha$ -pinene and  $\beta$ -caryophyllene from *Plectranthus barbatus* essential oil as eco-friendly larvicides against malaria, dengue and Japanese encephalitis mosquito vectors. *Parasitol Res.* 115(2):807-15.
- Hashemi, S.M., Hosseini, B., Estaji, A., 2013. Chemical composition and insecticidal properties of the essential oil of *Salvia lerifolia* Benth (Lamiaceae) at two developmental stages. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*.
- Hernandez-Lambrano, R., Pajaro-Castro, N., Caballero-Gallardo, K., Stashenko, E., Olivero-Verbel, J., 2015. Essential oils from plants of the genus *Cymbopogon* as natural insecticides to control stored product pests. *Journal of Stored Products Research* 62- 81e 83.
- Herrera, J.M., Zunino, M.P., Dambolena, J.S., Pizzolitto, R.P., Ganán, N.A., Lucini, E.I., Zygadlo, J.A., 2015. Terpene ketones as natural insecticides against *Sitophilus zeamais*. *Industrial Crops and Products* 70, 435–442.
- Hohmann, C.L., Silva, F.A.C., Novaes, T.G., 2010. Selectivity of Neem to *Trichogramma pretiosum* Riley and *Trichogrammatoidea annulata* De Santis (Hymenoptera: Trichogrammatidae). *Neotropical Entomology* 39(6):985-990.
- Hüe, T., Cauquil, L., Houndou Fokou, J.B., Jazet Dongmo, P.M., Bakarnga-Via, I., C. Menut, C., 2014. Acaricidal activity of five essential oils of *Ocimum* species on *Rhipicephalus* (*Boophilus*) *microplus* larvae. *Parasitol Res.*
- Hummelbrunner, L.A., Isman, M.B., 2001. Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpenoid essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). *J. Agric. Food Chem.*, Vol. 49, 715-720.
- Jayaramaiah, S.P., Sarate, R.H., Thulasiram, P., Kulkarni, M.J., 2014. Insecticidal potential of defense metabolites from *Ocimum kilimandscharicum* against *Helicoverpa armigera*. *PLoS ONE* 9(8): e104377.
- Kalaivani, K., Senthil-Nathan, S., Murugesan, A.G., 2012. Biological activity of selected Lamiaceae and Zingiberaceae plant essential oils against the dengue vector *Aedes aegypti* L. (Diptera: *Culicidae*). *Parasitol Res*, 110:1261–1268.
- Karamaouna, F., Kimbaris, A., Michaelakis, A., Papachristos, D., Polissiou, M., Papatsakona, P., Tsora, E., 2013. Insecticidal activity of plant essential oils against the vine mealybug, *Planococcus ficus*. *Journal of Insect Science*: Vol. 13 | Article 142.

- Kariuki, D.K., Njiru, S.N., Miaron, J.O., Kariuki, D.N., Mugweru, J., 2014. Synergistic bio-pesticide combination of pyrethrins and rotenoids for the control of the cockroach *americana periplaneta*. *International Journal of Humanities, Arts, Medicine and Sciences*, Vol. 2, 43-48.
- Kim, S.W., Lee, H.R., Jang, M.J., Chan-Sik Jung, C.S., Park, I.K. 2016. Fumigant toxicity of Lamiaceae plant essential oils and blends of their constituents against adult rice weevil *Sitophilus oryzae*. *Molecules* vol. 21, 36.
- Koul, O., Singh, R., Kaur, B., Kanda, D., 2013. Comparative study on the behavioral response and acute toxicity of some essential oil compounds and their binary mixtures to larvae of *Helicoverpa armigera*, *Spodoptera litura* and *Chilo partellus*. *Industrial Crops and Products* 49 (2013) 428– 436.
- Kumar, A., Negi, N., Haider, S.Z., Negi, D.S., 2014. Composition and efficacy of *Zanthoxylum alatum* essential oils and extracts against *Spodoptera litura*. *Chemistry of Natural Compounds*, Vol. 50, No. 5.
- Kweka, E.J., Mosha, F.W., Lowassa, A., Mahande, A.M., Mahande, M.J., Charles P Tenu, M.F., Lyatuu, E.E., Mboya, M.A., Temu, E.A., 2008. Longitudinal evaluation of *Ocimum* and other plants effects on the feeding behavioral response of mosquitoes (Diptera: Culicidae) in the field in Tanzania. *Parasites & Vectors*, 1:42.
- Labinas, A.M., Crocomo, W.B., 2002. Effect of java grass (*Cymbopogon winterianus* Jowitt) essential oil on fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith, 1797) (Lepidoptera, Noctuidae). *Acta Sci.* 24: 1401-1405.
- Lima, R.K., Cardoso, M.G., Moraes, J.C., Melo, B.A., Rodrigues, V.G., Guimarães, P.L., 2009. Atividade inseticida do óleo essencial de pimenta longa (*Piper hispidinervum* C. DC.) sobre lagarta-do-cartucho do milho *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae). *Acta Amazonica*, vol. 39, 377 – 382.
- Lourenço, A.M., Haddi, K., Ribeiro, B.M., Corrêia, R.F.T., Tomé, H.V.V., Santos-Amaya, O., Pereira, E.J.G., Guedes, R.N.C., Santos, G.R., Oliveira, E.E., Aguiar, R.W.S., 2018. Essential oil of *Siparuna guianensis* as an alternative tool for improved lepidopteran control and resistance management practices. *Nature*, Vol. 8:7215.
- Maheswaran<sup>1</sup>, R., Ignacimuthu, S., 2015. A novel biopesticide Ponneem to control human vector mosquitoes *Anopheles stephensi* L. and *Culex quinquefasciatus* Say. *Environ Sci Pollut Res.* 22(17):13153-66.
- Mansour, S.A., El-Sharkawy, A.Z., Abdel-Hamid, N.A., 2015. Toxicity of essential plant oils, in comparison with conventional insecticides, against the desert locust, *Schistocerca gregaria* (Forskål). *Industrial Crops and Products* 63, 92–99.
- Mesquita, B.M., Nascimento, P.G.G., Souza, L.G.S., Farias, I.F., Silva, R.A.C., Lemos, T.L.G., Monte, F.J.Q., Oliveira, I.R., Trevisan, M.T.S., Silva, H.C., Santiago, G.M.P., 2018. Synthesis, Larvicidal and acetylcholinesterase inhibitory activities of carvacrol/thymol and derivatives. *Quim. Nova*, Vol. 41, No. 4, 412-416, 201.
- Montezano, D.G., Specht, A., Sosa-Gómez, D., Roque-Specht, V.F., ; Sousa-Silva, J.C., Paula-Moraes, S.V., Peterson, J.A., Hunt, T.E., 2018. Host Plants of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in the Americas. *BioOne*, Vol. 26(2), p.286-300.**



- Moura, A.P., Carvalho, G.A., Pereira, A.E., Rocha, L.C.D., . 2006. Selectivity evaluation of insecticides used to control tomato pests to *Trichogramma pretiosum*. *BioControl*, 51:769–778.
- Murcia-Meseguer, A., Alves, T.J.S., Budia, F., Antonio Ortiz, A., Medina, P. 2018. Insecticidal toxicity of thirteen commercial plant essential oils against *Spodoptera exigua* (Lepidoptera: Noctuidae). *Phytoparasitica*, Vol.46, pp 233–245.
- Murugan, K., Aarthi, N., Kovendan, K., Panneerselvam, C., Chandramohan, B., Kumar, P.M., Amerasan, D., Paulpandi, M., Chandirasekar, R., Dinesh, D., Subramaniam, U.S.J., Higuchi, A., Alarfaj, A.A., Nicoletti, M., Mehlhorn, H., Benelli, G., 2015. Mosquitocidal and antiplasmodial activity of *Senna occidentalis* (Cassiae) and *Ocimum basilicum* (Lamiaceae) from Maruthamalai hills against *Anopheles stephensi* and *Plasmodium falciparum*. *Parasitol Res.* 114(10):3657-6.
- National Institute Of Standards and Technology. PC version 2.0 of the NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library. Gaithersburg, 2008. Software.
- Ngom, S., Perez, R.C., Mbow, M.A., Fall, R., Niassy, S., Cosoveanu, A., Diop, S.M, Ndiaye, E.H.B., Diop, M., Georges Lognay, G., 2018. Larvicidal activity of Neem oil and three plant essential oils from Senegal against *Chrysodeixis chalcites* (Esper, 1789). *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*; 8(1): 67-72.
- Niculau, E.S., Alves, P.B., Nogueira, P.C.L., e Moraes, V.R.S., Matos, A.P., Bernardo, A.R., Volante, A.C., Fernandes, J.B., Silva, M.F.G.F., Corrêa, A.G., 2013. Atividade inseticida de óleos essenciais de *Pelargonium graveolens* L'herit e *Lippia alba* (Mill) n. e. Brown sobre *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith). *Quim. Nova*, Vol. 36, No. 9, 1391-1394.
- Oliveira, E.R., Alves, D.S., Carvalho, G. A., Oliveira, B.M.R.G., Aazza, S., Bertolucci, S. K.V., 2018. Toxicity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil and citral for *Spodoptera frugiperda*. *Ciência e Agrotecnologia*, 42(4):408-419.
- Pandey, A.K., Singh, P., Tripathi, N.N., 2014. Chemistry and bioactivities of essential oils of some *Ocimum* species: an overview. *Asian Pac J Trop Biomed*, 4(9): 682-694.
- Parra, J. R. P., 2010. Técnicas de criação de insetos para programas de controle biológico. Piracicaba: ESALQ/FEALQ, 3ª ed., 137p.
- Parreira, D.S., Alcântara-de La Cruz, R., Leite, G.L.D., Ramalho, F.S., Zanuncio, J.C, Serrão, J.E., 2018. Quantifying the harmful potential of ten essential oils on immature *Trichogramma pretiosum* stages. *Chemosphere* 199, 670-675.
- Parreira, D.S., Alcântara-de la Cruz, R., Leite, G.L.D.; Ramalho, F.S., Zanuncio, J.C., Serrão, J.E., 2018. Quantifying the harmful potential of ten essential oils on immature *Trichogramma pretiosum* stages. *Chemosphere* 199, 670 e 675.
- Parreira, D.S., Alcantara-de La Cruz, R., Zanuncio, J.Z., · Lemes, P.G., Rolim, G.S., Barbosa, R.L., Leite, G.L.D., Serrão, J.E., 2017. Essential oils cause detrimental effects on biological parameters of *Trichogramma galloi* immatures. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 138, 78–82.

- Pavunraj, M., Baskar, K., Paulraj, M.G., Ignacimuthu, S., Janarthanan, S., 2014. Phagodeterrence and insecticidal activity of *Hyptis suaveolens* (Poit.) against four important lepidopteran pests. Archives of Phytopathology and Plant Protection, 47:1, 113-121.
- Pedroso, R.C.N., Branquinho, N.A.A., Hara, A.C.B.A.M, Costa, A.C., Silva, F.G., Pimenta, L.P., Silva, M.L.A., Cunha, W.R., Pauletti, P.M., Januario, A.H., 2017. Impact of light quality on flavonoid production and growth of *Hyptis marrubioides* seedlings cultivated in vitro. Revista Brasileira de Farmacognosia 27, 466–470.
- Polatoglu, K., Karakoç, O.C., Yücel, Y.Y., Gücel, S., Demirci, B., Demirci, F., Kemal Baserfg, H.C., 2017. Insecticidal activity of *Salvia veneris* Hedge. Essential oil against coleopteran stored product insects and *Spodoptera exigua* (Lepidoptera). Industrial Crops and Products, vol. 97, 93–100.
- Poorjavad, N., Goldansaz, S.H., Dadpour, H., khajehali, J., 2014 Effect of *Ferula assafoetida* essential oil on some biological and behavioral traits of *Trichogramma embryophagum* and *T. evanescens*. Bio Control, vol. 59, Issue 4, pp 403–413.
- Purwatiningsih, N. H., Hassan, E. 2012. Efficacy of *Leptospermum petersonii* Oil, on *Plutella xylostella*, and Its Parasitoid, *Trichogramma pretiosum*. Journal of Economic Entomology, 105(4):1379-1384.
- Rajendran, S., Sriranjini, V., 2008. Plant products as fumigants for stored-product insect control. Journal of Stored Products Research 44, 126–135.
- Ramos, V., Alves, D.S., Braga, M., Carvalho, G.A., Santos, C., 2013. Extraction and isolation of anti-tryptic castor-bean (*Ricinus communis* L.) substances and their effects on *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae). Chilean Journal of Agricultural Research, vol. 73(2).
- Rampelotti-Ferreira, F.T., Coelho Jr, A., Parra, J.R.P., Vendramim, J.D., 2017. Selectivity of plant extracts for *Trichogramma pretiosum* Riley (Hym.: Trichogrammatidae). Ecotoxicology and Environmental Safety 138, 78–82.
- Rattan, R.S., 2010. Mechanism of action of insecticidal secondary metabolites of plant origin. Crop Protection 29, 913 e 920.
- Rocha, L.C.D., Carvalho, G.A., 2004. Adaptação da metodologia padrão da IOBC para estudos de seletividade com *Trichogramma pretiosum* Riley, 1879 (Hymenoptera: Trichogrammatidae) em condições de Laboratório. Acta Scientiarum. Agronomy Maringa, v. 26, no. 3, p. 315-320.
- Roel, A.R., Dourado, D.M., Matias, R., Porto, K.R.A., Bednaski, A.V., Costa, R.B., 2010. The effect of sub-lethal doses of *Azadirachta indica* (Meliaceae) oil on the midgut of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera, Noctuidae). Revista Brasileira de Entomologia 54(3): 505–510.
- Sales, J.F., Pinto, J.E.B.P., Ferri, P.H., Silva, F.G., Oliveira, C.B.A., Botrel, P.P., 2009. Growth, production and chemical composition of the essential oil in hortelã-do-campo (*Hyptis marrubioides* Epl.) in function of the irradiation level. Semina: Ciências Agrárias, v. 30, n. 2, p. 389-396.

Salinas-Sánchez, D.O., Aldana-Llanos, L., Valdés-Estrada, M.E., Gutiérrez-Ochoa, M., Valladares-Cisneros, G., Rodríguez-Flores, E., 2012. Insecticidal activity of tagetes erecta extracts on *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: noctuidae). The Florida Entomologist, Vol. 95, No. 2, pp. 428-432.

**Santos-Amaya, O.F., Rodrigues, J.V.C., Souza, T.C., Tavares, C.B., Campos, S.O., Guedes, R.N.C., Pereira, E.J.G., 2015. Resistance to dual-gene Bt maize in *Spodoptera frugiperda* : selection, inheritance, and cross-resistance to other transgenic events Scientific Reports, vol.5**

Senthilkumar, A., Venkatesalu, V., 2010. Chemical composition and larvicidal activity of the essential oil of *Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng against *Anopheles stephensi*: a malarial vector mosquito. Parasitol Res., 107:1275–1278.

Siegrwart, M., Graillot, B., Blachere-Lopez, C., Besse, S., Bardin, M., Nicot, P.C., Lopez-Ferber, M., 2015. Resistance to bio-insecticides or how to enhance their sustainability: a review. Front. Plant Sci. 6:381.

Silva, C.T.S., Wanderley-Teixeira, V., Cunha, F.M., Oliveira, J.V., Dutra, K.A., Ferraz Navarro, D.M.A., Teixeira, A.A.C., 2017. Effects of citronella oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt ex Bor) on *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) midgut and fat body. Biotechnic & Histochemistry, 1473-7760.

Silva, C.T.S., Wanderley-Teixeira, V., Cunha, F. M., Oliveira, J.V., Dutra, K. A., Navarro, D.M.A.F., Teixeira, A.A.C., 2016. Biochemical parameters of *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) treated with citronella oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt ex Bor) and its influence on reproduction. Acta Histochemica.

Silva, S.M., Rodrigues da Cunha, J.P.A., Carvalho, S.M., Zandonadi, C.H.S., Martins, R.C., Chang, R., 2017. *Ocimum basilicum* essential oil combined with deltamethrin to improve the management of *Spodoptera frugiperda*. Ciência e Agrotecnologia, 41(6):665-675.

Singh, B. K., Walker, A., Morgan, J.A.W., Wright, D.J., 2003. Effects of Soil pH on the Biodegradation of Chlorpyrifos and Isolation of a Chlorpyrifos-Degrading Bacterium. Applied and Environmental Microbiology, p. 5198–5206.

Singh, J.P., Prakash, B., Dubey, N. K., 2012. Insecticidal activity of *Ageratum conyzoides* L., *Coleus aromaticus* Benth and *Hyptis suaveolens* (L.) Poit essential oils as fumigant against storage grain insect *Tribolium castaneum* Herbst. J Food Sci Technol.

Souza, J.R., Carvalho, G.A., Moura, A.P., Couto, M.H.G., Maia, J.B., 2013. Impact of insecticides used to control *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) in corn on survival, sex ratio, and reproduction of *Trichogramma pretiosum* Riley off spring. Chilean Journal of Agricultural Research vol.73, n.2, pp.122-127.

Suthisut, D., Fields, P.G., Chandrapatya, A., 2011. Fumigant toxicity of essential oils from three Thai plants (Zingiberaceae) and their major compounds against *Sitophilus zeamais*, *Tribolium castaneum* and two parasitoids. Journal of Stored Products Research 47 (2011) 222e230.

Tavares, W.S., Cruz, I., Fernando Petacci, F., Assis Júnior, S.L., Freitas, S.S., Zanuncio, J.C., Serrão, J.E., 2009. Potential use of *Asteraceae* extracts to control *Spodoptera frugiperda*

(Lepidoptera: *Noctuidae*) and selectivity to their parasitoids *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: *Trichogrammatidae*) and *Telenomus remus* (Hymenoptera: *Scelionidae*). *Industrial Crops and Products* 30, 384–388.

Tripath, A.K., Upadhyay, S., 2009. Repellent and insecticidal activities of *Hyptis suaveolens* (Lamiaceae) leaf essential oil against four stored-grain coleopteran pests. *International Journal of Tropical Insect Science* Vol. 29, No. 4, pp. 219–228.

Varga, F., Carović-Stanko, K., Ristić, M., Grdiša, M., Liber, Z., Zlatko Šatović, Z., 2017. Morphological and biochemical intraspecific characterization of *Ocimum basilicum* L. *Industrial Crops & Products* 109, 611–618.

Vargas-Méndez, L.Y., Sanabria-Flórez, P.L., Saavedra-Reyes, L.M., Merchan-Arenas, D.R., Kouznetsov, V.V., 2018. Bioactivity of semisynthetic eugenol derivatives against *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: *Noctuidae*) larvae infesting maize in Colombia. *Saudi Journal of Biological Sciences*.

Vergar, P.J.P., Boobis, A.R., 2013. Reevaluate Pesticides for Food Security and Safety. *Science*, vol. 341.

Vilarinho, E.C., Fernandes, O.A., Omoto, C., Hunt, T., 2006. Oil-soluble dyes for marking *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: *Noctuidae*). *J. Econ. Entomol.* 99(6): 2110-2115.

Walia, S., Saha, S., Tripathi, V., Sharma, K.K., 2017. Phytochemical biopesticides: some recent developments. *Phytochem Rev* 16:989–1007.

Zarrada, K., Hamouda, A.B., Chaieb, I., Laarif, A., Jemâa, J.M.B., 2015. Chemical composition, fumigant and anti-acetylcholinesterase activity of the Tunisian *Citrus aurantium* L. essential oils. *Industrial Crops and Products* 76, 121–127.

Zhang, J., Huang, Y., Yuan, L., Yang, G., Chena, L., Zhao, C., 2016. Using satellite multispectral imagery for damage mapping of armyworm (*Spodoptera frugiperda*) in maize at a regional scale. *Pest Manag Sci.*; 72: 335–348.

Yu, S.J., Nguyen, S.N., Abo-Elghar, G.E., 2003. Biochemical characteristics of insecticide resistance in the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith). *Pesticide Biochemistry and Physiology* 77 (2003) 1–11.