



**NADIANE FRANÇA DA SILVA**

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE *MENTHA*  
*PIPERITA* E *ROSMARINUS OFFICINALIS* PARA  
*SPODOPTERA FRUGIPERDA* (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE)  
E SELETIVIDADE FISIOLÓGICA PARA *TRICHOGRAMMA*  
*PRETIOSUM* (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDADE)**

**LAVRAS-MG  
2025**

**NADIANE FRANÇA DA SILVA**

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE *MENTHA PIPERITA* E *ROSMARINUS OFFICINALIS* PARA *SPODOPTERA FRUGIPERDA* (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E SELETIVIDADE FISIOLÓGICA PARA *TRICHOGRAMMA PRETIOSUM* (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDADE)**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Entomologia, área de concentração em Entomologia, linha de pesquisa Manejo Integrado de Pragas, para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Geraldo Andrade Carvalho  
Orientador

Profa. Dra. Dejjane Santos Alves  
Coorientadora

**LAVRAS-MG  
2025**

Ficha catalográfica elaborada pela Catalogação da Biblioteca Universitária da UFLA

Silva, Nadiane França da.

Toxicidade de óleos essenciais de *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis* para *Spodoptera frugiperda* (lepidoptera: noctuidae) e seletividade fisiológica para *Trichogramma pretiosum* (hymenoptera: trichogrammatidae) / Nadiane França da Silva. - 2025.

50 p. : il.

Orientador(a): Geraldo Andrade Carvalho.

Coorientador(a): DeJane Santos Alves.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Lavras, 2025.

Bibliografia.

1. Lagarta-do-cartucho. 2. Produtos botânicos. 3. Bioinseticidas. 4. Parasitoides. 5. Toxicidade. I. Carvalho, Geraldo Andrade. II. Alves, DeJane Santos. III. Título.

Ficha elaborada por André Felipe Calsavara (CRB6/3137)

**NADIANE FRANÇA DA SILVA**

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE *MENTHA PIPERITA* E *ROSMARINUS OFFICINALIS* PARA *SPODOPTERA FRUGIPERDA* (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) E SELETIVIDADE FISIOLÓGICA PARA *TRICHOGRAMMA PRETIOSUM* (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

**TOXICITY OF MENTHA PIPERITA AND ROSMARINUS OFFICINALIS ESSENTIAL OILS TO SPODOPTERA FRUGIPERDA (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE) AND PHYSIOLOGICAL SELECTIVITY FOR TRICHOGRAMMA PRETIOSUM (HYMENOPTERA: TRICHOGRAMMATIDAE)**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Entomologia, área de concentração em Entomologia, linha de pesquisa Manejo Integrado de Pragas, para a obtenção do título de Mestre.

Apresentada em 29 de janeiro de 2025.

Dra. Shaiene Moreno Gouvêa – Instituto Federal do Rio de Janeiro

Dra. Suzan Kelly Vilela Bertolucci - Universidade Federal de Lavras

Dr. Bruno Henrique Sardinha de Souza - Universidade Federal de Lavras

Dr. Geraldo Andrade Carvalho  
Orientador

Dra. DeJane Santos Alves  
Coorientadora

**LAVRAS - MG  
2025**

*Ao meu avô materno (in memoriam) Artur Bernardino de França, que desde a minha infância apresentou o mundo da agricultura, que foi a base da minha escolha profissional. À minha querida mãe, Nadir Maria da Cruz França, pelo amor, apoio e inspiração constantes, que são fonte eterna de força e motivação em minha vida. Ao meu pai, Francisco Miranda (in memoriam). Aos meus irmãos, Flavio França e Nadiele Piedade França, pelo carinho, apoio e companheirismo. Aos meus sobrinhos, Diogo Kazuma e Maria Sófia, que enchem minha vida de alegria. À Ítalo Dantas, pelo conforto constante e pelo incentivo, estando sempre presente. À Alice dos Reis, pela amizade genuína e pelo apoio inestimável.*

*Com todo o meu amor e gratidão.*

***Dedico***

## AGRADECIMENTOS

“Que a gratidão seja o travesseiro sobre o qual você se ajoelha para fazer sua oração noturna”.  
Maya Angelou

A caminhada até este momento foi repleta de desafios, mas no jardim da vida encontramos pessoas que tornam o caminho mais leve e significativo. Quero expressar minha profunda gratidão à minha família pelo apoio incondicional e incentivo constante.

Ao Ítalo Dantas, por acreditar em mim, pelo companheirismo, pela confiança e apoio ao longo desse período, sempre me acalmando, mesmo estando longe.

Ao Dr. Marcos Barros de Medeiros e à Dra. Natanaelma Silva da Costa, que foram grandes incentivadores ao longo da minha graduação, despertando em mim o interesse pelo fascinante mundo da entomologia.

Aos amigos que encontrei durante a minha trajetória acadêmica, cuja presença foi essencial para o meu desenvolvimento pessoal e profissional. Vocês acreditaram em mim, mesmo nos momentos em que eu mesma duvidei. Minha gratidão à Camila Fernandes, Maria Luiza, Sarah Sthefane, Maria das Graças, Samarone Xavier, Leidianne Lima, Ana Azevedo, Maria da Piedade, Angélica Salustino, Letícia Waléria, Matheus Eduardo, Cláudia Marques, Adelmo Ferreira, Thatiana Maria, Luciano Raposo, Leonardo Tals, Ulisses de Souza, Fátima Nascimento, Vanessa Kevini, Elenice dos Reis, Marcos Paulo, Júnior, Fernando Mendes e Alice dos Reis.

À Vanessa Kevini, pela acolhida calorosa em Lavras e pelo companheirismo de morada ao longo desses dois anos. Sua presença tornou essa jornada mais leve.

À Alice dos Reis, pela amizade genuína, pelo apoio incondicional e por todo aprendizado e momentos compartilhados ao longo do caminho. Sua parceria foi essencial na minha estadia em Lavras. Meu sincero agradecimento por tudo.

À Universidade Federal de Lavras (UFLA) e ao Departamento de Entomologia (DEN), pela infraestrutura disponibilizada e apoio para o desenvolvimento desta pesquisa. Aos colegas e amigos do Laboratório de Ecotoxicologia e Manejo Integrado de Pragas (LEMIP), que me acolheram e contribuíram significativamente para meu crescimento pessoal e profissional durante esses dois anos de convivência.

Ao professor Dr. Geraldo Andrade Carvalho, pela orientação dedicada e presença constante ao longo de todo o processo, garantindo as condições necessárias para a execução desta pesquisa, e à Dra. DeJane Santos Alves, pela coorientação.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo apoio financeiro por meio da concessão da bolsa durante todo o desenvolvimento da pesquisa.

A todos, minha mais sincera gratidão.

### Ato III

*Da crisálida ao voo, vem a metamorfose,  
Um ciclo sutil que a alma não foge.  
Como a borboleta, que em silêncio floresce,  
A vida nos molda, nos faz e aquece.*

*Nas asas do tempo, agradeço o presente,  
Cada queda, cada dor, tornou-me resiliente.  
Aprendizados vêm como ventos ligeiros,  
Transformam o ser em passos certos.*

*Na força que nasce em cada amanhecer,  
Reside a coragem de não mais temer.  
Cada batida de asa é um passo de fé,  
Moldando o ser para o que a vida trazer.*

*Metamorfozes tecem o fio da vida,  
De larva a borboleta, a alma renascida.  
Nas asas do tempo, a mudança acontece,  
E a gratidão é o que sempre prevalece.*

*Hoje, sou metamorfose, sou luz, sou cor,  
Sou o reflexo de tudo que o tempo moldou.  
Na força que nasce o silêncio profundo,  
A coragem é a chave que conquista o mundo.*

*Da crisálida ao voo, sou borboleta serena,  
Liberta do casulo, encontro minha cena.  
A Metamorfose é contínua e em constante evolução,  
Sou borboleta, sou vida, sou transformação.*

## RESUMO

O controle de *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) é geralmente realizado com o uso de inseticidas sintéticos e tecnologia Bt; no entanto, a aplicação dessas ferramentas pode resultar em seleção de insetos resistentes e desequilíbrios biológicos. Como nova medida de controle, plantas da família Lamiaceae têm ganhado destaque devido à presença de compostos bioativos em seus óleos essenciais (OEs), que apresentam toxicidade a pragas. Contudo, é essencial avaliar a seletividade desses compostos em relação aos insetos benéficos. O objetivo desta pesquisa foi avaliar a bioatividade dos OEs de lamiáceas sobre *S. frugiperda* e seus efeitos sobre o parasitoide *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae). Foram utilizados os OEs comerciais de *Rosmarinus officinalis* e *Mentha piperita*, adquiridos da empresa Ferquima<sup>®</sup>, em bioensaios com aplicação tópica em lagartas de *S. frugiperda* e testes de seletividade para *T. pretiosum* em diferentes fases de desenvolvimento. Cinco concentrações foram determinadas por progressão aritmética (5, 9, 16, 30 e 55 µg de OE µL<sup>-1</sup> de acetona) para determinar a dose letal mediana (DL<sub>50</sub>), a probabilidade de sobrevivência e o tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>). Análises cromatográficas foram usadas para identificar os compostos majoritários, os quais foram posteriormente adquiridos comercialmente na empresa Sigma-Aldrich<sup>®</sup>, para avaliar seu potencial de toxicidade. Foi realizado também testes por meio da mistura binária dos OEs para avaliar interações sinérgicas, aditivas ou antagônicas. Além disso, foram conduzidos experimentos com a DL<sub>50</sub> encontrada para *S. frugiperda* verificar a seletividade dessa dose para o parasitoide em suas fases imaturas (ovo/larva, pré-pupa e pupa) e adulta. Realizaram-se bioensaios com a exposição de ovos de *Ephestia kuehniella* (Lepidoptera: Pyralidae) contaminados para parasitismo e de alimentação de fêmeas com mel tratado. Observou-se que a DL<sub>50</sub> foi de 27,27 µg µL<sup>-1</sup> para *M. piperita* e 28,36 µg µL<sup>-1</sup> para *R. officinalis*, que a probabilidade de sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda* diminuiu proporcionalmente com o aumento das doses e que o TL<sub>50</sub> foi de 144 h e 48 h para *M. piperita* e *R. officinalis*, respectivamente, na concentração de 30 µg µL<sup>-1</sup>. O mentol, componente do OE de *M. piperita*, apresentou alta toxicidade para *S. frugiperda*. Na mistura binária dos OEs, o efeito sobre esse noctuídeo foi aditivo. Quanto à seletividade, o OE de *R. officinalis* foi considerado não afetou negativamente o parasitoide, enquanto o de *M. piperita* foi considerado prejudicial para o parasitoide na fase de pré-pupa, mas não afetou negativamente o parasitoide no período de ovo-larva e nas fases de pupa e adultos. Conclui-se que os OEs de *R. officinalis* e *M. piperita* são tóxicos para *S. frugiperda* e à exceção da fase de pré-pupa, não afetaram os parasitoides, demonstrando potencial como ferramenta sustentável para o manejo de *S. frugiperda*.

**Palavras-chave:** lagarta-do-cartucho; produtos botânicos; bioinseticidas; parasitoides; toxicidade.

## ABSTRACT

The control of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera:Noctuidae) is generally carried out with the use of synthetic insecticides and Bt technology; however, the application of these tools can result in selection of resistant insects and biological imbalances. As a new control measure, plants from the Lamiaceae family have gained prominence due to the presence of bioactive compounds in their essential oils (EOs), which are toxic to pests. toxicity to pests. However, it is essential to assess the selectivity of these compounds in relation to beneficial insects. The aim of this research was to evaluate the bioactivity of the EOs of lamiáceas on *S. frugiperda* and their effects on the parasitic effects on the parasitoid *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera:Trichogrammatidae). The commercial EOs of *Rosmarinus officinalis* and *Mentha piperita*, purchased from Ferquima®, were used in bioassays with topical application on *S. frugiperda* caterpillars and selective *T. pretiosum* at different stages of development. Five concentrations were determined by arithmetic progression (5, 9, 16, 30 and 55  $\mu\text{g}$  of OE  $\mu\text{L}^{-1}$  of acetone) to determine the median lethal dose ( $\text{LD}_{50}$ ), the probability of survival and the median lethal time ( $\text{TL}_{50}$ ). Chromatographic analyses were used to identify the majority compounds, which were subsequently compounds, which were subsequently purchased commercially from Sigma-Aldrich®. To assess their toxicity potential tests were also carried out using a binary mixture of the EOs to evaluate synergistic, additive or antagonistic interactions. In addition experiments were conducted with the  $\text{LD}_{50}$  found for *S. frugiperda* to verify the selectivity of this dose for the parasitoid in its immature stages (egg/larva, pre-pupa and pupa) and adult stages. Bioassays were carried out using eggs of *Ephestia kuehniella* (Lepidoptera: Pyralidae) contaminated for parasitism and feeding on for parasitism and the feeding of females with treated honey. It was observed that the  $\text{LD}_{50}$  was 27.27  $\mu\text{g}$   $\mu\text{L}^{-1}$  for *M. piperita* and 28.36  $\mu\text{g}$   $\mu\text{L}^{-1}$  for *R. officinalis*, which the probability of survival of *S. frugiperda* caterpillars decreased proportionally as the doses increased and that the  $\text{TL}_{50}$  was 144 h and 48 h for *M. piperita* and *R. officinalis*, respectively, at a concentration of 30 $\mu\text{g}$   $\mu\text{L}^{-1}$ . Menthol, a component of the of *M. piperita*, was highly toxic to *S. frugiperda*. In the binary mixture of the EOs, the effect on this noctuid was additive. In terms of selectivity, the *R. officinalis* EO was considered not to have the parasitoid, while that of *M. piperita* was considered harmful to the parasitoid in the harmful to the parasitoid in the pre-pupa stage, but did not negatively affect the parasitoid in the egg stage. the parasitoid in the egg-larvae period and in the pupal and adult stages. It can be concluded that the EOs of *R. officinalis* and *M. piperita* are toxic to *S. frugiperda* and, with the exception of the pre-pupa stage, did not affect the parasitoids, showing potential as a sustainable tool for the management of *S. frugiperda*.

**Keywords:** carrot caterpillar; botanical products; bioinsecticides; parasitoids. toxicity

## Indicadores de Impacto

O uso de óleos essenciais (OEs) derivados de plantas, como *Rosmarinus officinalis* e *Mentha piperita*, para o controle de *Spodoptera frugiperda*, tem o potencial de proporcionar uma alternativa sustentável e eficaz aos inseticidas sintéticos, conhecidos por seus impactos negativos no meio ambiente e nos organismos não-alvo. A pesquisa demonstrou que as concentrações de 0,5% e 1% dos OEs de *Rosmarinus officinalis* e *Mentha piperita* são eficazes na mortalidade de larvas de *S. frugiperda* e mostraram interações aditivas quando usados em combinação. A seletividade dos OEs para o parasitoide *Trichogramma pretiosum* foi avaliada, e embora o OE de *R. officinalis* tenha se mostrado seguro para o parasitoide, o OE de *M. piperita* foi prejudicial na fase de pré-pupa, mas sem efeitos negativos nas fases de ovo-larva, pupa e adultos. Os resultados sugerem que os OEs possuem não apenas uma função bioinseticida contra pragas como *S. frugiperda*, mas também podem ser integrados em estratégias de controle biológico, com menor impacto sobre insetos benéficos, contribuindo para o equilíbrio ecológico. Esses achados possuem impactos significativos em várias áreas. Do ponto de vista social, o uso de óleos essenciais pode reduzir a dependência de produtos químicos tóxicos, proporcionando uma alternativa mais segura tanto para os trabalhadores que fazem aplicação de inseticidas sintéticos quanto para as comunidades. Tecnicamente, a pesquisa contribui para a inovação em métodos de controle de pragas, ao desenvolver soluções sustentáveis com base em produtos naturais. No campo econômico, o emprego de OEs pode reduzir os custos associados ao uso de inseticidas sintéticos e promover o uso mais amplo de práticas agrícolas sustentáveis, beneficiando pequenos e médios produtores. Além disso, este estudo se alinha com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), especialmente nas metas relacionadas a produção e consumo responsáveis (ODS 12) e proteção da vida terrestre (ODS 15), reforçando a importância de estratégias ecológicas no manejo de pragas. Dessa forma, essa pesquisa tem o potencial de impactar positivamente os setores agrícola e ambiental, oferecendo soluções inovadoras para o controle sustentável de *S. frugiperda* e contribuindo para a preservação da biodiversidade.

## Impact Indicators

The use of plant-derived essential oils (EOs), such as *Rosmarinus officinalis* and *Mentha piperita*, for the control of *Spodoptera frugiperda* has the potential to offer a sustainable and effective alternative to synthetic insecticides, which are known for their negative impacts on the environment and non-target organisms. Research has shown that 0.5% and 1% concentrations of *R. officinalis* and *M. piperita* EOs are effective in inducing larval mortality in *S. frugiperda*, and exhibit additive interactions when used in combination. The selectivity of the EOs toward the parasitoid *Trichogramma pretiosum* was evaluated. While *R. officinalis* EO proved to be safe for the parasitoid, *M. piperita* EO was harmful during the prepupal stage, but showed no adverse effects during the egg-larva, pupal, or adult stages. These results suggest that EOs not only act as bioinsecticides against pests like *S. frugiperda*, but may also be integrated into biological control strategies with lower impact on beneficial insects, thus contributing to ecological balance. These findings have significant implications across multiple domains. From a social perspective, the use of essential oils may reduce reliance on toxic chemical products, providing a safer alternative for pesticide applicators and surrounding communities. Technologically, the research contributes to innovation in pest control methods by developing sustainable, plant-based solutions. Economically, the use of EOs may lower costs associated with synthetic insecticides and encourage broader adoption of sustainable agricultural practices, particularly benefiting small and medium-scale farmers. Moreover, this study aligns with the Sustainable Development Goals (SDGs), particularly those related to responsible consumption and production (SDG 12) and life on land (SDG 15), reinforcing the relevance of ecological strategies in pest management. Therefore, this research has the potential to positively impact the agricultural and environmental sectors by offering innovative and sustainable solutions for controlling *S. frugiperda* and contributing to biodiversity conservation.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO GERAL .....	13
2	REFERENCIAL TEÓRICO .....	15
2.1	Características bioecológicas de <i>S. frugiperda</i> .....	15
2.2	Manejo integrado de <i>S. frugiperda</i> .....	16
2.3	Características de <i>M. piperita</i> e sua ação inseticida .....	18
2.4	Características de <i>R. officinalis</i> e sua ação inseticida.....	18
2.5	Produtos fitossanitários: seletividade e manejo integrado de pragas .....	19
3	MATERIAL E MÉTODOS .....	21
3.1	Criação dos insetos.....	21
3.1.1	Manutenção da criação de <i>S. frugiperda</i> .....	21
3.1.2	Criação do parasitoide <i>T. pretiosum</i> .....	21
3.2	Obtenção e caracterização dos OEs .....	22
3.3	Estimativa de doses-resposta dos OEs de <i>M. piperita</i> e <i>R. officinalis</i> para <i>S. frugiperda</i> .....	23
3.4	Estimativa de doses-resposta dos compostos majoritários de <i>R. officinalis</i> e <i>M. piperita</i> para <i>S. frugiperda</i> .....	23
3.5	Efeito da mistura binária dos OEs de <i>M. piperita</i> e <i>R. officinalis</i> sobre <i>S. frugiperda</i> .....	24
3.6	Efeito dos OEs sobre <i>T. pretiosum</i> em sua fase imatura.....	25
3.7	Efeito dos OEs sobre <i>T. pretiosum</i> em sua fase adulta .....	26
3.8	Efeito da ingestão de mel tratado com os OEs sobre fêmeas de <i>T. pretiosum</i> ....	26
3.9	Análises estatísticas.....	26
4	RESULTADOS .....	27
4.1	Obtenção e caracterização dos OEs .....	27
4.1	Estimativa da dose-resposta dos OEs de <i>M. piperita</i> e <i>R. officinalis</i> para <i>S. frugiperda</i> .....	29

4.2	Estimativa da dose-resposta dos compostos majoritários de <i>R. officinalis</i> e <i>M. piperita</i> para <i>S. frugiperda</i> .....	32
4.3	Efeitos da mistura binária dos OEs de <i>M. piperita</i> e <i>R. officinalis</i> sobre <i>S. frugiperda</i> .....	33
4.4	Efeitos dos OEs sobre <i>T. pretiosum</i> em sua fase imatura .....	34
4.5	Efeitos dos OEs sobre <i>T. pretiosum</i> em sua fase adulta.....	35
4.6	Efeitos da ingestão de mel tratado com os OEs sobre fêmeas de <i>T. pretiosum</i> ...	35
5	DISCUSSÃO .....	37
6	CONCLUSÃO .....	41
	REFERÊNCIAS.....	42

## 1 INTRODUÇÃO GERAL

*Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) conhecida como lagarta-do-cartucho, é uma praga polífaga de grande impacto econômico na agricultura mundial devido ao seu ataque em cultivos agrícolas. Essa espécie é nativa das Américas Tropical e Subtropical e afeta principalmente culturas como milho, sorgo, arroz e soja. Sua alta capacidade de adaptação e dispersão, aliada à rápida reprodução, faz desse inseto um dos maiores desafios no manejo agrícola (Montezano *et al.* 2018; Overton *et al.* 2021; Paredes-sánchez *et al.* 2021).

O controle desse inseto é realizado de duas formas principais: a primeira, por meio da tecnologia Bt, com o uso de plantas geneticamente modificadas que expressam proteínas tóxicas; a segunda, pela aplicação de inseticidas químicos sintéticos. No entanto, o uso inadequado desses métodos tem levado à seleção de populações de insetos resistentes, o que resulta no aumento da utilização de inseticidas e pode levar à eliminação dos insetos benéficos presentes nas plantações (Agostinho *et al.* 2023; Carvalho *et al.* 2013; IRAC, 2024). Outra medida de controle empregada para *S. frugiperda* é o uso de controle biológico com microrganismos e macrorganismos. Entre os macrorganismos, destaca-se o parasitoide *Trichogramma pretiosum* (Riley, 1879) (Hymenoptera: Trichogrammatidae), registrado como agente de controle dessa praga em 2019 (ABBAS *et al.*, 2022; Brasil, 2023; Paredes-sánchez *et al.* 2021).

Devido à relevância dessa praga na agricultura é necessário a procura de outras ferramentas que possam auxiliar no controle de *S. frugiperda*. Uma medida que está sendo bastante explorada é o uso de óleos essenciais (OEs), que são substâncias complexas produzidas por plantas como parte de seus processos metabólicos secundários, possuem baixa solubilidade aquosa e são altamente voláteis. Os OEs extraídos de espécies de plantas da família Lamiaceae estão despertando grande interesse devido às suas propriedades bioativas, atuando de diversas formas em insetos, tanto na fisiologia, quanto na morfologia; sua ação tóxica também pode ser observada no desenvolvimento das fases de ovo, larva, pupa e adultos de várias espécies de insetos (Campolo *et al.* 2018; Isman, 2020; Oviedo *et al.* 2018; Wang *et al.* 2024).

Os OEs podem ser utilizados em misturas binárias, em que a junção dos mesmos pode interagir de forma sinérgica, antagônica e aditiva. O efeito sinérgico potencializa a ação inseticida, enquanto o antagônico a reduz e o aditivo ocorre quando combinação da mistura é igual aos efeitos individuais de cada uma. Essa forma de utilização dos OEs dificulta a seleção de populações resistentes de artrópodes pragas, pois desintoxicar uma mistura complexa é mais

difícil para os insetos, tornando o controle mais eficiente (Akhtar *et al.* 2013; Muturi *et al.* 2017).

Os OEs possuem composição química complexa, os compostos majoritários podem ser os responsáveis pelo potencial inseticida do óleo, já que se encontram em maiores quantidades. Neste caso, é de grande relevância verificar se causam efeitos deletérios sobre insetos, para elaboração de um produto comercial com os compostos mais abundantes presentes no OEs (Da silva Santana *et al.* 2022; Isman, 2021). Estudos de combinação de OEs e, especialmente, do uso dos seus compostos majoritários ainda são escassos, mas prometem obter avanços significativos. Pesquisas mais aprofundadas podem não apenas facilitar a manipulação e aplicação prática dos OEs de plantas, mas também contribuir para o desenvolvimento de produtos mais eficientes e sustentáveis no controle de artrópodes pragas.

A utilização dos OEs pode afetar os inimigos naturais benéficos existentes em agroecossistemas, como por exemplo os parasitoides de ovos *T. pretiosum* que são insetos registrados e utilizados para o controle de *S. frugiperda*. O uso de OEs pode causar efeitos letal ou subletais sobre esse parasitoide, podendo reduzir sua capacidade de parasitismo, longevidade, razão sexual e emergência de insetos. Por isso, torna-se essencial avaliar a seletividade de OEs para *T. pretiosum* visando a sua compatibilização em programas de manejo de *S. frugiperda*. (Lengai *et al.* 2020; Sombra *et al.* 2022). O presente estudo teve como objetivo avaliar a toxicidade dos OEs de *Mentha piperita* L e *Rosmarinus officinalis* para *S. frugiperda*, bem como a sua seletividade fisiológica para o parasitoide *T. pretiosum*.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Características bioecológicas de *S. frugiperda*

*Spodoptera frugiperda* popularmente conhecida como lagarta-do-cartucho do milho é um inseto originário das Américas Tropical e Subtropical. Contudo, devido à sua grande adaptabilidade e capacidade de dispersão, vem ocorrendo em diversas regiões do mundo. Nos últimos seis anos, essa praga invadiu grandes áreas da África Central e Ocidental, causando sérios danos às plantações de milho em 2016. Em 2019, chegou ao Oriente Médio, com a presença registrada na Ásia e na Austrália. A expansão e distribuição desse inseto tem gerado preocupação crescente, pois está se espalhando para áreas onde antes não existiam registros, causando danos cada vez maiores às plantações agrícolas e representando uma ameaça crescente (EPPO, 2024; Montezano *et al.* 2018; Zacarias, 2020).

Essa espécie causa sérios danos à cultura do milho, especialmente durante a fase de lagarta quando se alimenta do cartucho, resultando em queda na produção e perdas econômicas significativas (Barros *et al.* 2010). Abrahams *et al.* (2017) relataram que com a presença dessa praga na África, sem medidas de controle adequadas, poderia levar a perdas de 8,3 a 20,6 milhões de toneladas de milho por ano, com impacto econômico estimado entre US\$ 2,481 bilhões e US\$ 6,187 bilhões. Infestações de *S. frugiperda* podem reduzir a produtividade do milho em 20% a 50% em regiões como África, Sudeste Asiático e América Central o que demonstra a agressividade desse inseto ao atacar cultivos de relevância na agricultura (Abrahams *et al.* 2017). No Brasil *S. frugiperda* é a espécie de praga mais destrutiva das plantas de milho, podendo reduzir a produtividade em até 57%, dependendo da época de cultivo e da cultivar utilizada (Cruz, 2012; Cruz, 1999; Ngegba *et al.* 2022; Pogue, 2002).

É um inseto holometabólico, portanto, passa pelas fases de ovo, lagarta, pupa e mariposa (adulto), que duram, em média 3, de 15 a 22, 10 e de 15 a 21 dias, respectivamente a depender da temperatura (Da rosa *et al.* 2012; Sarmiento *et al.* 2002). As mariposas medem de 30 a 40 mm de envergadura; os machos adultos possuem asas anteriores em tom de cinza e marrom com manchas brancas triangulares, já as fêmeas possuem asas anteriores cinza lisas com sombreamento marrom (Brévault *et al.* 2018; Pogue, 2002). As fêmeas ovipositam em camadas, cerca de 150 a 200 ovos em cada postura, sendo comum depositarem escamas na superfície dos ovos (Capinera, 1999; Pogue, 2002). As lagartas de primeiro e segundo ínstaes são de cor esverdeada, enquanto em ínstaes finais apresentam cabeça cinza escuro e corpo cinza fosco e apresentam um típico 'Y' invertido na cabeça e manchas pretas distintas no corpo, as suas pupas possuem coloração avermelhada até quase preta (Capinera, 1999; Cruz, 1995; Miranda *et al.* 2015).

## 2.2 Manejo integrado de *S. frugiperda*

Duas medidas são comumente utilizadas para o manejo dessa praga. A primeira consiste na aplicação de inseticidas químicos sintéticos; no entanto, devido ao uso inadequado, existem vários registros de seleção de populações resistentes aos principais grupos químicos de inseticidas, como por exemplo, carbamatos, organofosforados, piretróides, espinosinas e inibidores de síntese de quitina (Carvalho *et al.* 2013; Cruz, 2002; He *et al.* 2020; IRAC, 2024). A segunda é o uso de tecnologia Bt, que é amplamente empregada em culturas em que *S. frugiperda* é praga-chave, tal como milho e soja; entretanto, muitos produtores não fazem uso de áreas de refúgio para a diluição genética de organismos resistentes restantes, o que tem levado à ineficácia dessa medida de controle (Agostinho *et al.* 2023; Santos-amaya *et al.* 2015).

É crescente a demanda de novas práticas de manejo no controle de insetos, que conservem os agroecossistemas produtivos e que possam minimizar os danos causados pelos insetos pragas. Nesse sentido, produtos que possuam menor período residual, preservem a biodiversidade, sejam seletivos aos insetos benéficos e aos seres humanos e, que por conseguinte, atendam aos preceitos de produção sustentável de alimentos, são necessários (Dar *et al.* 2022; Kaur *et al.* 2023; Lengai *et al.* 2020; Norris *et al.* 2002). Nesta perspectiva, uma medida de controle que está sendo bastante explorada e que pode contemplar os requisitos para produção sustentável de alimentos é o uso de inseticidas botânicos, formulados ou extraídos de espécies vegetais que possuem compostos capazes de afetar negativamente os artrópodes pragas (Chaudhari *et al.* 2021; Isman, 2020; Menossi *et al.* 2021; Spletzer *et al.* 2021; Wang *et al.*, 2024). Os primeiros indícios da utilização de inseticidas botânicos, de forma promissora, foram por meio da extração e sintetização de substâncias semelhantes às encontradas em algumas plantas, como a nicotina, presente na planta de tabaco *Nicotiana tabacum* L. (Solanaceae), bem como a piretrina e aletrina encontradas em flores de *Chrysanthemum cinerifolium* Ramat (Asteraceae) e a rotenona que está presente em fabáceas dos gêneros *Derris* e *Lonchocarpus* (Andrade *et al.* 2015; Costas-Ferreira, 2021; Garcez *et al.*, 2013; Spletzer *et al.*, 2021).

Dentre os produtos derivados de plantas que possuem potencial no controle de insetos, os OEs vêm se destacando. São substâncias complexas produzidas pelas plantas como parte de seus processos metabólicos secundários, que estão presentes em plantas para proteção e são acionados em caso de ataque por herbívoros ou patógenos, possuem baixa solubilidade aquosa e são altamente voláteis. Podem ser extraídos de diferentes órgãos vegetais, como por exemplo, raízes, caules, folhas, flores, sementes e frutos (Jugreet *et al.* 2020; Madbouly *et al.* 2015). Os

OEs possuem em sua composição compostos químicos divididos em dois grupos principais, o primeiro são hidrocarbonetos terpênicos, constituídos de monoterpenos e sesquiterpenos e o segundo são os compostos oxigenados, formados por aldeídos, álcoois, fenóis e ésteres (De Sousa *et al.* 2023).

Na constituição dos OEs pode-se encontrar mais de 100 componentes em diferentes concentrações (Ni *et al.* 2021; Pavićević, *et al.* 2017). Os compostos majoritários presentes nos OEs são geralmente os responsáveis pela ação inseticida. Esses compostos, que muitas vezes representam a maior parte da composição química dos óleos, podem atuar de forma direta ou indireta no controle de insetos, causando toxicidade, repelência e ou alterações comportamentais (De Menezes *et al.* 2020).

Os OEs podem ser utilizados por meio de misturas binárias, fazendo a junção de compostos individuais. Os constituintes presentes nos OEs em mistura podem interagir de forma aditiva, antagonica ou sinérgica. Quando ocorre o efeito aditivo, a combinação dos óleos essenciais resulta em um efeito equivalente à soma dos efeitos individuais de cada óleo essencial aplicado separadamente. No caso do efeito antagonico, a interação entre os OEs provoca uma redução no efeito inseticida, tornando-o menos eficiente do que os efeitos individuais de cada óleo. Por fim, no efeito sinérgico, a combinação dos OEs aumenta o efeito inseticida, tornando-o mais potente do que a ação de cada óleo isoladamente (Isman, 2021; Muturi *et al.* 2017). Essa forma de uso dos OEs é importante para diminuir a chance de seleção de populações de artrópodes pragas, pois desintoxicar um complexo de substâncias em é mais difícil para os insetos, tornando o controle mais eficaz (Akhtar *et al.* 2013; Alves, 2019; Da Silva *et al.* 2022; Muturi *et al.* 2017).

Algumas pesquisas demonstraram que a capacidade inseticida dos OEs advém dos compostos químicos majoritários atuando na fisiologia dos insetos, principalmente como inibidores da enzima acetilcolinesterase, modificadores do ácido gama-aminobutírico ou como ligantes no neurotransmissor dos receptores de octopamina (Jankowska *et al.* 2017; Lang *et al.* 2012; Rants'o *et al.* 2022). Além disso, apresentam impacto no crescimento, mortalidade, causam repelência ou afetam o comportamento alimentar, podendo ser fagodeterrentes e fagoestimulantes (Dimetry *et al.* 2019; Isman, 2020; Jankowska *et al.* 2019; Pang *et al.* 2020; Park *et al.* 2016; Rattan, 2010; Yousef *et al.* 2018).

Alguns OEs de plantas para o controle de insetos receberam aprovação para comercialização na América do Norte e Europa, com indícios de expansão para a América Latina (Isman, 2020; Isman *et al.* 2023). Essa aceitação reflete tanto a eficácia quanto o potencial sustentável dos OEs. Nesse contexto, o avanço das pesquisas tem contribuído para o

desenvolvimento de medidas de controle mais eficientes, em consonância com os princípios do manejo integrado de pragas.

Dentre as plantas que contêm metabólitos secundários com potencial para serem explorados como inseticidas botânicos visando ao controle de *S. frugiperda*, destacam-se as da família Lamiaceae, uma das mais diversas e amplamente distribuídas no mundo, composta por cerca de 220 gêneros e quase 4.000 espécies. Essa família é conhecida por sua riqueza em compostos bioativos, muitos dos quais possuem propriedades inseticidas. Dentre as espécies de relevância estão *Mentha piperita* L. e *Rosmarinus officinalis* L. (Isman, Machial, 2006; Mena *et al.* 2020; Naghibi *et al.* 2005).

### 2.3 Características de *M. piperita* e sua ação inseticida

A *M. piperita* comumente conhecida por hortelã-pimenta é uma planta aromática perene de origem indígena da Europa e do Médio Oriente, cultivada em muitas regiões do mundo (Abbaszadeh *et al.* 2009; Dai *et al.* 2009; Kadoglidou *et al.* 2023; Singh *et al.* 2015; Worwood, 2016). Trata-se de um híbrido derivado do cruzamento entre *Mentha aquatica* L. e *Mentha spicata* L.; apresenta altura variando de 50 a 90 cm, seu caule varia em coloração roxa, violeta ou acinzentado, suas folhas podem ser verdes claras ou escuras, pecíolos curtos, oblongo-ovais e folhas serrilhadas com margens finamente dentadas, as flores são roxas ou rosadas com pontas falsas com numerosas brácteas imperceptíveis e raramente produzem sementes e sua propagação ocorre por meio de seu rizoma, essa planta apresenta diversos compostos químicos como, ácido cafeico, flavonoides, polifenóis polimerizados, carotenos, tocoferóis, betaína, colina e taninos (Singh *et al.* 2015).

A produção global de *M. piperita* atinge aproximadamente 8.000 toneladas anualmente, sendo a Índia o maior produtor e exportador mundial de óleo de *M. piperita*. Entre os OEs, o de *M. piperita* é o mais utilizado devido seus diversos usos na indústria, onde é empregado para fins culinários, farmacêuticos e cosméticos. Ademais, várias pesquisas apontam o potencial inseticida do óleo essencial e seus compostos para o controle de vários insetos de grãos armazenados como *Tribolium castaneum* Herbst, 1797 (Coleoptera: Tenebrionidae), *Lasioderma serricorne* Fabricius, 1792 (Coleoptera: Anobiidae), *Liposcelis bostrychophila* bad. (Psocoptera: Liposcelididae), *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855 (Coleoptera: Curculionidae) e *Sitophilus oryzae* Linné, 1763 (Coleoptera: Curculionidae) (Balakrishnan, 2015; Kumar *et al.* 2011; Pang *et al.* 2020; Singh *et al.* 2015; Worwood, 2016).

### 2.4 Características de *R. officinalis* e sua ação inseticida

A espécie *R. officinalis* é uma planta medicinal conhecida popularmente por alecrim, originária dos países temperados da região mediterrânea. É um arbusto denso ramificado com flores brancas azuladas; é uma planta perene com cerca de 1 m de altura, suas folhas possuem 1–4 cm de comprimento e 2–4 mm de largura, são sésseis, coriáceas, lineares a linear-lanceoladas, com bordas curvas, face superior verde escura e granulosa e superfície inferior tomentosa, com nervura central proeminente (Kompelly *et al.* 2019). Esta planta apresenta diversos compostos químicos, incluindo cineol, eucaliptol, cânfora, borneol, além de fenóis, flavonoides e taninos, que possuem propriedades antioxidantes, antimicrobianas e anti-inflamatórias. Esses compostos têm sido amplamente pesquisados, principalmente por seus potenciais benefícios medicinais, incluindo aplicações no tratamento de doenças respiratórias e distúrbios digestivos. O alecrim tem despertado interesse crescente em pesquisas para o desenvolvimento de inseticidas botânicos para o controle de *Callosobruchus maculatus* Fabr. (Coleoptera: Bruchidae), *T. castaneum*, *S. zeamais* e *Culex pipiens* L. (Diptera: Culicidae) (Andrade *et al.* 2018; El-Sabroun *et al.* 2018; Jahanian *et al.* 2022; Kalinda *et al.* 2020).

## 2.5 Produtos fitossanitários: seletividade e manejo integrado de pragas

Os produtos utilizados em lavouras de milho visando o controle de *S. frugiperda* podem causar efeito letal sobre inimigos naturais, ou seja, matá-los; além disso, podem causar efeitos subletais ao interferir no ciclo biológico, afetando aspectos como a capacidade de parasitismo e de predação, duração da fase imatura, longevidade, razão sexual e emergência (Desneux *et al.* 2007).

Os inseticidas podem prejudicar os inimigos naturais pelo contato direto ou quando são aplicados em superfícies onde os insetos serão expostos durante o forrageamento ou pela ingestão de água e pólen contaminados (Khan *et al.* 2015). No entanto, alguns produtos podem ter características físico-químicas que os caracterizam como seletivos fisiologicamente, ou seja, controla o artrópode praga e causa menor impacto possível em insetos benéficos. Essa condição pode ocorrer devido aos processos de absorção, penetração, transporte, ativação e degradação dos inseticidas que é diferente em cada organismo; sendo assim, o produto pode ter efeitos negativos sobre a praga e pode não interferir em inimigos naturais (Carvalho *et al.* 2019; Degrande *et al.* 2002; Croft; Mullin, 1990; Ripeer, 1956).

A preservação dos inimigos naturais é fundamental para a produção agrícola, pois esses insetos regulam o crescimento populacional de artrópodes pragas em sistemas agrícolas. Dessa forma, produtos seletivos que afetem apenas o alvo deve ser preferido em programas de manejo integrado de pragas (Carvalho *et al.* 2019; Kaur *et al.* 2023; Lengai *et al.* 2020). Dentre os

insetos capazes de controlar biologicamente *S. frugiperda* em sistemas agrícolas, destaca a espécie *Trichogramma pretiosum* Riley, 1879 (Hymenoptera: Trichogrammatidae), que é um parasitoide de ovos dessa praga, amplamente conhecido por ser um dos principais inimigos naturais de artrópodes pragas em todo mundo (Cheng *et al.* 2018). No entanto, para o sucesso desse parasitoide em programas de manejo de *S. frugiperda*, é importante sua compatibilização com as demais medidas de controle, como por exemplo, produtos botânicos.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Os bioensaios foram realizados no Laboratório de Ecotoxicologia e Manejo Integrado de Pragas (LEMIP) junto do Departamento de Entomologia da Universidade Federal de Lavras (UFLA) e as análises cromatográficas no Laboratório de Fitoquímica e Controle de Qualidade do Horto de Plantas Medicinais da UFLA

#### 3.1 Criação dos insetos

Os insetos empregados nos bioensaios foram obtidos de criações estabelecidas no LEMIP, onde foram criados e multiplicados em salas climatizadas sob  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ , umidade relativa do ar de  $70 \pm 10\%$  e fotofase de 14 horas.

##### 3.1.1 Manutenção da criação de *S. frugiperda*

As lagartas de *S. frugiperda* foram criadas em dieta artificial (Greene *et al.*, 1976), composta pelos seguintes ingredientes: feijão branco, gérmen de trigo, proteína de soja, levedura de cerveja, caseína, ágar, solução vitamínica, formaldeído (40%), ácido sórbico, ácido ascórbico, nipagin (metilparahidroxibenzoato) e tetraciclina. Primeiramente, lagartas recém eclodidas foram colocadas em recipientes plásticos de 100 mL contendo 50 mL de dieta artificial; ao atingirem o terceiro instar, duas lagartas foram individualizadas em recipientes plásticos de 50 mL com 10 mL de dieta e vedados com tampas acrílicas. As lagartas foram mantidas em sala climatizada até se transformarem em pupas, quando foram sexadas e colocadas em gaiolas de cloreto de polivinila (PVC) de 10 cm de altura x 10 cm de diâmetro, na proporção de 10 fêmeas e 10 machos. Os adultos emergidos foram mantidos em gaiolas de PVC (20 cm de altura x 20 cm de diâmetro) tampadas com tecido tipo *voile* em suas extremidades e revestidas internamente com papel sulfite A4 que serviu como substrato de oviposição e obtenção de posturas. Foram alimentados com solução aquosa de mel a 10% v/v. As posturas foram retiradas diariamente e acondicionadas em placas de Petri (10 cm de diâmetro), dando início a um novo ciclo de desenvolvimento.

##### 3.1.2 Criação do parasitoide *T. pretiosum*

Ovos do hospedeiro alternativo *Ephestia kuehniella* (Zeller, 1879) (Lepidoptera: Pyralidae), foram aderidos em cartelas azuis (8 cm de comprimento x 6 cm de largura) por meio de fita dupla face e inviabilizados em câmara contendo lâmpada UV por 45 minutos, para não ocorrer eclosão de lagartas (Stein; Parra, 1987). As cartelas com os ovos inviabilizados foram colocadas em recipiente de vidro de 500 mL contendo parasitoides na proporção de 40 ovos

para cada fêmea, por 24 horas. Após esse período, as cartelas foram retiradas e transferidas para novos recipientes de vidro contendo gotas de mel puro em suas paredes para alimentar a prole, dando início a um novo ciclo de desenvolvimento.

### 3.2 Obtenção e caracterização dos OEs

Os OEs de *R. officinalis* e *M. piperita* foram obtidos da empresa Ferquima<sup>®</sup>, localizada em Vargem Grande Paulista - São Paulo, Brasil, que adota o método de destilação a vapor de folhas. Para garantir maior precisão nas informações sobre sua composição química, foram realizadas análises cromatográficas no Laboratório de Fitoquímica e Controle de Qualidade do Horto de Plantas Mediciniais. Essas análises permitiram a identificação dos compostos majoritários presentes nos óleos essenciais. Após a identificação, os compostos majoritários foram adquiridos comercialmente da empresa Sigma-Aldrich<sup>®</sup> e submetidos a testes para verificar se esses seriam responsáveis pela atividade inseticida.

A análise quantitativa dos OEs foi realizada por cromatografia gasosa usando um equipamento Agilent<sup>®</sup> acoplado a um detector de ionização em chama (GC-FID) em um sistema Agilent<sup>®</sup> 7890A equipado com coluna capilar HP5- 5% Phenyl methyl Silox (30 m de comprimento x 0,25 mm de diâmetro interno x espessura de filme de 0,25 µm) (Agilent J&W). Hélio foi utilizado como gás de arraste a 1,0 mL/min; as temperaturas do injetor e do detector foram mantidas em 250 °C e 280 °C, respectivamente. A temperatura inicial do forno foi programada a 60 °C, seguida de uma rampa de temperatura de 3 °C/min até 240 °C, seguida de uma rampa de 10 °C/min até 280 °C. O óleo foi diluído em acetato de etila (1% v/v) e injetado automaticamente no cromatógrafo utilizando um volume de injeção de 1,0 µL no modo de injeção dividida na proporção de 50:1. Para a quantificação foram utilizados os valores de área normalizada, expressos em porcentagem.

As análises qualitativas dos OEs foram realizadas por cromatografia gasosa acoplada a detector seletivo de massa (GC-MS), utilizando equipamento Agilent<sup>®</sup> 5975C operado por ionização por impacto eletrônico a 70eV em modo scan a uma velocidade de 1,0 scan/s, com aquisição de faixa de massa de 40-400m/z. As condições cromatográficas foram as mesmas utilizadas na análise quantitativa. Os constituintes químicos dos OE foram identificados por comparação dos seus índices de retenção relativos à co-injeção de uma solução padrão de *n*-alcanos (C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>, Sigma-Aldrich<sup>®</sup>, St. Louis, USA) e por comparação dos espectros de massas do banco de dados da biblioteca do National Institute of Standards and Technology (NIST, 2008) e de literatura (ADAMS, 2017). Os índices de retenção foram calculados usando-se a

equação de Van den Dool e Kratz (1963) e para as atribuições foram consultados índices de retenção citados em literatura (ADAMS, 2017; ТКАЧЁБ, 2008).

### **3.3 Estimativa de doses-resposta dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* para *S. frugiperda***

Inicialmente foi realizado um bioensaio prévio de toxicidade dos OEs de *R. officinalis* e *M. piperita* para *S. frugiperda*. Foi preparada uma solução de 100 mg de cada óleo que foram dissolvidos em 1 mL de acetona. Dessa solução retirou-se 1 µL que foi aplicado no dorso de lagarta com 72 horas de idade por meio de microseringa Hamilton® e, em seguida, foi individualizada em tubo de vidro (8,5 cm de altura x 2,5 cm de diâmetro), contendo um pedaço de dieta artificial. O delineamento foi inteiramente casualizado com três tratamentos e 100 repetições, sendo cada representada por uma lagarta. As avaliações de mortalidade foram realizadas à cada 24 horas ao longo de sete dias (Oliveira *et al.* 2018) após a aplicação dos tratamentos, sendo considerado inseto morto aquele que não respondeu ao toque de um pincel de cerdas macias. Por meio deste bioensaio foi estimada a dose capaz de matar 98% das lagartas.

Para a determinação da DL<sub>25</sub>, DL<sub>50</sub> e DL<sub>90</sub> foram atribuídas cinco concentrações estimadas por meio de progressão aritmética 5, 9, 16, 30 e 55 µg do OE µL<sup>-1</sup> de acetona. Em seguida, 1 µL de cada solução foi aplicado no dorso da lagarta de *S. frugiperda* com 72 horas de idade com auxílio de microseringa. As lagartas tratadas foram individualizadas em tubo de vidro contendo um pedaço de dieta artificial (1,0 de largura × 1,0 cm de comprimento × 2,0 cm de altura), o qual foi vedado com algodão hidrofílico. Foi utilizado delineamento inteiramente casualizado, com 11 tratamentos (dois OEs em cinco doses e o controle formado pela acetona), com 100 repetições, sendo cada formada por uma lagarta. As avaliações de mortalidade foram realizadas à cada 24 horas ao longo de sete dias após a aplicação dos tratamentos (Oliveira *et al.* 2018), sendo considerado inseto morto aquele que não respondeu ao toque de um pincel de cerdas macias.

### **3.4 Estimativa de doses-resposta dos compostos majoritários de *R. officinalis* e *M. piperita* para *S. frugiperda***

Os compostos majoritários presentes nos OEs foram adquiridos da empresa Sigma-Aldrich®. Para determinar a dose utilizada dos compostos majoritários, levou-se em consideração os seus percentuais obtidos a partir de análises cromatográficas por CG-EM e das DL<sub>50</sub> dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* para *S. frugiperda*. Foi utilizada a fórmula para aplicação dos compostos majoritários de forma proporcional:

$$CT = COE \times TCM (\%)$$

Em que: CT é a dose a ser testada, COE: dose do OE e TCM: Teor do composto majoritário presente no óleo em porcentagem (Lopes, 2020).

Após a determinação da DL<sub>50</sub>, foi avaliada a sobrevivência de *S. frugiperda* na DL<sub>50</sub> dos óleos essenciais, assim como dos componentes majoritários mentol (*M. piperita*) e 1,8-cineol (*R. officinalis*). Baseando-se na DL<sub>50</sub> e na análise cromatográfica a quantidade do composto majoritário utilizado foi de 27,27 µg/µL de mentol e de 28,36 µg/µL de 1,8-cineol. O óleo essencial puro foi solubilizado em 1 mL de acetona, correspondente a DL<sub>50</sub> dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis*, além disso, os majoritários também foram diluídos para comparação de seus efeitos.

Aplicou-se 1 µL das soluções no dorso de cada lagarta por meio de microseringa. O delineamento foi inteiramente casualizado, com 100 lagartas para cada tratamento, sendo cada representada por uma lagarta individualizada em tubo de vidro contendo dieta artificial. Avaliaram-se as mortalidades em 4 horas, ou seja, 240 minutos, a avaliação procedeu a cada 15 minutos, após aplicação dos tratamentos, sendo considerando inseto morto aquele que não respondeu ao toque de um pincel de cerdas macias.

### 3.5 Efeito da mistura binária dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* sobre *S. frugiperda*

Para o bioensaio da mistura binária dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis*, desenvolveu-se a solução contendo a mistura na proporção de 1:1 em suas respectivas DL<sub>25</sub>, foi utilizada essa subdose para a melhor visualização do efeito das misturas. Além da mistura, os OEs foram utilizados e avaliados separadamente, acetona foi o tratamento controle. De cada solução, retirou-se 1 µL que foi aplicado no dorso da lagarta de *S. frugiperda* com 72 horas de idade, com auxílio de microseringa. Em seguida, as lagartas foram individualizadas em tubo de vidro contendo um pedaço de dieta artificial (1,0 de largura × 1,0 cm de comprimento × 2,0 cm de altura), o qual foi vedado com algodão hidrófilo. O delineamento utilizado foi inteiramente casualizado, com 4 tratamentos e o controle e 100 repetições, sendo cada formada por uma lagarta. As avaliações de mortalidade foram realizadas à cada 24 horas ao longo de sete dias, após a aplicação dos tratamentos. Para avaliar a interação entre os OEs, foram consideradas as mortalidades observada e esperada. As mortalidades foram calculadas de acordo com as fórmulas de Ribeiro *et al.* (2023):

$$\text{Mortalidade esperada (ME)} = \left[ \text{MOA} + \text{MOB} \times \left( 1 - \frac{\text{MOA}}{100} \right) \right]$$

Em que ME = mortalidade esperada de MOA e MOB = mortalidades observadas usando os compostos A e B, respectivamente.

Os efeitos das misturas binárias foram classificados comparando-se o  $X^2_{\text{calculado}}$  ao  $X^2_{\text{tabelado}}$  ( $X^2_{\text{tabelado}} = 3,84$ ; G.L. = 1;  $\alpha = 0,05$ ). O  $X^2_{\text{calculado}}$  foi obtido por meio da seguinte fórmula:

$$X^2_{\text{calculado}} = \left( \frac{MOAB - ME}{ME} \right)^2$$

A mistura dos OEs pode resultar em três efeitos: sinérgico, aditivo ou antagônico. Quando o valor de  $X^2_{\text{calculado}}$  for  $< 3,84$ , o efeito da mistura binária será aditivo. Quando o valor de  $X^2_{\text{calculado}}$  for  $> 3,84$ , o efeito poderá ser sinérgico ou antagônico. Nesse caso, as mortalidades esperadas e observadas das misturas binárias deverão ser avaliadas. Se a mortalidade observada for maior que a mortalidade esperada, o efeito da mistura binária será classificado como sinérgico; ao passo que, se a mortalidade observada for menor que a mortalidade esperada, o efeito da mistura binária será classificado como antagônico (Fouad *et al.*, 2023; Hummelbrunner e Isman, 2001).

### 3.6 Efeito dos OEs sobre *T. pretiosum* em sua fase imatura

Foi avaliado os efeitos dos OEs em suas  $DL_{50}$  para o parasitoide no período ovo-larva, e na fase de pré-pupa e pupa. Utilizou-se acetona como tratamento controle. Para cada tratamento, foram individualizadas 30 fêmeas recém emergidas em tubos de vidro (2,5 cm de diâmetro  $\times$  8,0 cm de altura) contendo gotícula de mel em seu interior para alimentação dos parasitoides.

Cartelas com aproximadamente 125 ovos inviabilizados de *E. kuehniella* foram expostas para cada fêmea durante um período de 24 horas. Em seguida, as fêmeas foram retiradas dos tubos, e os ovos supostamente parasitados foram usados para conduzir o bioensaio de acordo com cada estágio de desenvolvimento do parasitoide. Essas cartelas com os ovos do hospedeiro alternativo contendo os parasitoides no período Ovo-larva (24-48 h após parasitismo), pré-pupa (72-96 h após o parasitismo) e pupa (168-192 h após o parasitismo) (Cônoli *et al.* 2001), foram imersas por 5 segundos nas soluções contendo a concentração correspondente à  $DL_{50}$  (determinada no subitem 3.5) de cada óleo. Após evaporação do solvente, as cartelas foram acondicionadas em tubos de vidro que foram vedados com filme plástico PVC com pequenos orifícios para permitir trocas gasosas. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado com 30 repetições por tratamento, sendo cada representada por 3 cartelas contendo ovos do hospedeiro parasitados. Avaliou-se o número de parasitoides emergidos.

### 3.7 Efeito dos OEs sobre *T. pretiosum* em sua fase adulta

Para avaliar os efeitos dos óleos essenciais sobre adultos de *T. pretiosum*, fêmeas com 48 horas de idade foram individualizadas em tubos de vidro contendo gotícula de mel puro em sua parede interna para alimentação do parasitoide. Em seguida, cartelas contendo aproximadamente 125 ovos de *E. kuehniella* não parasitados foram imersas por 5 segundos em solução contendo a dose correspondente à DL<sub>50</sub> dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* estimadas para *S. frugiperda* no bioensaio de aplicação tópica (subitem 3.3). O tratamento controle foi formado de apenas acetona. Após eliminação do excesso de solução da superfície dos ovos, foram ofertados às fêmeas em tubos de vidro por um período de 24 horas. Logo após, os parasitoides foram retirados dos tubos e as cartelas foram mantidas para avaliação do número de ovos parasitados. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado com três tratamentos (DL<sub>50</sub> óleo de menta, DL<sub>50</sub> óleo de alecrim e acetona) e 30 repetições por tratamento, sendo cada formada por uma fêmea. Foram avaliados a mortalidade os números de ovos parasitados e de insetos emergidos.

### 3.8 Efeito da ingestão de mel tratado com os OEs sobre fêmeas de *T. pretiosum*

Para a bioensaio de ingestão de mel tratado com óleos essenciais, foi preparada uma solução contendo 1 mL de acetona com a concentração correspondente a DL<sub>50</sub> dos óleos essenciais de *M. piperita* e *R. officinalis*, previamente determinada no bioensaio tópico para *S. frugiperda* (subitem 3.3). Em seguida, cada solução foi misturada com 1 mL de mel puro e homogeneizado, resultando em tratamentos de mel contaminado com os óleos essenciais. Para o tratamento controle, utilizou-se uma mistura de acetona e mel puro. Fêmeas do parasitoide com até 48 horas de idade foram individualizadas em tubos de vidro, contendo gotículas de mel contaminadas com os tratamentos em suas paredes internas para alimentação dos insetos. Às 24 horas da exposição das fêmeas ao mel contaminado, ofereceu-se à cada uma cartela contendo ovos de *E. kuehniella* ( $\cong$  125 ovos) para parasitismo durante 24 horas. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado com 30 repetições por tratamento. Avaliou-se a mortalidade o número de ovos parasitados e o número de insetos emergidos.

### 3.9 Análises estatísticas

Para determinar a dose letal mediana (DL<sub>50</sub>) os dados de mortalidade foram submetidos à análise Logit, utilizando-se o pacote drc (RITZ et al., 2015). Os dados relativos à sobrevivência dos insetos, ao longo do tempo, foram analisados por meio do estimador não

paramétrico de Kaplan–Meier e submetidos ao teste de log-rank por meio do pacote survival (Therneau, 2013). As curvas de sobrevivência foram comparadas pelo teste de comparação múltipla de pairwise para ser estimado o tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>) para cada tratamento. Foram utilizados modelos lineares generalizados GLM (Nelder; Wedderburn, 1972) para análise dos dados de parasitismo, e de emergência dos parasitoides. A comparação de médias foi realizada pelo teste de Tukey ( $p = 0,05$ ) especialmente desenhada para GLM do pacote Multcomp (Hothorn; Bretz; Westfall, 2008). Todas as análises foram realizadas com auxílio do software estatístico R® (R CORE TEAM, 2024).

## **4 RESULTADOS**

### **4.1 Obtenção e caracterização dos OEs**

O principal constituinte químico do OE de *M. piperita* foi o mentol, com 41,96%, seguido da mentona com 27,93% da composição química total, enquanto para *R. officinalis*

foram o 1,8-cineol e a cânfora que representaram 50,78% e 15,85%. Observou-se os monoterpenos oxigenados foram os grupos de maior percentual nos OEs de *M. piperita*. (Tabela 1).

**Tabela 1** – Caracterização dos principais compostos dos óleos essenciais de *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis* obtidos por cromatografia gasosa em espectrômetro de massas (CG-MS)

Constituinte químico	IR <sub>C</sub>	IR <sub>L</sub>	<i>M. piperita</i> (%)	<i>R. officinalis</i> (%)
α-pineno	931	932	0,97	13,74
Sabineno	971	969	0,3	-
β-pineno	974	974	1,32	7,63
Ni	995	-	0,12	-
α-terpineno	1015	1014	0,24	0,16
<i>p</i> -cimeno	1022	1020	0,21	1,03
Limoneno	1026	1024	2,09	-
1,8-cineol	1029	1026	5,49	<b>50,78</b>
Mentona	1153	1148	<b>27,93</b>	-
<i>iso</i> -mentona	1162	1159	9,11	-
Mentol	1175	1175	<b>41,96</b>	-
<i>iso</i> -mentol	1181	1184	0,26	-
α-terpineol	1189	1186	0,34	0,83
Pulegona	1236	1233	1,12	-
Piperitona	1250	1249	0,63	-
acetato de mentila	1294	1295	5,29	-
Elixeno	1333	1335	0,24	-
(E)-cariofileno	1413	1417	2,16	3,37
Ni	1475	-	0,24	-
Canfeno	945	946	-	2,51
Mirceno	990	988	-	0,72
α-felandreno	1004	1002	-	0,09
γ-terpineno	1055	1054	-	0,23
Terpinoleno	1086	1086	-	0,12
Linalol	1100	1095	-	0,89
Cânfora	1141	1141	-	<b>15,85</b>
Borneol	1161	1165	-	1,12
Ni	1164	-	-	0,15
terpinen-4-ol	1174	1174	-	0,27
α-terpineol	1188	1186	-	0,83
				"continua"
"conclusão"				
acetato de isobornila	1283	1283	-	0,13
(E)-cariofileno	1413	1417	-	3,37
Constituinte químico	IR <sub>C</sub>	IR <sub>L</sub>	<i>M. piperita</i> (%)	<i>R. officinalis</i> (%)
α-humuleno	1447	1452	-	0,15

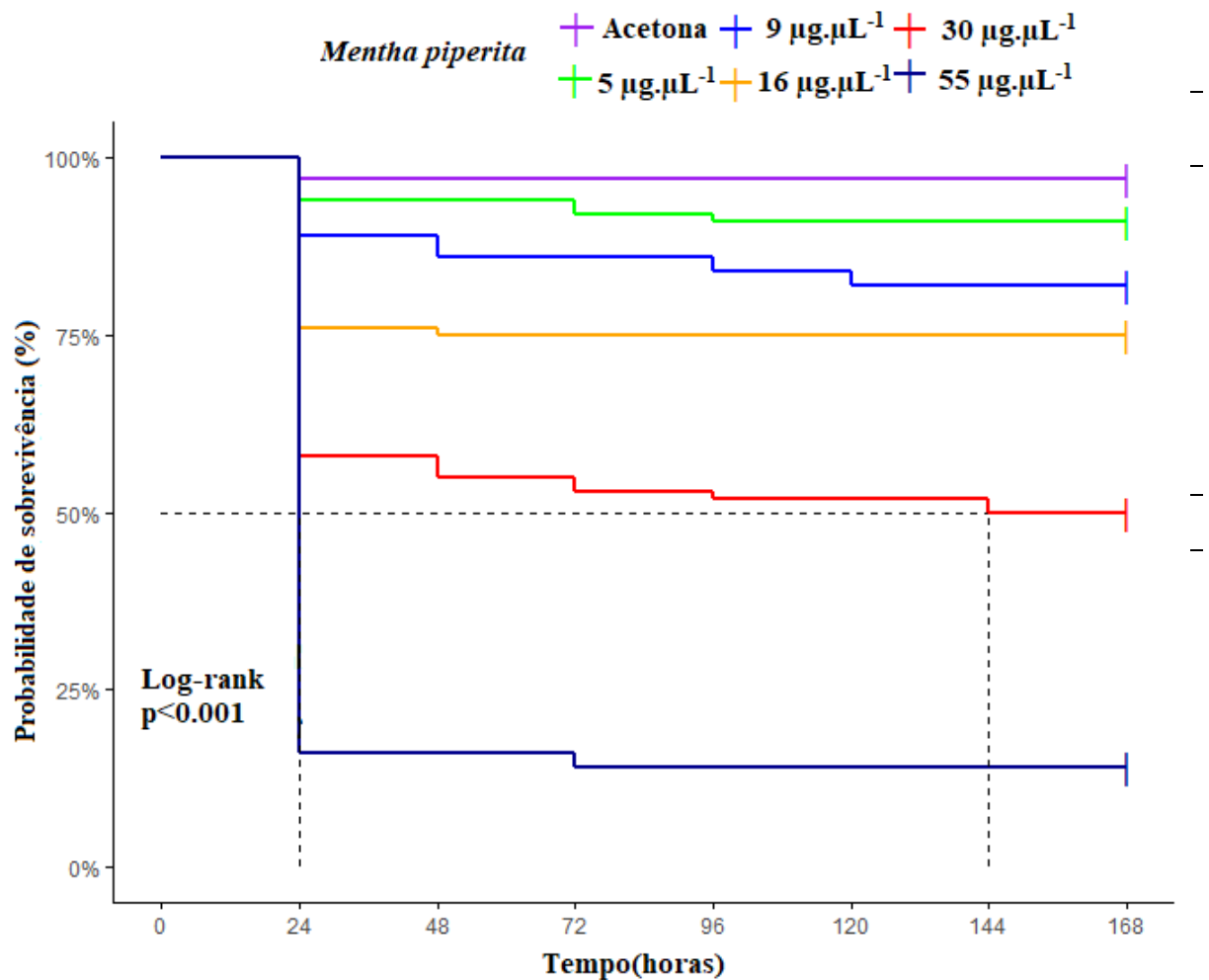
Monoterpenos hidrocarbonetos	3,81	26,24
Monoterpenos oxigenados	92,12	69,87
Sesquiterpenos hidrocarbonetos	2,4	3,52
Não identificado (ni)	0,35	0,15
<b>TOTAL</b>	<b>98,68</b>	<b>99,78</b>

**IR<sub>c</sub>**: Índice de retenção calculado relativo à série *n*-alcanos (C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>) em coluna HP-5MS na ordem de eluição. **IR<sub>L</sub>**: Índice de retenção relatado na literatura (ADAMS, 2017; ТКАЧЁВ, 2008). **ni**: não identificado.

#### 4.1 Estimativa da dose-resposta dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* para *S. frugiperda*

A probabilidade de sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda* submetidas ao óleo essencial de *M. piperita* diminuiu proporcionalmente com o aumento da concentração do OE (Figura 1; Tabela 4). O tratamento controle manteve 97% de sobrevivência durante todo o tempo de avaliação e, portanto, não afetou negativamente a sobrevivência. Para a dose de 5 µg/µL, a probabilidade de sobrevivência permaneceu alta, com apenas redução de 6,2% ao longo do tempo em comparação ao controle. Nas doses de 9 µg/µL e 16 µg/µL, a redução na sobrevivência foi mais acentuada, mas ainda menor em comparação com doses mais altas. Na dose de 30 µg/µL, o Tempo Letal Mediano (TL<sub>50</sub>) foi alcançado com 144 horas, enquanto a de 55 µg/µL a mortalidade foi mais rápida, com probabilidade de sobrevivência de 16% em 24 horas (Figura 1; Tabela 2). O teste Log-Rank, com  $p < 0,0001$  indicou diferenças entre as curvas, confirmando que a sobrevivência diminuiu proporcionalmente ao aumento das doses do óleo essencial.

**Figura 1** – Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica de diferentes doses do óleo essencial de *Mentha piperita*

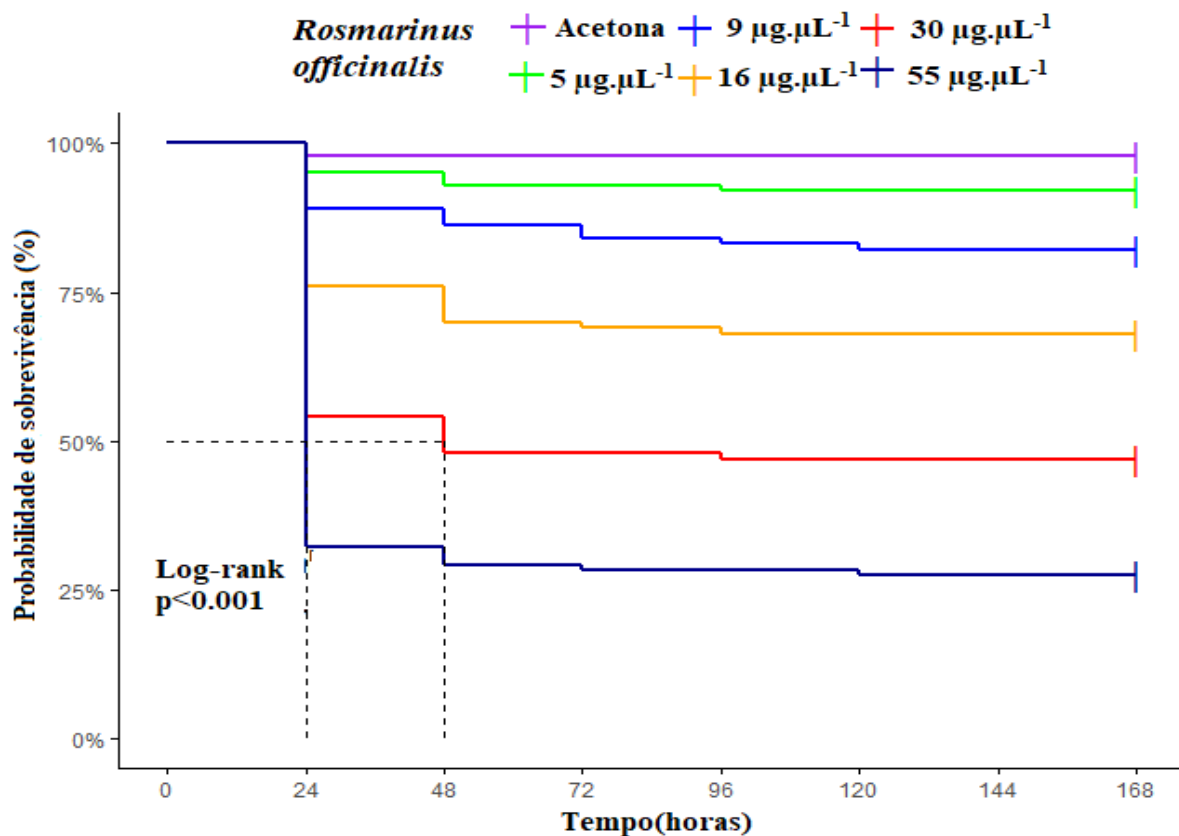


**Tabela 2** – Probabilidade de sobrevivência e tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>) de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica do óleo essencial de *Mentha piperita*. Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (comparação de Pairwise e teste de Log-Rank).

Observa-se na Figura 2 e Tabela 3 que o tratamento controle apresentou 98% de sobrevivência durante todo o período do bioensaio, o que demonstra que a acetona não afetou negativamente a sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda*. As lagartas tratadas topicamente com 5  $\mu\text{g}$  do OE de *R. officinalis*/ $\mu\text{L}$  de acetona tiveram pouca redução na probabilidade de sobrevivência ao longo do tempo. Na dose de 9  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  a sobrevivência diminuiu de forma mais evidente, mas ainda permaneceu relativamente alta. Na dose de 16  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ , o OE causou toxicidade moderada, com um declínio gradual na sobrevivência. Quanto às doses de 30  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  e 55  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  observou-se toxicidade significativa, com a sobrevivência reduzida drasticamente. Referente à dose de 30  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ , o TL<sub>50</sub> foi alcançado com 48 horas, enquanto na dose de 55  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  a mortalidade foi mais rápida, com probabilidade de sobrevivência de 27,0% em 24 horas (Figura 2; Tabela 3). O teste Log-Rank, com  $p < 0,0001$ , indicou diferenças entre as curvas, o

que confirma que a sobrevivência diminuiu proporcionalmente com o aumento da concentração do OE.

**Figura 2** – Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica de diferentes doses do óleo essencial de *Rosmarinus officinalis*



**Tabela 3** – Probabilidade de sobrevivência e tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>) de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica do óleo essencial de *Rosmarinus officinalis*

<i>Rosmarinus officinalis</i> (µg.µL <sup>-1</sup> )	Probabilidade de sobrevivência (%) ± EP)	Tempo médio letal (TL <sub>50</sub> - horas)
Controle (acetona)	98,0 ± 1,40 a	> 168
5,0	92,0 ± 2,71 ab	> 168
9,0	82,0 ± 3,38 c	> 168
16,0	68,0 ± 4,60 c	> 168
30,0	50,0 ± 5,00 d	48
55,0	27,0 ± 4,30 d	24

$$\chi^2 = 193; \text{d.f} = 5; \text{p} < 0.001$$

Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (comparação de Pairwise e teste de Log-Rank).

A DL<sub>50</sub> estimada para o OE de *M. piperita* foi de  $27,27 \pm 1,98 \mu\text{g. mL}^{-1}$ , enquanto que a DL<sub>25</sub> e a DL<sub>90</sub> foram de  $13,67 \pm 1,11 \text{ mg/mL}$  e  $108,40 \pm 18,38 \text{ mg/mL}$ . Quanto ao OE de *R. officinalis* a DL<sub>50</sub> foi de  $28,36 \pm 2,25 \text{ mg/mL}$ , a DL<sub>25</sub> foi de  $13,32 \pm 1,16 \mu\text{g. mL}^{-1}$  e a DL<sub>90</sub> de  $128,59 \pm 25,07 \text{ mg/mL}$ . Os resultados demonstram que ambos os óleos apresentam toxicidade significativa (Tabela 4).

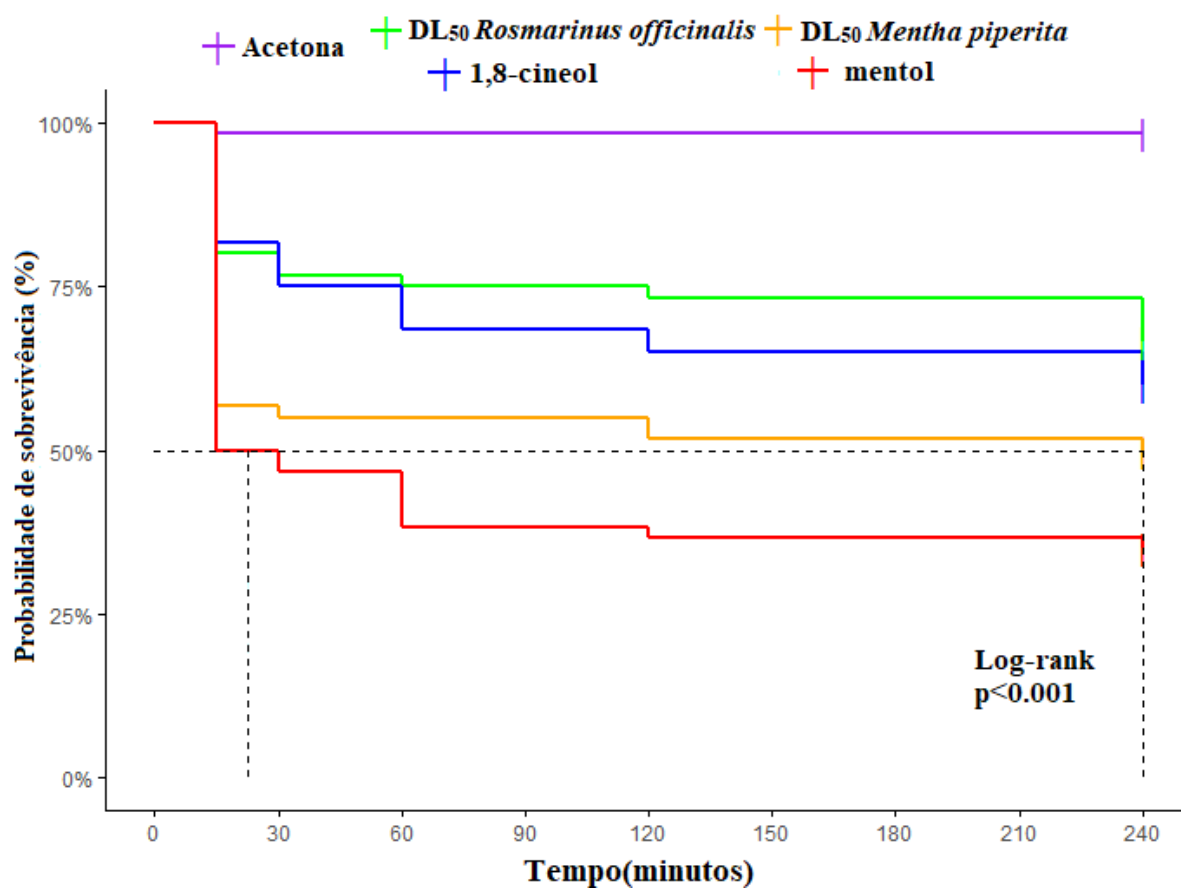
**Tabela 4** – Estimativa de DL<sub>25</sub>, DL<sub>50</sub> e DL<sub>90</sub> para *Spodoptera frugiperda* dos óleos essenciais de *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis*

OE	N	X <sup>2</sup>	P	b	e	DL <sub>25</sub> ( $\mu\text{g. mL}^{-1}$ )	DL <sub>50</sub> ( $\mu\text{g. mL}^{-1}$ )	DL <sub>90</sub> ( $\mu\text{g. mL}^{-1}$ )
<i>M. piperita</i>	100	3,750	0,289	-1,592	27,27	$13,67 \pm 1,11$	$27,27 \pm 1,98$	$108,40 \pm 18,38$
<i>R. officinalis</i>	100	1,827	0,609	-1,454	28,36	$13,32 \pm 1,16$	$28,36 \pm 2,25$	$128,59 \pm 25,07$

#### 4.2 Estimativa da dose-resposta dos compostos majoritários de *R. officinalis* e *M. piperita* para *S. frugiperda*

O composto majoritário mentol foi o mais tóxico para lagartas de *S. frugiperda* em comparação com o OE de *M. piperita* e os demais tratamentos, com probabilidade de sobrevivência de 35,0% (Figura 3; Tabela 5). A sobrevivência de lagartas de *S. frugiperda* tratadas com os OE de *R. officinalis* e o majoritário 1,8-cineol variou de 60,0% a 66,0% em 240 horas.

**Figura 3** – Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica dos óleos essenciais de *Rosmarinus officinalis* e *Mentha piperita* e seus compostos majoritários, 1,8-cineol e mentol



**Tabela 5** – Probabilidade de sobrevivência e tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>) de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica dos óleos essenciais de *Rosmarinus officinalis* e *Mentha piperita* e seus compostos majoritários, 1,8-cineol e mentol

Tratamento	Probabilidade de sobrevivência (% ± EP)	Tempo médio letal (TL <sub>50</sub> - minutos)
Controle (acetona)	98,3 ± 1,00 a	> 240
DL <sub>50</sub> de <i>R. officinalis</i>	66,0 ± 6,00 b	240
1,8-cineol	60,0 ± 6,00 b	240
DL <sub>50</sub> <i>M. piperita</i>	50,0 ± 6,00 b	240
Mentol	35,0 ± 6,00 c	30

$\chi^2 = 57.1$ ; d.f = 4; p<0.001

Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (comparação de Pairwise e teste de Log-Rank).

#### 4.3 Efeitos da mistura binária dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* sobre *S. frugiperda*

A mistura binária dos OEs de *M. piperita* (MOa) e de *R. officinalis* (MOb) resultou em um efeito aditivo, visto que sua combinação causou mortalidade próxima à soma dos efeitos individuais de cada um (Tabela 6). Se o valor  $X^2 < 3,84$ , então o efeito é aditivo ou então o valor  $X^2 > 3,84$  mostra ação sinérgica (MOab > ME ou antagonica (MOab < ME).

**Tabela 6** – Efeito da mistura binária na DL<sub>25</sub> para *Spodoptera frugiperda* dos óleos essenciais de *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis*

Mistura Binária	Razão	Mortalidade				X <sup>2</sup>	Inferência
		Isolado		Mistura			
		MO <sub>a</sub>	MO <sub>b</sub>	ME	MO <sub>ab</sub>		
<i>M. piperita</i> e <i>R. officinalis</i>	1:1	23	27	43,79	50	0,88	Aditivo

MO<sub>a</sub> e MO<sub>b</sub> representam mortalidades observadas do primeiro e segundo composto; ME e MO<sub>ab</sub> representaram mortalidades esperada e observada. O valor X<sup>2tab</sup> (df = 1 e  $\alpha = 0,05$ ) é 3,84.

#### 4.4 Efeitos dos OEs sobre *T. pretiosum* em sua fase imatura

Quando ovos do hospedeiro contendo o parasitoide no período de ovo-larva e na fase de pré-pupa e pupa foram tratados com o OE de *M. piperita* na DL<sub>50</sub> para *S. frugiperda*, houve diferença do controle e do OE de *R. officinalis* (Tabela 7).

**Tabela 7** – Efeitos dos óleos essenciais de *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis* na emergência de *Trichogramma pretiosum* quando aplicados em ovos do hospedeiro alternativo contendo o parasitoide no período de ovo-larva e nas fases de pré-pupa e pupa e redução

Tratamento	Ovo-larva	Redução (%) <sup>1</sup>	Pré-pupa	Redução (%) <sup>1</sup>	Pupa	Redução (%) <sup>1</sup>
Controle (acetona)	100,0 ± 0,00 a	-	100,0 ± 0,00 a	-	100,0 ± 0,00 a	-
DL <sub>50</sub> - <i>R. officinalis</i>	99,4 ± 0,34 a	0,60	99,6 ± 3,90 a	0,00	98,2 ± 0,51 a	1,80
DL <sub>50</sub> - <i>M. piperita</i>	97,8 ± 0,57 b	2,20	00,0 ± 0,0 b	100,00	85,1 ± 4,11 b	14,90

\*Médias (± EP) seguidas pela mesma letra, minúscula na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). <sup>1</sup>Porcentagem média de redução na emergência =  $100 - [(emergência\ do\ tratamento / emergência\ no\ controle) * 100]$ .

#### 4.5 Efeitos dos OEs sobre *T. pretiosum* em sua fase adulta

A mortalidade das fêmeas de *T. pretiosum* que tiveram contato com ovos do hospedeiro tratados com óleos essenciais não diferiu da observada no controle. Da mesma forma, não houve diferença no número de ovos parasitados entre o controle e os tratamentos quando as fêmeas foram expostas a ovos contaminados de *Ephestia kuehniella*. Os óleos essenciais não afetaram a capacidade de parasitismo nem a taxa de emergência dos parasitoides após a exposição das fêmeas aos ovos (Tabela 8).

**Tabela 8** – Mortalidade (média ± erro padrão), número de ovos parasitados (média ± erro padrão), redução de parasitismo, emergência e redução de emergência de fêmeas de *Trichogramma pretiosum* que entraram em contato com ovos de *E. kuehniella* tratados com *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis*

Tratamento	Mortalidade (%)	Número de ovos parasitados (Média ± EP)	Redução de parasitismo (%) <sup>1</sup>	Emergência (% ± EP)	Redução da emergência (%) <sup>1</sup>
Controle (acetona)	6,67 ± 1,38 a	14,2 ± 1,76 a	-	98,2 ± 0,86 a	-
DL <sub>50</sub> - <i>R. officinalis</i>	10,0 ± 1,67 a	10,8 ± 1,83 a	23,9	96,9 ± 1,12 a	1,32
DL <sub>50</sub> - <i>M. piperita</i>	13,3 ± 1,86 a	12,9 ± 1,89 a	9,15	97,9 ± 0,70 a	0,3

<sup>1</sup>Redução (R) = 100 - [(porcentagem média geral do tratamento com inseticida/ porcentagem média geral no controle negativo) x 100]. Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ).

#### 4.6 Efeitos da ingestão de mel tratado com os OEs sobre fêmeas de *T. pretiosum*

A mortalidade das fêmeas de *T. pretiosum* que foram alimentadas de mel contaminado com os OEs não diferiram do controle. As fêmeas de *T. pretiosum* que se alimentaram de mel contaminado com o OE de *M. piperita* apresentaram menor número de ovos parasitados, enquanto o OE de *R. officinalis* não se diferiu do controle. Os óleos essenciais não afetaram a capacidade de parasitismo nem a taxa de emergência dos parasitoides após a exposição das fêmeas aos ovos (Tabela 9).

**Tabela 9** – Mortalidade (média ± erro padrão), número de ovos parasitados (média ± erro padrão), redução de parasitismo, emergência e redução de emergência de fêmeas de *Trichogramma pretiosum* alimentadas com mel contaminado com *Mentha piperita* e *Rosmarinus officinalis*

Tratamento	Mortalidade (%)	Número de ovos parasitados (Média ± EP)	Redução de parasitismo (%) <sup>1</sup>	Emergência (% ± EP)	Redução da emergência (%) <sup>1</sup>
Controle (acetona)	3,45 ± 0,25 a	30,0 ± 1,75 a	-	100,0 ± 0,00 a	-
DL <sub>50</sub> - <i>R. officinalis</i>	13,3 ± 0,34 a	28,7 ± 0,95 a	4,33	98,5 ± 0,43 a	1,5
DL <sub>50</sub> - <i>M. piperita</i>	13,3 ± 0,34 a	22,3 ± 3,39 b	25,6	97,8 ± 0,93 a	2,2

<sup>1</sup>Redução (R) = 100 - [(porcentagem média geral do tratamento com inseticida/ porcentagem média geral no controle negativo) x 100]. Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ).

## 5 DISCUSSÃO

Plantas da família Lamiaceae vêm demonstrando potencial para o controle de pragas agrícolas, devido à presença de compostos bioativos secundários encontrados em seus OEs (Ali *et al.* 2024; Islam *et al.* 2022; Yang *et al.* 2023). Nesta pesquisa, os OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* demonstraram potencial inseticida contra *S. frugiperda*. A dose letal mediana (DL<sub>50</sub>) do óleo essencial de *M. piperita* foi de  $27,27 \pm 1,98 \mu\text{g}^{-1}$  do OE/ $\mu\text{L}$  de acetona e para *R. officinalis* foi  $28,36 \pm 2,25 \mu\text{g}/\mu\text{L}^{-1}$ , o que demonstra potencial no controle desse noctuídeo, sendo comparáveis ou superiores a outros inseticidas botânicos descritos em literatura, como o OE de *Ocimum basilicum* L. com DL<sub>50</sub> de 38,21  $\mu\text{g}/\text{lagarta}$ , *Duguetia lanceolata* A.St.-Hil. com DL<sub>50</sub> de 38,33  $\mu\text{g}/\text{lagarta}$  e *Lippia sidoides* Cham. com DL<sub>50</sub> de 28,43  $\mu\text{g}/\text{lagarta}$  (Bibiano *et al.* 2022; De Paula Rosetti *et al.* 2023; Lima *et al.* 2020).

A ação dos OEs no organismo dos insetos é atribuída à capacidade de seus compostos penetrarem no tegumento e alcançarem a hemolinfa. Uma vez no organismo esses compostos podem atuar em neurotransmissores, enzimas e canais de transmissão sináptica, como os canais de cloro controlados pelo ácido gama-aminobutírico (GABA), os receptores nicotínicos de acetilcolina e as enzimas acetilcolinesterase (AChE) e butirilcolinesterase (BuChE) (Ebadollahi *et al.* 2020; Isman *et al.* 2017). Além disso, os OEs podem atuar sobre os receptores de octopamina, que são exclusivos de invertebrados (Jankowska *et al.* 2016). Essa especificidade destaca os OEs estudados no presente trabalho como uma ferramenta promissora e segura para o controle de *S. frugiperda*.

A utilização do OE de *M. piperita* apresentou potencial de toxicidade para *S. frugiperda*. Essa toxicidade pode ser atribuída pela atuação deste óleo essencial na enzima acetilcolinesterase (AChE) um componente essencial no sistema nervoso dos insetos, que desempenha um papel crucial na regulação da sinalização neural. AChE atua nas junções pós-sinápticas, hidrolisando rapidamente a acetilcolina (ACh) em ácido acético e colina, interrompendo a transmissão do impulso nervoso e garantindo o controle muscular adequado do inseto (Isman *et al.*, 2017; Park *et al.*, 2016; Rants'o *et al.*, 2022).

Os OEs podem apresentar efeitos neurotóxicos ao alterar a atividade da AChE, seja aumentando sua atividade ou inibindo. O aumento na atividade da AChE foi observado em lagartas de *Phthorimaea absoluta* Meyrick, 1917 (Lepidoptera: Gelechiidae) tratadas com OE de *M. piperita* e o composto majoritário mentol (Prasannakumar *et al.*, 2023). Por outro lado, a inibição da AChE foi observada em larvas do mosquito *Culex pipiens* Linnaeus, 1758 (Diptera: Culicidae) tratadas o OE de *M. piperita*. Essa inibição da AChE provoca o acúmulo de acetilcolina na sinapse, resultando em superestimulação da membrana pós-sináptica nos

neurônios. Isso causa contrações musculares descontroladas e rápidas, comprometendo o funcionamento neural das larvas e levando-as à morte (Anderson *et al.* 2012; Kharoubi *et al.* 2021). De forma semelhante, a inibição da AChE foi observada em *S. oryzae* e *T. castaneum* quando tratados com o OE de *M. piperita* e mentol (Rajkumar *et al.* 2019).

Os resultados obtidos na presente pesquisa corroboram com aqueles verificados em alguns trabalhos de pesquisa, onde foi identificado o mentol como componente principal do OE de *M. piperita*, com concentração de 41,0%, seguido por mentona que representou 21,0% e 24,0% da composição (Palacios *et al.* 2009; Samarasekera *et al.* 2008). De acordo com Kalemba (2019) e Soltanbeigi *et al.* (2021) os efeitos tóxicos de *M. piperita* podem ser atribuídos à ação dos seus componentes majoritários mentol e mentona, que são hidrocarbonetos terpenos cíclicos e estão presentes em maiores quantidades no OE, com médias percentuais de 1 de 20–60% e 5–35%. A variação desse composto é decorrente das diferentes condições de produção, como época de colheita, localização geográfica, fatores sazonais e tempo de armazenamento; sendo que essa variação pode interferir na ação inseticida do óleo.

No presente trabalho o mentol parece ser o maior responsável pela atividade inseticida do OE de *M. piperita*, visto que provocou efeito mais rápido e severo sobre *S. frugiperda*, reduzindo a probabilidade de sobrevivência para 50,0% das lagartas em menos de 30 minutos, tornando-se mais tóxico que o OE de *M. piperita*. Esses resultados confirmam aqueles de Jankowska *et al.* (2019), os quais utilizaram o mentol como potencializador do efeito inseticida do bendiocarbe para a barata *Periplaneta americana* L. (Blattodea: Blattidae). Foi constatado aumento da eficácia desse inseticida, o que ocorreu devido à ação da mistura dessas substâncias, que potencializaram ação junto aos receptores do neurotransmissor octopamina.

Quanto aos efeitos do OE de *R. officinalis* e 1,8-cineol, Trombin *et al.* (2022) observaram que *Drosophila suzukii* Mat. (Diptera: Drosophilidae) exibiram tremores e hiperextensão das pernas e abdômen, seguidos de paralisia e, conseqüente, morte após contato com esses compostos. O efeito deletério foi atribuído à difusão desses compostos através da membrana celular na regulação de neurotransmissores como GABA, octopamina e AChE, pois foram observadas alterações neurotóxicas no cérebro dos insetos como a condensação da cromatina, degeneração vacuolar e granulação citoplasmática, que indicam danos celulares, o que causa perda da função neurológica. De maneira semelhante, reações atribuídas à inibição da AChE foram observadas em *C. maculatus* tratados com OE de *R. officinalis*. Neste caso, alterações na atividade enzimática causaram a interrupção da transmissão colinérgica nos gânglios da cabeça e na medula nervosa ventral, resultando em atividade reduzida e movimento descoordenado nas pernas dos insetos (Krzyżowski *et al.* 2020).

Abdelgaleil *et al.* (2009) avaliaram a influência de monoterpenos como o 1,8-cineol para em *S. oryzae* e *T. castaneum*, e constataram que esse composto foi um dos mais eficazes na inibição da atividade da AChE. Foi observado no presente trabalho que tanto o óleo essencial quanto seu composto majoritário apresentaram  $TL_{50}$  semelhantes; entretanto, o 1,8-cineol resultou em uma probabilidade de sobrevivência menor em comparação ao óleo completo.

Isto ocorreu possivelmente em função do efeito sinérgico dos compostos principais. Tak e Isman (2015) relataram que a combinação de 1,8-cineol e cânfora pode aumentar a penetração e intensificar os danos cuticulares em *Trichoplusia ni* Hüb. (Lepidoptera: Noctuidae). Em outro estudo, a interação entre esses majoritários causou aumento de até 19 vezes na penetração dos compostos através do tegumento larval de *T. ni* (Tak; Isman, 2017).

Os OEs podem ser utilizados na forma de misturas quimicamente complexas, em vez de compostos isolados. Essas misturas binárias podem potencializar a ação inseticida (sinergismo), não interferir (efeito aditivo) ou até reduzi-la (antagonismo). No presente estudo, a combinação de *M. piperita* e *R. officinalis* resultou em um efeito aditivo e isto pode ser devido às proporções de volume utilizadas. Mahanta *et al.* (2021) verificaram que as misturas podem agir sinérgicamente quando apresentam uma proporção de volume ideal entre os componentes. Essa proporção é crucial para otimizar a interação entre os compostos ativos presentes nos óleos, maximizando a eficácia inseticida. Fora dessa faixa ideal, as interações podem perder o efeito sinérgico, tornando-se aditivas ou até antagônicas. Além disso, a complexidade química dos OEs e seus compostos secundários influencia suas interações, destacando a importância de estudos detalhados para determinar proporções ideais para otimizar a eficácia das misturas. Sendo assim, é necessário estudar variações na proporção do óleo de *M. piperita* e *R. officinalis*, a fim de determinar uma proporção que apresente efeito sinérgico.

No que se refere a seletividade dos OEs para *T. pretiosum*, o óleo de *R. officinalis* foi seletivo para o parasitoide em todas as fases de seu desenvolvimento avaliadas; no entanto, OE de *M. piperita* causou grande redução na emergência dos insetos tratados quando estavam na fase de pré-pupa dentro dos ovos do hospedeiro alternativo, e por isto foi categorizado na classe 4 (prejudicial) da IOBC. Quando ovos do hospedeiro contendo o parasitoide na fase de pupa foram tratados com esse OE, verificou-se redução de 14,9% e foi considerado inócuo Parreira *et al.* (2018) avaliaram os efeitos da aplicação de OEs sobre as fases de desenvolvimento de *T. pretiosum*. Constataram a redução na emergência do parasitoide nas fases de pré-pupa e pupa no interior dos ovos de *E. kuehniella*. Possivelmente, os OEs apresentam maior dificuldade de penetrar o córion do parasitoide, fazendo com que o período de ovo-larva seja menos afetado negativamente. Salienta-se que o córion é composto por várias camadas, sendo considerado como

uma barreira à entrada de substâncias químicas. Fatores como a espessura e a composição química do córion, bem como as propriedades físico-químicas dos produtos avaliados, como lipofilicidade e peso molecular, podem facilitar ou atrapalhar a entrada dos OEs (Bacci *et al.* 2009; Campbell *et al.* 2016; De Paula Rosetti *et al.* 2023).

Quanto aos adultos de *T. pretiosum*, os óleos de *M. piperita* e *R. officinalis* apresentaram baixa toxicidade e foram considerados inócuos, corroborando com os resultados de Sombra *et al.* (2022), os quais constataram que os OEs de *Lippia origanoides* Kunth (Verbenaceae) e da poácea *Cymbopogon winterianus* Jowitt e *Cymbopogon citratus* (DC) quando aplicados sobre adultos dessa espécie de parasitoide se mostraram seletivos. A seletividade dos OE pode ser atribuída aos processos como absorção, penetração, transporte, ativação e degradação, os quais podem ocorrer de maneira diferente para cada artrópode (Carvalho *et al.* 2019; Degrande *et al.* 2002; Croft, Mullin 1990; Ripeer, 1956). No entanto, essa hipótese precisa ser melhor explorada em pesquisas futuras para confirmar os mecanismos subjacentes que conferem seletividade fisiológica desses OEs a esse parasitoide.

No presente trabalho, além da eficiência dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* para o controle de *S. frugiperda*, verificou-se que apresentam baixa toxicidade ao parasitoide *T. pretiosum*. Desta forma, apresentam grande potencial para serem utilizados em programas de manejo integrado de *S. frugiperda*, visto que são eficientes para o controle desse noctuídeo ao mesmo tempo que são compatíveis com essa espécie de parasitoide.

## 6 CONCLUSÃO

- Os compostos majoritários dos OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* são o mentol e 1,8-cineol.
- O mentol é mais tóxico para *S. frugiperda* quando comparado com o OE de *M. piperita*, *R. officinalis* e 1,8-cineol.
- A mistura binária do OE de *M. piperita* e *R. officinalis* resulta em efeito aditivo.
- O OE de *R. officinalis* se mostra seletivo para *T. pretiosum*.
- O OE de *Mentha piperita* é prejudicial ao *T. pretiosum* somente na fase de pré-pupa ao utilizar a DL<sub>50</sub>
- Os OEs de *M. piperita* e *R. officinalis* têm potencial para controle de *S. frugiperda* e apresentam baixa toxicidade ao parasitoide *T. pretiosum*.

## REFERÊNCIAS

- ABBAS, Arzlan *et al.* Biological control of fall armyworm, *Spodoptera frugiperda*. **Agronomy**, v. 12, n. 11, p. 27, 2022.
- ABBASZADEH, Bohloul *et al.* Studying of essential oil variations in leaves of *Mentha species*. **African Journal of Plant Science**, v. 3, n. 10, p. 217-221, 2009.
- ABDELGALEIL, Samir *et al.* Fumigant and contact toxicities of monoterpenes to *Sitophilus oryzae* (L.) and *Tribolium castaneum* (Herbst) and their inhibitory effects on acetylcholinesterase activity. **Journal of Chemical Ecology**, v. 35, p. 518-525, 2009.
- ABRAHAMS, Roger *et al.* Fall armyworm: impacts and implications for Africa. **Outlooks on Pest Management**, v. 28, n. 5, p. 196-201, 2017.
- ADAMS, R.P. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. 4.1 ed (online). Illinois: **Allured Publishing**, 804 p. 2017.
- AGOSTINHO, Marcos *et al.* Resistance of corn (*Zea mays* L.) genotypes to natural infestation of fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*) (JE Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) In: Mozambique. **Revista Foco (Interdisciplinary Studies Journal)**, v. 16, n. 6, 2023.
- AKHTAR, Yasmin; ISMAN, Murray B. Plant natural products for pest management: the magic of mixtures. **Advanced Technologies for Managing Insect Pests**, p. 231-247, 2013.
- ALI, Muhammad *et al.* Exploring Lamiaceae-derived bioactive compounds as nature's arsenal for sustainable pest management. **Phytochemistry Reviews**, p. 1-25, 2024.
- ANDERSON, Jennifer; COATS, Joel. Acetylcholinesterase inhibition by nootkatone and carvacrol in arthropods. **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 102, n. 2, p. 124-128, 2012.
- ANDRADE, Joana *et al.* *Rosmarinus officinalis* L.: an update review of its phytochemistry and biological activity. **Future science OA**, v. 4, n. 4, p.283, 2018.
- ANDRADE, Joana *et al.* Using ichthyotoxic plants as bioinsecticide: A literature review. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 17, p. 649-656, 2015.
- BACCI, Leandro *et al.* Seletividade fisiológica de inseticidas a vespas predadoras (Hymenoptera: Vespidae) de *Leucoptera coffeella* (Lepidoptera: Lyonetiidae). **Biossay**, v. 1, p. 1-7, 2006.
- BALAKRISHNAN, Aishwarya. Therapeutic uses of peppermint-a review. **Journal of sciences pharmaceutical and research**, v. 7, n. 7, p. 474, 2015.
- BARROS, Eduardo *et al.* Development of *Spodoptera frugiperda* on different hosts and damage to reproductive structures in cotton. **Entomologia experimentalis et applicata**, v. 137, n. 3, p. 237-245, 2010.

BIBIANO, Camila *et al.* Toxicity of essential oils and pure compounds of Lamiaceae species against *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) and their safety for the nontarget organism *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae). **Crop Protection**, v. 158, p. 10, 2022.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Agrofit: sistema de agrotóxicos fitossanitários**. Disponível em: <https://agrofit.agricultura.gov.br/>. Acesso em: 15 de março de 2024.

BRÉVAULT, Thierry *et al.* First records of the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae), in Senegal. **Entomologia Generalis**, v.37, p. 129–142. 2018

CAMPBELL, Brittany; PEREIRA, Roberto *et al.* Complicações com o controle de ovos de insetos. **Resistência a inseticidas**, p. 83-96, 2016.

CAMPOLO, Orlando *et al.* Essential oils in stored product insect pest control. **Journal of Food Quality**, v. 2018, n. 1, p. 69, 2018.

CAPINERA, J. L. Fall Army worm, *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) (Insecta: Lepidoptera: Noctuidae), EENY-098. University of Florida, **Institute of Food and Agricultural Sciences**, Florida, 1999.

CARVALHO, Geraldo *et al.* Physiological and ecological selectivity of pesticides for natural enemies of insects. **Natural enemies of insect pests in neotropical agroecosystems: Biological control and functional biodiversity**, p. 469-478, 2019.

CARVALHO, Geraldo *et al.* Investigating the molecular mechanisms of organophosphate and pyrethroid resistance in the fall armyworm *Spodoptera frugiperda*. **PLoS One**, v. 8, n. 4, p. 22, 2013.

CHAUDHARI, Anand Kumar *et al.* Essential oils and their bioactive compounds as eco-friendly novel green pesticides for management of storage insect pests: Prospects and retrospects. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 28, p. 18, 2021.

CHENG, Shenhong *et al.* Comparative susceptibility of thirteen selected pesticides to three different insect egg parasitoid *Trichogramma* species. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 166, p. 86-91, 2018.

CÔNSOLI, Fernando *et al.* Selectivity of insecticides to egg parasitoid *Trichogramma galloi* Zucchi (Hymenoptera: Trichogrammatidae). **Journal of Applied Entomology**, v. 125, p. 37-43, 2001.

COSTAS-FERREIRA, Carmen; FARO, Lilian. Neurotoxic effects of neonicotinoids on mammals: what is there beyond the activation of nicotinic acetylcholine receptors? A systematic review. **International journal of molecular sciences**, v. 22, n. 16, p. 13, 2021.

CROFT, Brian.; MULLIN, Chris. Physiology and toxicology. **Arthropod biological control agents and pesticides**, p. 127-153, 1990.

CRUZ, Ivan. **A lagarta-do-cartucho na cultura do milho**. Sete Lagoas: EMBRAPA - técnica, 21,45 p. 1995

CRUZ, Ivan. Manejo da resistência de insetos-praga a inseticidas, com ênfase em *Spodoptera frugiperda* (Smith). Sete Lagoas: **Embrapa Milho e Sorgo**, 2002.

CRUZ, Ivan., FIGUEIREDO, Maria *et al.* Using sex pheromone traps in the decision-making process for pesticide application against fall armyworm (*Spodoptera frugiperda* (Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) larvae in maize. **International Journal of Pest Management**. v.58, p. 83-90, 2012.

CRUZ, Ivan., FIGUEIREDO, Maria *et al.* Damage of *Spodoptera frugiperda* (Smith) in different maize genotypes cultivated in soil under three levels of aluminium saturation. **International Journal of Pest Management**, v. 45, n. 4, p. 293-296, 1999.

DA ROSA, Ana, TRECHA, Danusia *et al.* Biologia e tabela de vida de fertilidade de *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) em linhagens de milho. **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 79, p. 39-45, 2012.

DA SILVA, Alisson BALDIN, Edson *et al.* Synergism between essential oils: A promising alternative to control *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Crop Protection**, v. 153, p. 10, 2022.

DAR, Showket, MAHDI, Syed *et al.* Role of botanicals in integrated pest management for sustained crop production. In: **Secondary Agriculture: Sustainability and Livelihood in India**. Cham: Springer International Publishing, 2022. p. 147-168.

DE MENEZES, Claubert, CARVALHO, Geraldo. Biocontrol potential of methyl chavicol for managing *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae), an important corn pest. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, p. 50, 2020.

DE PAULA ROSETTI, Mayara, ALVES, Dejjane *et al.* *Duguetia lanceolata* A. St.-Hil. (Annonaceae) essential oil: toxicity against *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) and selectivity for the parasitoid *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae). **Agriculture**, v. 13, n. 2, p. 48, 2023.

DE SOUSA, Damião; DAMASCENO, Renan *et al.* Essential oils: Chemistry and pharmacological activities. **Biomolecules**, v. 13, n. 7, p. 11, 2023.

DEGRANDE, Paulo; REIS, Paulo *et al.* Metodologia para avaliar o impacto de pesticidas sobre inimigos naturais. **Controle biológico no Brasil: parasitóides e predadores**. São Paulo: **Manole**, p. 71-93, 2002.

DESNEUX, Nicolas; DECOURTYE, Alex *et al.* The sublethal effects of pesticides on beneficial arthropods. **Annual Reviews Entomology**, v. 52, n. 1, p. 81, 2007.

EBADOLLAHI, Asgar; ZIAEE, Masumeh *et al.* Essential oils extracted from different species of the Lamiaceae plant family as prospective bioagents against several detrimental pests. **Molecules**, v. 25, n. 7, p. 15, 2020.

EL-SABROUT, Ahmed; ZAHRAN, Hossam *et al.* Effects of essential oils on growth, feeding and food utilization of *Spodoptera littoralis* larvae. **Journal of Entomology**, v. 15, p.36-46, 2018.

EPPO (2025) Base de dados global da Organização Europeia e Mediterrânea para a Proteção de Plantas (EPPO). Disponível em: <URL <https://gd.eppo.int> > Acesso em: 12 de Maio de 2024.

FOUAD, Hany; DA CAMARA, Claudio *et al.* The synergistic effects of five essential oils and eight chiral compounds on deltamethrin-piperonyl butoxide insecticide against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 26, n. 2, p. 10, 2023.

GARCEZ, Walmir; GARCEZ, Fernanda *et al.* Naturally occurring plant compounds with larvicidal activity against *Aedes aegypti*. **Revista Virtual de Química**, v. 5, n. 3, p. 363-393, 2013.

GOULART, Roberto; VOLPE, Haroldo *et al.* Insecticide selectivity to two species of *Trichogramma* in three different hosts, as determined by IOBC/WPRS methodology. **Pest Management Science**, v. 68, n. 2, p. 240-244, 2012.

HE, Huiqing; QIN, Xiangjing *et al.* Synthesis, characterization of two matrine derivatives and their cytotoxic effect on Sf9 cell of *Spodoptera frugiperda*. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 17999, 2020.

HUMMELBRUNNER, Laurin; ISMAN, Murray. Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpenoid essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, n. 2, p. 715-720, 2001.

IRAC-BR (2024) - Comitê de Ação à Resistência a Inseticidas (IRAC) Disponível em: <URL <https://www.ircac-br.org/> > Acesso em: 12 de Maio de 2024.

ISLAM, Akm; SUTTIYUT, Thiti *et al.* Allelopathic properties of Lamiaceae species: Prospects and challenges to use in agriculture. **Plants**, v. 11, n. 11, p. 1478, 2022.

ISMAN, Murray. Bioinsecticides based on plant essential oils: A short overview. **Zeitschrift für Naturforschung C**, v. 75, n. 7-8, p. 179-182, 2020.

ISMAN, Murray. Botanical insecticides in the twenty-first century—fulfilling their promise? **Annual Review of Entomology**, v. 65, p. 233-249, 2020.

ISMAN, Murray. Commercialization and regulation of botanical biopesticides: a global perspective. In: **Development and Commercialization of Biopesticides**. Academic Press, p. 25-36, 2023.

ISMAN, Murray; TAK, Junh. Inhibition of acetylcholinesterase by essential oils and monoterpenoids: a relevant mode of action for insecticidal essential oils? *Biopesticides International*, v. 13, n. 2, 2017.

JAHANIAN, Hojjat; KAHKESHANI, Niloofar *et al.* *Rosmarinus officinalis* as a natural insecticide: a review. **International Journal of Pest Management**, p. 1-46, 2022.

JANKOWSKA, Milena; ROGALSKA, Justyna *et al.* Molecular targets for components of essential oils in the insect nervous system—a review. **Molecules**, v. 23, n. 1, p. 34, 2017.

JUGREET, Sharmeen; SUROOWAN, Shanoo *et al.* Chemistry, bioactivities, mode of action and industrial applications of essential oils. **Trends in Food Science & Technology**, v. 101, p. 89-105, 2020.

KADOGLIDOU, Kalliopi; CHATZOPOULOU, Paschalina. Approaches and Applications of *Mentha* Species in Sustainable Agriculture. **Sustainability**, v. 15, n. 6, p. 5245, 2023.

KALEMBA, Danuta; SYNOWIEC, Agnieszka. Agrobiological interactions of essential oils of two menthol mints: *Mentha piperita* and *Mentha arvensis*. **Molecules**, v. 25, n. 1, p. 59, 2019.

KALINDA, Redempta; RIOBA, Naomi. Phytochemical analysis and efficacy of *Rosemary* and mint (*Mentha Spicata*) extracts against Fall Armyworm on baby corn **Acta Chemica Malaysia**, v. 4, n. 2, p. 66-71, 2020.

KAUR, Amrinder; CHHABRA, Rohit *et al.* Botanical extracts: a step towards eco-friendly pest management strategy. **Agricultural Research Journal**, v. 9, n. 2, 2023.

KHAN, Muhammad; KHAN, Hezbollah *et al.* Lethal and behavioral effects of selected novel pesticides on adults of *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae). **Pest management science**, v. 71, n. 12, p. 1640-1648, 2015.

KHAROUBI, Rim; REHIMI, Nassima *et al.* Phytochemical screening and insecticidal activities of essential oil of *Mentha piperita* L. (Lamiales: Lamiaceae) and their enzymatic properties against mosquito *Culex pipiens* L. (Diptera: Culicidae). **Journal of essential oil bearing plants**, v. 24, n. 1, p. 134-146, 2021.

KOMPELLY, Akshay; KOMPELLY, Swathi *et al.* *Rosmarinus officinalis* L.: an update review of its phytochemistry and biological activity. **Journal of Drug Delivery and Therapeutics**, v. 9, n. 1, p. 323-330, 2019.

KRZYŻOWSKI, Michal; BARAN, Bartosz *et al.* The effect of *Rosmarinus officinalis* essential oil fumigation on biochemical, behavioral, and physiological parameters of *Callosobruchus maculatus*. **Insects**, v. 11, n. 6, p. 344, 2020.

KUMAR, Peeyush; MISHRA, Sapna *et al.* Insecticidal properties of *Mentha* species: a review. **Industrial Crops and products**, v. 34, n. 1, p. 802-817, 2011.

LENGAI, Geraldin; MUTHOMI, James *et al.* Phytochemical activity and role of botanical pesticides in pest management for sustainable agricultural crop production. **Scientific African**, v. 7, p. 239, 2020.

LIMA, Ana; SANTANA, Emilie *et al.* Bacci, L. Insecticide activity of botanical compounds against *Spodoptera frugiperda* and selectivity to the predatory bug *Podisus nigrispinus*. **Crop protection**, v. 136, p. 10, 2020.

- MADBOULY, Samy; ZHANG, Chaoqun *et al.* Bio-based plant oil polymers and composites. Publicação William Andrew, **Norwich** 2015.
- MAHANTA, Sudarshana; KHANIKOR, Bulbuli. Mosquitocidal activity of twenty-eight plant essential oils and their binary mixtures against *Culex quinquefasciatus* (Diptera: Culicidae). **Heliyon**, v. 7, n. 2, 2021.
- MENA, Cristina; SILVA, Bolívar *et al.* Composición química y actividad biológica de los aceites esenciales de lamiaceas, asteraceas, verbenaceas: una revisión. **Infoanalítica**, v. 8, n. 1, p. 47-68, 2020.
- MENOSSE, Matías; OLLIER, Romina *et al.* Essential oil-loaded bio-nanomaterials for sustainable agricultural applications. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 96, n. 8, p. 2109-2122, 2021.
- MIRANDA, José; RODRIGUES, Sandra *et al.* **Guia de Identificação de Pragas do Algodoeiro**. 1 edição, Embrapa Algodão, Campina Grande, PB. P. 69., 2015.
- MONTEZANO, Débora; SOSA-GÓMEZ, Daniel *et al.* Host plants of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in the Americas. **African Entomology**, South Africa, v. 26, n. 2, p. 286–300, 2018.
- MORAL, Rafael; HINDE, John *et al.* Half-normal plots and overdispersed models in R: The hnp package. **Journal of Statistical Software**, Áustria, v. 81, p. 1–23, 2017.
- MUTURI, Ephantus; RAMIREZ, Jose *et al.* Combined toxicity of three essential oils against *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) larvae. **Journal of medical entomology**, v. 54, n. 6, p. 1684-1691, 2017.
- NAGHIBI, Farzaneh; MOSADDEGH, Mahmoud *et al.* Labiatae family in folk medicine in Iran: from ethnobotany to pharmacology. **Iranian journal of pharmaceutical research**, v. 4, n. 2, p. 63-79, 2005.
- NGEGBA, Patrick; CUI, Gaofeng *et al.* Prospects of botanical compounds and pesticides as sustainable management strategies against *Spodoptera frugiperda*. **Journal of economic entomology**, v. 115, n. 6, p. 1834-1845, 2022.
- NI, Zhi-Jing; WANG, Xin *et al.* Recent updates on the chemistry, bioactivities, mode of action, and industrial applications of plant essential oils. **Trends in food science & technology**, v. 110, p. 78-89, 2021.
- NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY. **PC version 2.0 of the NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library**. Gaithersburg, 2008.
- NORRIS, Robert; CASWELL, Edward *et al.* **Concepts in Integrated Pest Management**. Prentice Hall, New York, 2002.

- PALACIOS, Sara; BERTONI, Alberto *et al.* Efficacy of essential oils from edible plants as insecticides against the house fly, *Musca domestica* L. **Molecules**, v. 14, n. 5, p. 1938-1947, 2009.
- PANG, Xue; FENG, Yi *et al.* Toxicity and repellent activity of essential oil from *Mentha piperita* Linn. leaves and its major monoterpenoids against three stored product insects. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, p. 7618-7627, 2020.
- PAREDES-SÁNCHEZ, Francisco; RIVERA, Gildardo *et al.* Advances in control strategies against *Spodoptera frugiperda*. A review. **Molecules**, v. 26, n. 18, p. 5587, 2021.
- PARK, Chung; JANG, Miye *et al.* Insecticidal and acetylcholinesterase inhibitory activities of Lamiaceae plant essential oils and their major components against *Drosophila suzukii* (Diptera: Drosophilidae). **Industrial crops and products**, v. 89, p. 507-513, 2016.
- PARREIRA, Douglas; ALCÁNTARA-DE LA CRUZ, Ricardo *et al.* Quantifying the harmful potential of ten essential oils on immature *Trichogramma pretiosum* stages. **Chemosphere**, v. 199, p. 670-675, 2018.
- PAVIĆEVIĆ, Vladimir; RADOVIĆ, Marko *et al.* Influence of hydrodistillation rate and hydromodule on chemical composition of *Juniperus communis* L. essential oil. **Hemijska industrija**, v. 71, n. 1, p. 1-10, 2017.
- POGUE, Michael. world revision of the genus *Spodoptera* Guenée (Lepidoptera: Noctuidae). Philadelphia: **American Entomological Society**, v. 43, p. 1-102, 2002.
- PRASANNAKUMAR, NR; JYOTHI, N *et al.* Insecticidal properties of *Ocimum basilicum* and *Mentha piperita* essential oils against South American Tomato moth, *Phthorimaea absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelichiidae). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 190, p. 105329, 2023.
- OVERTON, Kathy; MAINO, James *et al.* Global crop impacts, yield losses and action thresholds for fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*): A review. **Crop Protection**, v. 145, p. 105, 2021.
- OVIEDO, Andrea.; NIEUWENHOVE, Guido *et al.* Biopesticide effects on pupae and adult mortality of *Anastrepha fraterculus* and *Ceratitis capitata* (Diptera: Tephritidae). **Austral Entomology**, v. 57, n. 4, p. 457-464, 2018.
- R Core Team. R: **A language and environment for statistical computing**. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. 2023. Disponível em: <URL <https://www.R-project.org/>. > Acesso em: 12 de Setembro de 2024.
- RANTS'O, Thankhoe; KOEKEMOER, Lizette *et al.* Potential of Essential Oil-Based Anticholinesterase Insecticides against Anopheles Vectors: A Review. **Molecules**, v. 27, n. 20, p. 7026, 2022.
- RATTAN, Rameshwar. Mechanism of action of insecticidal secondary metabolites of plant origin. **Crop protection**, v. 29, n. 9, p. 913-920, 2010.

- RIBEIRO, Leandro; VENDRAMIM, José *et al.* **Inseticidas botânicos no brasil: aplicações, potencialidades e perspectivas.** Fundação de Estudos Agrários Luiz de Queiroz, v.1, p. 652, 2023.
- RIPPER, Walter. Effect of pesticides on balance of arthropod populations. **Annual Review of Entomology**, v. 1, n. 1, p. 403-438, 1956.
- RITZ, Christian; BATY, Florent *et al.* Dose-response analysis using R. **PLoS One**, p. 1-13, 2015.
- SAMARASEKERA, Radhika. WEERASINGHE, Indira *et al.* Insecticidal activity of menthol derivatives against mosquitoes. **Pest Management Science: formerly Pesticide Science**, v. 64, n. 3, p. 290-295, 2008.
- SANTOS-AMAYA, Oscar; RODRIGUES, João *et al.* Resistance to dual-gene Bt maize in *Spodoptera frugiperda*: Selection, inheritance and cross-resistance to other transgenic events. **Scientific Reports**, v. 5, n. 1, p. 182, 2015.
- SARMENTO, Renato; AGUIAR, Raimundo *et al.* Biology review, occurrence and control of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera, Noctuidae) in corn in Brazil. **Bioscience Journal (Brazil)** v. 18, n. 2, p. 41-48, 2002.
- SINGH, Rajinder, SHUSHNI, Muftah *et al.* Antibacterial and antioxidant activities of *Mentha piperita* L. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 8, n. 3, p. 322-328, 2015.
- SOLTANBEIGI, Amir; ÖZGÜVEN, Menşure *et al.* Planting-date and cutting-time affect the growth and essential oil composition of *Mentha piperita* and *Mentha arvensis*. **Industrial Crops and Products**, v. 170, p. 113, 2021.
- SOMBRA, Kassio; PASTORI, Patrik *et al.* Selectivity of essential oils to the egg parasitoid *Trichogramma pretiosum* Riley (Hymenoptera: Trichogrammatidae). **Revista Ciência Agronômica**, v. 53, p. 20, 2022.
- SPLETOZER, Aline. SANTOS, Cleiton *et al.* Plantas com potencial inseticida: enfoque em espécies amazônicas. **Ciência Florestal**, v. 31, p. 974-997, 2021.
- STEIN, Cesar; PARRA, José. Uso da radiação ultra-violeta para inviabilizar ovos de *Anagasta kuehniella* (Zeller, 1879) visando estudos com *Trichogramma* spp. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, v. 16, n. 1, p. 229-233, 1987.
- STERK, Guido., HASSAN, Sherif *et al.* Results of the seventh joint pesticide testing programmer carried out by the IOBC/WPRS-Working Group "Pesticide and Beneficial Organisms". **BioControl**, v. 44, p. 99-117, 1999.
- TAK, Jun-Hyung; ISMAN, Murray. Enhanced cuticular penetration as the mechanism for synergy of insecticidal constituents of rosemary essential oil in *Trichoplusia ni*. **Scientific reports**, v. 5, n. 1, p. 12, 2015.

TAK, Jun-Hyung; ISMAN, Murray. Penetration-enhancement underlies synergy of plant essential oil terpenoids as insecticides in the cabbage looper, *Trichoplusia ni*. **Scientific reports**, v. 7, n. 1, p. 42, 2017.

THERNEAU, Terry. Survival Analysis [R package survival version 2.41-3]. Comprehensive R Archive Network (CRAN).

TROMBIN DE SOUZA, Michele; BERNARDI, Daniel *et al.* Essential oil of *Rosmarinus officinalis* ecotypes and their major compounds: insecticidal and histological assessment against *Drosophila suzukii* and their impact on a nontarget parasitoid. **Journal of Economic Entomology**, v. 115, n. 4, p. 955-966, 2022.

VAN DEN DOOL, H.; KRATZ, P. D. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas—liquid partition chromatography. **Journal of Chromatography**, v. 11, p. 463-471, 1963.

WANG, Shengli; ZHAN, Chuanling *et al.* Achievements and perspectives of synthetic biology in botanical 9 insecticides. **Journal of cellular physiology**, v. 239, n. 10, p. 30, 2024.

WORWOOD, Valerie. The complete book of essential oils and aromatherapy, revised and expanded: over 800 naturals, nontoxic, and fragrant recipes to create health, beauty, and safe home and work environments. **New World Library**, 2016.

YANG, Xi., JIN, Chunzhe *et al.* Toxicity and physiological effects of nine Lamiaceae essential oils and their major compounds on *Reticulitermes dabieshanensis*. **Molecules**, v. 28, n. 5, p. 20, 2023.

YOUSEF, Dalia; BAYOUMI *et al.* Evaluating effect of pepper mint oil (*Mentha piperita*) and its nano-formulations on some enzymatic activities and bionomics of cotton leaf worm *Spodoptera littoralis* (BOISD.). **Arab Universities Journal of Agricultural Sciences**, v. 26, n. Special issue (2C), p. 1977-1991, 2018.

ZACARIAS, Daniel. Global bioclimatic suitability for the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae), and potential co-occurrence with major host crops under climate change scenarios. **Climatic Change**, v. 161, n. 4, p. 555-566, 2020.

ТКАЧЁВ А.В. Исследование летучих веществ растений. Новосибирск: Офсет, 2008, 969 с.