

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**DANIEL HENRIQUE MENDES DE SOUZA**

**Toxicidade de óleos essenciais de lamiáceas e da nanoemulsão de *Pogostemon cablin*  
(Blanco) Benth (Lamiaceae) para *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797)  
(Lepidoptera: Noctuidae)**

**SANTA HELENA**

**2022**

**DANIEL HENRIQUE MENDES DE SOUZA**

**Toxicidade de óleos essenciais de lamiáceas e da nanoemulsão de *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth (Lamiaceae) para *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae)**

**Toxicity of Lamiaceae essential oils and nanoemulsion from *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth against *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae)**

Dissertação apresentada como requisito para obtenção do título de Mestre em Recursos Naturais e Sustentabilidade da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientadora: Dra. Dejjane Santos Alves

**SANTA HELENA**



Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



Ministério da Educação  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Campus Santa Helena



DANIEL HENRIQUE MENDES DE SOUZA

**TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE LAMIÁCEAS E DA NANOEMULSÃO DE POGOSTEMON CABLIN  
(BLANCO) BENTH (LAMIACEAE) PARA SPODOPTERA FRUGIPERDA (J. E. SMITH 1797)  
(LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE)**

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestre Em Recursos Naturais E Sustentabilidade da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Recursos Naturais E Sustentabilidade.

Data de aprovação: 11 de Março de 2022

Prof.a DeJane Santos Alves, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Prof Daian Guilherme Pinto De Oliveira, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Prof Geraldo Andrade Carvalho, Doutorado - Universidade Federal de Lavras (Ufla)

Prof Lucas Braganca De Carvalho, Doutorado - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (Unesp)

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 14/03/2022.

Dedico a meus pais e ao meu irmão, por todo apoio e carinho de sempre.  
Dedico à minha orientadora Dra. DeJane Santos Alves, pois, com ela tive a oportunidade de aprender.

## AGRADECIMENTOS

Antes de tudo, rendo graças e louvores a Deus, que em sua grandeza e com seu infinito amor e bondade, abençoou-me grandemente, guiando meus passos e oportunizando meu desenvolvimento, na busca de tornar-me uma pessoa melhor.

Agradeço grandemente à minha família, que sempre foi um sustentáculo, onde encontro amparo, proteção e amor, bem como motivação para nunca desistir diante de tantas adversidades que surgiram ao longo do tempo. Sem ela eu nada seria, meu eterno amor.

Minha gratidão a todos os professores desta Universidade, que não se cansam de propiciar momentos de aprendizagem; é graças a esses heróis que é possível a construção de um mundo melhor, pois falam com imensa sabedoria e com certeza ensinam com muito amor. Estendo este agradecimento a todos os servidores e funcionários que muitas vezes passam despercebidos e até são desconhecidos pelos estudantes, mas que zelam pelo bom andamento desta instituição.

Imensa gratidão à minha orientadora querida, Dra. DeJane Santos Alves, que nunca mediu esforços para me orientar e guiar meus passos durante este tempo. Sou grato desde o dia em que com sua sabedoria e agilidade descreveu em uma folha de papel suas ideias para este tempo que passaríamos juntos. A partir de então foi um verdadeiro farol em minha caminhada. Caminhada de um aluno “lúdico”, “dramático”, “incomodativo” e tantos outros apelidos “carinhosos” que recebi no caminho.

Muito obrigado a todos os membros do grupo de pesquisa GPEA, pois sem a força, o trabalho e a união desta equipe nada seria possível. É logicamente um agradecimento especial à menininha de ouro, a aluna exemplar, que tanto faz por todos nós, co-orientando e trabalhando em todos os momentos, querida Katiane Pompermayer, ou melhor a “pom-pom”. A todos vocês muito sucesso.

Estendo minha gratidão aos professores Dr. Denilson Ferreira de Oliveira (Universidade Federal de Lavras) e Geraldo Humberto Silva (Universidade Federal de Viçosa), bem como aos colegas Gabriela de Souza Trindade Silva e Murilo Souza de Oliveira pelas análises cromatográficas. Meus sinceros agradecimentos ao Dr. Lucas Bragança (Universidade Estadual Paulista) pela ajuda na caracterização da nanoemulsão.

Agradeço a todos os meus amigos e amigas que sempre me apoiaram, ouviram e ajudaram nas horas boas e ruins. Enfim, a todos que de uma forma ou outra, contribuíram com para realização deste trabalho. Que Nosso Senhor Jesus Cristo lhes conceda infinitas graças e bênçãos. Minha eterna gratidão.

Educação não transforma o mundo. Educação muda pessoas. Pessoas transformam o mundo.

Paulo Freire

## RESUMO

A lagarta-do-cartucho *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) é uma praga que se alimenta de mais de 350 espécies de plantas e causa prejuízos para várias culturas agrícolas, principalmente o milho. As formas de controle mais utilizadas são o uso de plantas geneticamente modificadas e inseticidas sintéticos, o que pode causar a seleção de populações resistentes e a contaminação ambiental. Nesse sentido, os óleos essenciais (OEs) apresentam-se como uma promissora alternativa para o controle de insetos-praga. Dessa forma, esse trabalho objetivou avaliar a toxicidade de OEs de plantas da família Lamiaceae para *S. frugiperda*. O OE mais bioativo foi nanoemulsionado e submetido a novos ensaios com esse inseto. Inicialmente foi avaliada a bioatividade dos OEs das lamiáceas *Lavandula angustifolia* Mill, *Thymus vulgaris* L., *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth e *Salvia sclarea* L. para *S. frugiperda*, em ensaios de aplicação tópica e ingestão. Determinou-se a dose letal mediana (DL<sub>50</sub>) para todos os OEs testados topicamente. A concentração letal mediana (CL<sub>50</sub>) foi determinada somente para o OE de *P. cablin* porque apresentou melhor bioatividade. Os OEs foram caracterizados quimicamente e o composto majoritário do OE de *P. cablin*, patchoulol, foi submetido a novos ensaios com *S. frugiperda*. Por fim, o OE de *P. cablin* foi nanoemulsionado, caracterizado e empregado em ensaios com *S. frugiperda*. Todos os OEs avaliados nesse trabalho foram tóxicos para *S. frugiperda* em ensaio de aplicação tópica. Entretanto, em ensaio de ingestão, apenas o OE de *P. cablin* foi bioativo. O composto majoritário do OE de *P. cablin*, o patchoulol, foi tóxico para *S. frugiperda* em ensaio de ingestão, entretanto, a bioatividade não foi tão pronunciada em ensaio de aplicação tópica. Constatou-se que a nanoemulsão do OE de *P. cablin* foi mais tóxica para *S. frugiperda* do que o OE em sua forma convencional. Assim, no presente trabalho verificou-se a toxicidade de OEs para *S. frugiperda*, e portanto apresentam potencial para o desenvolvimento de pesquisas e estudos mais aprofundados. Conclui-se, ainda, que o OE de *P. cablin* em sua forma nanoemulsionada apresentou, maior toxicidade para a praga e redução na quantidade de OE utilizado, em comparação ao convencional, destacando-se como agente promissor para o desenvolvimento de formulações voltadas ao controle e manejo integrado de pragas.

**Palavras-chave:** Inseticidas botânicos, Nanoformulações, Pragas, Controle, MIP.

## ABSTRACT

The fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) is a pest that feeds on more than 350 species of plants and causes damage to several agricultural crops, mainly corn. The most used forms of control are the use of genetically modified plants and synthetic insecticides, which can cause the selection of resistant populations and environmental contamination. In this sense, essential oils (EOs) present themselves as a promising alternative for the control of insect pests. Thus, this study aimed to evaluate the toxicity of EOs from plants of the Lamiaceae family against *S. frugiperda*. The most bioactive EO was nanoemulsified and subjected to further tests with this insect. Initially, the bioactivity of EOs from Lamiaceae *Lavandula angustifolia* Mill, *Thymus vulgaris* L., *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth and *Salvia sclarea* L. para *S. frugiperda* was evaluated, in topical and ingestion tests. The median lethal dose (LD<sub>50</sub>) was determined for all EOs tested topically. The median lethal concentration (LC<sub>50</sub>) was determined only for the EO of *P. cablin* because it showed better bioactivity. The EOs were chemically characterized and the major compound of *P. cablin*, patchoulol, it was subjected *S. frugiperda*. Finally, the EO of *P. cablin* was nanoemulsified, characterized and used in tests with *S. frugiperda*. All EOs evaluated in this work were toxic to *S. frugiperda* in a topical application test. However, in an ingestion test, only the EO of *P. cablin* was bioactive. The majority compound of the OE of *P. cablin*, the patchoulol, was toxic against *S. frugiperda* in an ingestion trial, however, the bioactivity was not as pronounced in a topical application test. It was found that the nanoemulsion of EO of *P. cablin* was more toxic against *S. frugiperda* than the EO in its conventional form. Thus, in the present work, the toxicity of EOs against *S. frugiperda* was observed, and therefore have potential for the development of further research and studies. It is also concluded that the EO of *P. cablin*, in its nanoemulsified form, showed greater toxicity to the pest and a reduction in the amount of EO used, compared to the conventional one, standing out as a promising agent for the development of formulations aimed at the ntegrated pest control and management.

**Keywords:** Botanical insecticides, Nanoformulations, Pests. Control. MIP.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1** -- Método empregado para a obtenção das nanoemulsões do óleo essencial de *Pogostemon cablin*.....34
- Figura 2** -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* após aplicação tópica de óleos essenciais de plantas da Família Lamiaceae, na dose de 100 µg/lagarta. ....38
- Figura 3** -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* após o oferecimento de dieta contendo óleos essenciais de plantas da Família Lamiaceae, na concentração de 1 mg de OE/mL de dieta. ....40
- Figura 4** -- (Parte 1) -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica de diferentes doses de óleos essenciais da Família Lamiaceae. (a) *Lavandula angustifolia*; (b) *Pogostemon cablin* e (c) *Salvia sclarea*.....43
- Figura 4** -- (Parte 2) -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda*, submetidas à aplicação tópica de diferentes doses de óleos essenciais da Família Lamiaceae. (d) *Thymus vulgares*; (e) cipermetrina.....44
- Figura 5** -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* em ensaio de ingestão com diferentes concentrações do óleo essencial de *Pogostemon cablin* e de óleo de Neem em concentração comercial. (a) *Pogostemon cablin* e (b) *Azadirachta indica* (Neem).....46
- Figura 6** -- Peso lagartas de *Spodoptera frugiperda* alimentadas com dieta artificial contendo diferentes concentrações do óleo essencial de *Pogostemon cablin*. ....47
- Figura 7** -- Análise de preferência alimentar de lagartas (número de lagartas) de *Spodoptera frugiperda* pelo OE de *Pogostemon cablin* em ensaio de ingestão com chancede escolha.....48
- Figura 8** -- Análise de consumo alimentar (g) de lagartas de *Spodoptera frugiperda* expostas a dietas tratadas com OE de *Pogostemon cablin*, em ensaio de preferência alimentar com chance de escolha.....48
- Figura 9** -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* em ensaios de aplicação tópica e ingestão com a substância pura de *Pogostemon cablin* (Patchoulol). (a) aplicação tópica e (b) ingestão.....50
- Figura 10** -- Tamanho médio das gotículas da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin*. ....51
- Figura 11** -- Tamanho médio das gotículas de três amostras da nanoemulsão PCNE6 do óleo essencial de *Pogostemon cablin* ao longo do tempo. (a) repetição 1; (b) repetição 2 e (c) repetição 3.....52

**Figura 12** – Micrografias da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin* (PCNE6) .....53

**Figura 13** -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* alimentadas com dieta artificial contendo diferentes concentrações da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin*.....55

## LISTA DE TABELAS

- Tabela 1** - Nome comercial, científico, INCI, método de extração e origem dos óleos essenciais de plantas da Família Lamiaceae empregados neste estudo. UTFPR, Santa Helena- PR, 2022.....28
- Tabela 2** - Materiais empregados para a obtenção das nanoemulsões do óleo essencial de *Pogostemon cablin*. UTFPR, Santa Helena- PR, 2021.....33
- Tabela 3** - Análises dos óleos essenciais das lamiáceas *Lavandula angustifolia* Mill. , *Thymus vulgaris* L., *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth. e *Salvia sclarea* L. por Cromatógrafo Gasoso acoplado a um Espectrômetro de Massas. UTFPR, Campus Santa Helena – PR, 2021.....36
- Tabela 4** - Resposta dose-mortalidade de lagartas de *Spodoptera frugiperda* tratadas com os óleos essenciais das lamiáceas *Lavandula angustifolia*, *Pogostemon cablin*, *Salvia sclarea* e *Thymus vulgaris*). UTFPR, Santa Helena - PR, 2021.....41
- Tabela 5** - Distribuição de tamanho, índice de polidispersão e potencial zeta em triplicata da amostra PCNE6 da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin*. UTFPR, Santa Helena- PR, 2021. ....51

## Sumário

1.	INTRODUÇÃO GERAL .....	14
2.	OBJETIVO GERAL .....	16
2.1	Objetivos específicos.....	16
3.0	REFERENCIAL TEÓRICO .....	16
3.1	A lagarta-do-cartucho <i>S. frugiperda</i> .....	17
3.2	Características das plantas selecionadas para esse estudo .....	18
3.2.1	<i>Lavandula angustifolia</i> .....	18
3.2.2	<i>Thymus vulgaris</i> .....	20
3.2.3	<i>Pogostemon cablin</i> .....	22
3.2.4	<i>Salvia sclarea</i> .....	24
3.3	Nanoformulações .....	25
4.0	MATERIAL E MÉTODOS.....	27
4.1	Obtenção de OEs .....	27
4.2	Caracterização química dos OEs .....	28
4.3	Ensaio com <i>S. frugiperda</i> .....	29
4.3.1	Screening da atividade inseticida dos OEs em ensaio de aplicação tópica.....	29
4.3.2	Screening da atividade inseticida em ensaio de ingestão .....	29
4.3.3	Determinação da relação dose-resposta .....	30
4.3.4	Determinação da relação concentração-resposta .....	31
4.3.5	Preferência e consumo alimentar de <i>S. frugiperda</i> pelo OE de <i>P. cablin</i> .....	31
4.3.6	Atividade inseticida do composto majoritário do OE de <i>P. cablin</i> .....	32
4.3.7	Obtenção e caracterização da nanoemulsão do OE de <i>P. cablin</i> .....	33
4.3.8	Atividade inseticida da nanoemulsão do OE de <i>P. cablin</i> (PCNE) .....	35
4.4	Análise estatística .....	35
5	RESULTADOS .....	36
5.1	Caracterização química dos OEs .....	36
5.2	Screening da atividade inseticida de OEs em ensaio de aplicação tópica.....	37
5.3	Screening da atividade inseticida de OEs em ensaio de ingestão .....	39
5.4	Determinação da relação dose-resposta .....	41
5.5	Determinação da relação concentração-resposta .....	45
5.6	Ensaio de preferência e consumo alimentar .....	47
5.8	Obtenção e caracterização da nanoemulsão .....	51
6	Discussão .....	56
7	CONCLUSÃO .....	60
	Referências.....	61

APENDICE A- Curvas de resposta dose-mortalidade .....	78
-------------------------------------------------------	----

## 1. INTRODUÇÃO GERAL

A lagarta-do-cartucho *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) é nativa do hemisfério ocidental, entretanto, recentemente tem sido constatada a sua presença na África, Ásia e Oceania (ASSEFA; AYALEW, 2019; RUKUNDO et al., 2020; DESHMUKH et al., 2021; WU et al., 2021). Sua alimentação polífaga permite o ataque a mais de 350 espécies de plantas. Distingue-se por ser uma das principais pragas do milho na América do Sul, ocasionando danos econômicos (NAGOSHI et al., 2019). Estima-se que os prejuízos causados por *S. frugiperda* em lavouras de milho no Brasil seja da ordem de US\$ 400 milhões anualmente (JEGER et al., 2017).

Para o controle de *S. frugiperda*, as plantas geneticamente modificadas e inseticidas químicos sintéticos são comumente empregados, entretanto, o uso indiscriminado dessas técnicas ocasionar a seleção de populações resistentes desse noctuídeo (LIRA et al., 2020; BOAVENTURA et al., 2020; BOLZAN et al., 2019; MUTHUKUMAR; KENNEDY, 2021); efeito letal em organismos não-alvo (WU et al., 2021; MAYANGLAMBAM et al., 2021; KHAN et al., 2021); riscos de contaminação dos usuários, resíduos em alimentos e poluição ambiental (NDAKIDEMI et al., 2016; TOGOLA et al., 2018; SHANGO et al., 2021; BEN MUKIIBI et al., 2021). Na intenção de reduzir esses impactos e diante da necessidade da busca constante por novos compostos com atividade inseticida, a toxicidade de óleos essenciais (OEs) para insetos-pragas vêm sendo estudada.

Os óleos essenciais (OEs) são misturas complexas de metabólitos secundários de plantas aromáticas e têm sido reconhecido seu potencial inseticida e repelente para insetos; na maioria das vezes, apresentam baixo risco de toxicidade para mamíferos e são seletivos para organismos não-alvo (ISMAN, 2000; BAKKALI et al., 2008; MAIA; MOORE, 2011; REGNAULT-ROGER et al., 2012). Além disso, os OEs apresentam alguns benefícios quando comparados aos inseticidas químicos sintéticos, como sua biodegradabilidade no ambiente, e a redução na seleção de populações resistentes devido aos diversos compostos presentes em sua composição (BAKKALI et al., 2008; MARQUES et al., 2021).

Isto posto, é possível objetivar a utilização dos OEs para o controle de pragas, visto que diversas pesquisas apontam resultados satisfatórios e promissores em sua

utilização como pesticidas (RADWAN, GAD, 2021; MENOSSI et al., 2021; (PICOS-SALAS et al., 2021; RATTRAY; VAN WYK, 2021). O *The Plant List Index* relata que cerca de 250 gêneros de plantas fazem parte da família Lamiaceae, com cerca de 7.886 espécies, sendo a sexta maior família de plantas com flores do mundo (“Lamiaceae — The Plant List”, 2021). É possível objetivar a utilização dos OEs para o controle de pragas, visto que diversas pesquisas apontam resultados satisfatórios e promissores em sua utilização como inseticidas (MENOSSI et al., 2021; RADWAN; GAD, 2021); podendo destacar aqueles oriundos de plantas da família Lamiaceae (PICOS-SALAS et al., 2021; RATTRAY; VAN WYK, 2021). Existem cerca de 250 gêneros de plantas pertencentes à família Lamiaceae, com cerca de 7.886 espécies, sendo a sexta maior família de plantas com flores do mundo (“Lamiaceae — The Plant List”, 2021)

A atividade inseticida de OEs de plantas da família Lamiaceae para *Spodoptera* spp. é relatada em literatura. O OE de *Lavandula angustifolia* Mill., por exemplo, apresentou toxicidade em ensaio de aplicação tópica para *Spodoptera littoralis* (Boisduval, 1833) (Lepidoptera: Noctuidae) (PAVELA, 2012). Verificou-se a atividade inseticida da lamiácea *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth para *S. litura* e *Spodoptera exigua* (Hübner, 1808) (Lepidoptera: Noctuidae) em ensaios de ingestão e de aplicação tópica (HUANG et al., 2014; MURCIA-MESEGUER et al., 2018; THARAMAK et al., 2020). A atividade inseticida de *Salvia sclarea* spp. foi reportada para *S. littoralis* (PAVELA, 2012) e *S. frugiperda* (KOUZI et al., 1996). Trabalhos conduzidos com *S. frugiperda* são escassos, o que encoraja o desenvolvimento de pesquisas envolvendo esses OEs visando ao controle dessa praga.

Apesar da toxicidade de OEs para insetos, alguns fatores como a baixa estabilidade e a necessidade de grande quantidade de ingrediente ativo para atingir o inseto alvo são limitantes para o uso de inseticidas botânicos (ISMAN, 2020). Nesse contexto, as nanoformulações apresentam-se como alternativa eficiente para evitar esses fatores negativos dos OEs (MOSSA, 2016).

O uso da nanotecnologia em formulações pesticidas pode potencializar a ação de compostos ativos, visto que as nanoestruturas desenvolvidas adquirem propriedades físicas, químicas e biológicas distintas às encontradas na escala macro. Dessa forma, promove melhoria na estabilidade de compostos ativos, melhor distribuição e direcionamento junto aos organismos-alvo, permite a liberação de maneira sustentada,

além da possibilidade de responderem a estímulos ambientais e/ou substâncias específicas (CAMARA et al., 2019).

O presente trabalho teve como objetivos: i) determinar a toxicidade de OEs de plantas da Família Lamiaceae, *L. angustifolia*, *T. vulgaris*, *P. cablin* e *S. sclarea* para *S. frugiperda*; ii) realizar a caracterização química dos OEs e avaliar a toxicidade do(s) composto(s) majoritário(s) do(s) OE(s) mais tóxico(s) e; iii) obter, caracterizar e determinar a toxicidade da nanoemulsão do(s) OE(s) mais promissor(es) para o controle de *S. frugiperda*.

## 2. OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivos gerais: i) selecionar OEs de plantas da Família Lamiaceae (*L. angustifolia*, *T. vulgaris*, *P. cablin* e *S. sclarea*) que apresentem toxicidade para *S. frugiperda*; ii) determinar o(s) composto(s) bioativo(s); e iii) desenvolver uma nanoemulsão a partir do OE que apresentar maior toxicidade para *S. frugiperda*.

### 2.1 Objetivos específicos

- Avaliar a toxicidade dos OEs de *L. angustifolia*, *T. vulgaris*, *P. cablin* e *S. sclarea* para *S. frugiperda* em ensaios de aplicação tópica e de ingestão;
- Determinar a dose-resposta dos OEs de *L. angustifolia*, *T. vulgaris*, *P. cablin* e *S. sclarea* em ensaio de aplicação tópica;
- Determinar a concentração-resposta do OE de *P. cablin* em ensaio de ingestão;
- Verificar a preferência e consumo alimentar de *S. frugiperda* pelo OE de *P. cablin* em ensaio de ingestão com chance de escolha;
- Determinar a composição química dos OEs;
- Verificar a toxicidade da substância pura do OE de *P. cablin* para *S. frugiperda* em ensaios de ingestão e aplicação tópica;
- Desenvolver nanoemulsões e caracterizar uma nanoemulsão com o OE de *P. cablin*;
- Determinar a toxicidade da nanoemulsão do OE de *P. cablin* para *S. frugiperda*.

### 3.0 REFERENCIAL TEÓRICO



### 3.1 A lagarta-do-cartucho *S. frugiperda*

A lagarta-do-cartucho *S. frugiperda* é uma praga agrícola eminentemente destrutiva e de rápida disseminação, visto que se espalhou com facilidade em diversos países (ASSEFA; AYALEW, 2019), sendo relatada na África pela primeira vez no ano de 2016 (RUKUNDO et al., 2020), na Índia em 2018 (DESHMUKH et al., 2021) e na China em 2019 (WU et al., 2021). Seu hábito polífago permite alimentar-se de mais de 350 espécies de plantas (MONTEZANO et al., 2018). Deste modo, é considerada uma das principais pragas da cultura milho, arroz, painço, sorgo e algodão (KANDEL; POUDEL, 2020).

O ciclo biológico de *S. frugiperda* dura em torno de 4 semanas em temperatura de 25 °C, podendo alcançar até 12 semanas em períodos de menores temperaturas (HARDKE et al., 2015; PLESSIS et al., 2020). No Brasil, as altas temperaturas (acima de 20 °C) permitem ao inseto ter gerações sucessivas durante o ano e, ao mesmo tempo, a grande diversidade de hospedeiros alternativos propicia alimentação ao longo do ano, sendo o milho “safrinha” considerado o seu principal hospedeiro (CRUZ, 2002). O ataque de *S. frugiperda* é relatado em várias fases de desenvolvimento da planta, o que leva a perdas de até 38% na produção de grãos em culturas de milho e sorgo (FIGUEIREDO et al., 2005; MENDES et al., 2019). Perdas significativas nas culturas de milho, sorgo e algodão foram observadas, mesmo quando realizado o manejo com o uso integrado do controle químico e de plantas geneticamente modificadas, sendo que no Brasil esse manejo custa estima-se mais de 600 milhões de dólares anuais (OVERTON et al., 2021).

Os métodos habitualmente empregados para o controle de *S. frugiperda* são o químico por meio de inseticidas químicos sintéticos e plantas geneticamente modificadas. Entretanto, essas técnicas de manejo estão ameaçadas diante dos diversos casos de resistência das populações de *S. frugiperda* aos inseticidas (CARVALHO et al., 2013; ZHANG et al., 2021). Foram registrados mais de 180 casos de resistência para *S. frugiperda* (Arthropod Pesticide Resistance Database, 2021). O mesmo foi observado para as plantas geneticamente modificadas (STORER et al., 2010; PAULISTA et al., 2018) em culturas que expressam proteínas inseticidas de *Bacillus thuringiensis* (Bt) (LIRA et al., 2013; LI et al., 2016; MURÚA et al., 2019; ).

Diante desses fatos, torna-se imprescindível a busca por novos compostos para o controle de *S. frugiperda*, uma vez que os produtos naturais, a exemplo OEs, se

apresentam promissores para serem empregados como inseticidas. A vantagem desses inseticidas naturais é a sua rápida degradação e baixa persistência no ambiente, sendo ocasionando menor toxicidade e redução de efeitos deletérios a organismos não-alvos o-alvo (ISMAN, 2006).

Vários estudos vêm destacando a atividade inseticida de extratos botânicos e OEs para *S. frugiperda*. Os efeitos inseticida do extratos de *Tithonia diversifolia* (Hemsl.) A. Gray (girassol mexicano) (Asteraceae) (MIRANDA et al., 2022); do OE de *Ocimum selloi* (Lamiaceae) (composto principal: metil chavicol) (MENEZES et al., 2020) e do OE de *Salvia keerlii* Benth (Lamiaceae) (ZAVALA-GÓMEZ et al., 2021) foram relatados.

O único inseticida botânico registrado junto ao Ministério da Agricultura e Pecuária e Abastecimento (MAPA) para o controle de *S. frugiperda* na cultura do milho, é o óleo de neem *Azadirachta indica* A. Juss. (Meliaceae), demonstrando a necessidade de se buscar novas alternativas de manejo para essa praga.

### 3.2 Características das plantas selecionadas para esse estudo

Os OEs são abundantemente utilizados na indústria de cosméticos e alimentícia, e há muito tempo se destacam pela repelência e toxicidade para insetos, podendo apresentar toxicidade semelhante a de inseticidas sintéticos (ISMAN 2000). Visando melhorar as propriedades dos inseticidas botânicos pode-se destacar a o uso de sistemas baseados em nanotecnologia. Numerosas investigações salientam a potencialidade pesticida de OEs provenientes de plantas da família Lamiaceae (AOUATI et al., 2019; BOUNOUA-FRAOUCENE et al., 2019; BEDINI et al., 2019; ZEKRI et al., 2020; EBADOLLAHI et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2021; SHARMA et al., 2021; YANG et al. 2021; WAGNER et al., 2021). Nesse contexto, as seguintes espécies vegetais foram selecionadas para o presente estudo:

#### 3.2.1 *Lavandula angustifolia*

**Sinonímia:** *Lavandula angustifolia*, *Lavandula delphinensis* Jord. ex Billot, *Lavandula fragrans* Salisb, *Lavandula menor* Garsault, *Lavandula officinalis* Chaix, *Lavandula spica* L., *Lavandula vera* var. *angustifolia* Ging., *Lavandula vulgaris* Lam.) (“Lamiaceae — The Plant List”, 2021).

*Lavandula angustifolia*, conhecida popularmente como lavanda, possui OE de coloração amarelo claro e odor floral doce; seus principais componentes são o acetato de linalila e linalol (HÉRAL et al., 2021). Os OEs ou extratos de lavanda apresentam amplo espectro de atividades biológicas, permitindo que sejam usados como sedativos, anti-inflamatórios, antioxidantes, antimicrobianos, antifúngicos, inseticidas (WELLS et al., 2018; SALEHI et al., 2018; EZ ZOUBI et al., 2020). Além disso, apresentam valor econômico para as indústrias farmacêutica, alimentícia e de sabores, cosméticos, perfumaria e aromaterapia (APROTOSOAIE et al., 2017).

Estudos à respeito da atividade do OE de lavanda contra *S. frugiperda* não foram encontrados, entretanto, foi relatada toxicidade para a lagartas de *Spodoptera littoralis* (Boisduval, 1833) (Lepidoptera: Noctuidae) em ensaio de aplicação tópica, em que  $DL_{50}$  foi  $\leq 0,05 \mu\text{L/lagarta}$ , bem como apresentou toxicidade por fumigação (PAVELA, 2005). O efeito de doses subletais do OE de *L. angustifolia* no desenvolvimento e fertilidade de *S. littoralis* também foi constatado, verificando-se interferência na longevidade, fecundidade e fertilidade dos insetos (PAVELA, 2012). Resultados promissores para o controle da traça-da-farinha *Plodia interpunctella* (Hübner, 1813) (Lepidoptera: Pyralidae) também foram encontrados por JESSER et al. (2017).

Em se tratando de insetos da ordem Coleoptera, observou-se toxicidade para as pragas de grãos armazenados *Sitophilus oryzae* (Linnaeus, 1763) (Coleoptera: Curculionidae) (AL-HARBI et al., 2021), *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792) (Coleoptera: Bostrichidae) (TINE et al., 2019), *Sitophilus granarius* (Linnaeus, 1785) (Coleoptera: Curculionidae) (GERMINARA et al., 2017) e *Tribolium castaneum* (Herbst, 1797) (Coleoptera: Tenebrionidae) (OVIEDO-SARMIENTO et al., 2021).

O potencial tóxico do OE de *L. angustifolia* também foi reportado para dípteros. Em ensaio de fumigação, o OE de *L. angustifolia* causou mortalidade superior à 70%, após 24 h da aplicação em adultos da mosca-das-frutas *Ceratitis capitata* (Wiedemann, 1824) (Diptera Tephritidae) (BENELLI et al., 2012). Resultados semelhantes foram encontrados para a mosca varejeira *Lucilia sericata* (Meigen, 1826) (Diptera: Calliphoridae) (BEDINI et al., 2019). Repelência e atividade ovicida foram reportados para a mosca doméstica *Musca domestica* Linnaeus, 1758 (Diptera: Muscidae) (SINTHUSIRI; SOONWERA, 2014). Atividade inseticida foi constatada para as larvas de *Culex quinquefasciatus* Say, 1823 (Diptera: Culicidae), concluindo que esse OE pode

ser usado efetivamente como um larvicida ecológico e biodegradável no controle de mosquitos (SOUHEILA et al., 2020). Também foi observado, em experimento sob condições de 95% para *Resseliella oculiperda* (Rübsaamen, 1893) (Diptera: Cecidomyiidae), um inseto praga de macieiras (TOL et al., 2007).

A toxicidade do OE de *L. angustifolia* para outros artrópodes também foi registrada. O OE demonstrou ação inseticida quando pulverizado sobre o pulgão *Myzus persicae* (Sulzer, 1776) (Hemiptera: Aphididae), bem como apresentou sinergismo quando em mistura com inseticida sintético (FARAONE et al., 2015). Pesquisas relataram demonstram resultados promissores para o controle de carrapatos de gado, *Rhipicephalus* ssp. (PIRALI-KHEIRABADI; TEIXEIRA DA SILVA, 2010; ADENIUB et al., 2018; SALMAN et al., 2020). e efeitos repelentes para adultos de *Hyalomma marginatum* Koch, 1844 e *Hyalomma rufipes* Koch, 1844 (Acari: Ixodidae) (MKOLO; MAGANO, 2007). Também demonstrou atividade acaricida para *Psoroptes cuniculi* (Delafond 1859) (Sarcoptoidea: Psoroptidae) (PERRUCCI et al., 1996) e para *Tetranychus urticae* Koch, 1836 (Acari: Tetranychidae) (EBADOLLAHI et al., 2014; FAROUK et al., 2021).

### 3.2.2 *Thymus vulgaris*

**Sinonímia:** *Origanum thymus* Kuntze, *Origanum webbianum* (Rouy) Kuntze, *Thymus baeticus* var. *prostratus* Boiss. ex Lacaita, *Thymus chinensis* K.Koch, *Thymus collinus* Salisb., *Thymus ilderdensis* González ex Costa, *Thymus sublaxus* Rouy, *Thymus vulgaris* L. var. *capitatus* Willk. & Lange, *Thymus webbianus* Rouy, *Thymus zygis* subsp. *ilderdensis* (González ex Costa) Nyman. (Lamiaceae — The Plant List, 2021)

O OE de *T. vulgaris*, comumente conhecido por tomilho, caracteriza-se por ser um líquido incolor ou amarelo claro, cujo principal componente é timol (GALOVÍČOVÁ et al., 2021). Constatou-se que metabólitos secundários de tomilho apresentavam atividades antimicrobiana, antioxidante, anti-inflamatória, cicatrizante, inseticida e acaricida (ESCOBAR et al., 2020).

Observou-se atividade inseticida para a lagarta *Spodoptera litura* (Fabricius, 1775) (Lepidoptera: Noctuidae), em ensaio de aplicação tópica (ISMAN et al., 2001).

Outros trabalhos constataram que o timol (composto majoritário de *T. vulgaris*) foi um dos componentes mais tóxicos, para essa lagarta (HUMMELBRUNNER; ISMAN, 2001). Testes com ésteres timílicos, oriundos de *T. vulgaris* exibiram toxicidade contra *S. litura* em ensaio de aplicação tópica (THARAMAK et al., 2020). Pesquisas com *S. frugiperda* não foram encontradas.

Em bioensaios de ingestão com o OE de tomilho foi demonstrado redução na oviposição das fêmeas da traça *Acrobasis advenella* (Zinck, 1818) (Lepidoptera: Pyralidae) (MAGIEROWICZ et al., 2020). Esse OE na dose de 1 mL/larva causou 73,35% de mortalidade de larvas de quinto ínstar da traça-do-pinheiro *Thaumetopoea pityocampa* (Schiffermüller, 1776) (Lepidoptera: Notodontidae) (ZAHED et al., (2020).

Vários estudos indicaram efeito tóxico de *T. vulgaris* para coleópteros. Fêmeas do caruncho-do-feijão *Acanthoscelides obtectus* (Say 1831) (Coleoptera: Chrysomelidae) tratadas com OE dessa planta apresentaram sobrevivência e longevidade reduzidas (LAZAREVIĆ et al., 2020). Em ensaio de ingestão, a mortalidade para o besouro *Xanthogaleruca luteola* (Müller, 1766) (Coleoptera: Chrysomelidae) foi constatada (KHOSRAVI; SENDI, 2013). Para o besouro *Ips typographus* (Linnaeus & C., 1758) (Coleoptera: Curculionidae), *T. vulgaris* apresentou efeito tóxico e repelente (MUDRONČEKOVÁ et al., 2019). Em experimentos conduzidos com as pragas *S. oryzae*, *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792) (Coleoptera: Bostrichidae) e *T. castaneum* foi demonstrado que *T. vulgaris* pode ser usado como fumigante devido à sua alta volatilidade, eficácia e segurança (ROZMAN et al., 2007). Pode-se mencionar também o efeito de *T. vulgaris* sobre a mortalidade do inseto *Oryzaephilus surinamensis* (Linnaeus 1758) (Coleoptera: Silvanidae) (NESCI et al., 2011); repelência para o besouro *Ips typographus* (Linnaeus, 1758) (Coleoptera: Scolytidae) (MUDRONČEKOVÁ et al., 2019); atividade inseticida e repelente para o besouro *Meligethes aeneus* (Fabricius, 1775) (Coleoptera: Nitidulidae) (PAVELA, 2011); efeito letal para a broca-do-café *Hypothenemus hampei* (Ferrari, 1867) (Coleoptera: Curculionidae: Scolytinae) (MENDESIL et al., 2012) e toxicidade para o besouro *Xanthogaleruca luteola* (Müller, 1766) (Coleoptera: Chrysomelidae) (KHOSRAVI; SENDI, 2013).

Referente aos efeitos do OE de *T. vulgaris*, constatou-se repelência e atividade larvicida para *Aedes aegypti* (Linnaeus, 1762) (Diptera: Culicidae) (BARNARD, 1999; DE LA TORRE RODRIGUEZ et al., 2013; MAIA et al., 2019), sendo evidenciado o mesmo para larvas de *Anopheles stephensi* Liston, 1901 (Diptera: Culicidae), *C.*

*quinquefasciatus* (AMER; MEHLHORN, 2006;PAVELA, 2008; PAVELA, 2009) e larvas de outros mosquitos (ZHU et al., 2006). Em ensaios de fumigação, *T. vulgaris* apresentou efeito tóxico para a mosca do cogumelo, o sciarídeo *Lycoriella mali* Fitch (Diptera: Sciaridae) (CHOI et al., 2006) e também para a mosca doméstica *M. domestica* (PAVELA, 2007).

Referente aos efeitos do OE de *T. vulgaris* sobre insetos da ordem Hemiptera verificou-se mortalidade de mosca-branca *Bemisia tabaci* (Gennadius, 1889) (Hemiptera: Aleyrodidae); repelência para o pulgão-da-aveia *Rhopalosiphum padi* (Linnaeus, 1758) (Hemiptera: Aphididae) (GRULOVÁ et al., 2017). Evidenciou-se atividade ovicida desse OE para o percevejo *Nezara viridula* (Linnaeus, 1758) (Hemiptera: Pentatomidae) (WERDIN GONZÁLEZ et al., 2011). A repelência de *T. vulgaris* foi registrada para *Frankliniella occidentalis* (Pergande 1895) (Thysanoptera: Thripidae) (PICARD et al., 2012). O OE de *T. vulgaris* foi inofensivo para o parasitoide *Trissolcus basalus* (Wollaston, 1858) (Hymenoptera: Platygasteridae)(WERDIN GONZÁLEZ et al., 2013).

A atividade tóxica de *T. vulgaris* para outros artrópodes também foi registrada. Pesquisas evidenciaram atividade acaricida do OE de *T. vulgaris* para *Ornithonyssus sylviarum* (Acari: Macronyssidae) (ABDELFAH et al., 2018); *Dermacentor reticulatus* Fabricius, 1794 (Acari: Ixodidae) (ŠTEFANIDESOVÁ et al., 2017); *Tyrophagus putrescentiae* (Schrank, 1781) (Acari: Acaridae) (KIM et al., 2003; JEONG et al., 2008); *Dermanyssus gallinae* (De Geer, 1778) (Acari: Dermanyssidae) (KIM et al., 2004); *Dermatophagoides* spp. (LEE et al., 2010); *T. urticae* (LIM et al., 2011; CHITGAR et al., 2013) e *Oligonychus afrasiaticus* (Mc Gregor, 1939) (Acari: Tetranychidae) (SOHRABI; KOHANMOO, 2017).

### 3.2.3 *Pogostemon cablin*

**Sinonímia:** *Mentha auricularia* Blanco, *Mentha cablin* Blanco, *Pogostemon battakianus* Ridl., *Pogostemon javanicus* Backer ex Adelb., *Pogostemon mollis* Hassk., *Pogostemon patchouli* var. *suavis* (dez.) Hook. f., *Pogostemon patchouly* Pellet., *Pogostemon tomentosus* Hassk. (Lamiaceae — The Plant List, 2021).

O OE de *P. cablin* tem coloração castanha e odor amadeirado e apresenta como principal componente o patchoulol (CARRILLO et al., 2010). Estudos demonstraram que sua utilização ocorre há centenas de anos, devido à presença de vários compostos bioativos que provocam efeitos antimicrobiano, antioxidante e anti-inflamatório (JUNREN et al., 2021; LEE et al., 2020).

Apesar de não terem sido encontrados trabalhos que reportaram a toxicidade de *P. cablin* para *S. frugiperda*, a atividade inseticida para outras espécies do gênero *Spodoptera* já foi relatada. Pode-se mencionar a atividade inseticida de *P. cablin* para *S. littoralis* em ensaios de aplicação tópica e fumigação (PAVELA, 2005). Estudos com o constituinte principal do óleo de *P. cablin* (patchoulol), demonstraram sua atividade inseticida, sendo que em ensaio de ingestão, sem escolha, observou-se atividade anti-alimentar. Nesse mesmo estudo, verificou-se que *P. cablin* apresentou atividade larvicida via ingestão e por contato, bem como inibitória do crescimento de larvas e pupas de *S. litura* e *Spodoptera exigua* (Hübner, 1808) (Lepidoptera: Noctuidae) (HUANG et al., 2014). Foi observada mortalidade de 95% de lagartas de *S. exigua* tratadas com OE de *P. cablin* (MURCIA-MESEGUER et al., 2018).

Para insetos da ordem Hymenoptera, o OE e a nanoformulação de *P. cablin* apresentaram efeitos letal e subletais para formigas cortadeiras do gênero *Atta*, caracterizando-se como potencial formicida para o manejo dessa praga (ROCHA, 2015). O efeito repelente do OE de *P. cablin* foi evidenciado para três espécies de formigas urbanas, *Camponotus melanoticus* Emery, 1894 (Hymenoptera: Formicidae), *Camponotus novogranadensis* Mayr, 1870 (Hymenoptera: Formicidae) e *Dorymyrmex thoracicus* Gallardo, 1916 (Hymenoptera: Formicidae) (ALBUQUERQUE et al., 2013).

A atividade inseticida do OE de *P. cablin* também foi registrada para lepidópteros. Toxicidade e repelência foram verificadas para a traça *Tineola bisselliella* (Hummel, 1823 (Lepidoptera: Tineidae) (DETMERS et al., 1992). A atividade repelente foi constatada para lagartas da mariposa *Cydia pomonella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Tortricidae), uma praga cosmopolita que ataca principalmente a cultura da macieira (LANDOLT et al., 1999). Pesquisas demonstraram o potencial inseticida de *P. cablin* para o controle de *Choristoneura rosaceana* (Harris, 1841) (Lepidoptera: Tortricidae) e *Trichoplusia ni* (Hübner, 1802) (Lepidoptera: Noctuidae) (MACHIAL et al., 2010).

Para dípteros, o óleo de *P. cablin* demonstrou significativo potencial inseticida para a mosca doméstica, *M. domestica* em ensaio de aplicação tópica (PAVELA, 2008). Efeito repelente foi verificado para o mosquito vetor da dengue *A. aegypti* (TRONGTOKIT et al., 2005). Relatou-se atividade larvicida para o mosquito *Culex pipiens pallens* L. (Diptera: Culicidae) (PARK; PARK, 2012). Foi evidenciado potencial de aplicação como biopesticida para o controle do mosquito *Aedes albopictus* (Skuse, 1894) (Diptera: Culicidae), que é vetor de doenças como malária, dengue, febre amarela e vírus Zika (GA'AL et al., 2018).

A atividade tóxica de *P. cablin* para coleópteros também é reportada. No que diz respeito às pragas de grãos armazenados, o OE de *P. cablin* apresentou alta atividade larvicida contra *Trogoderma granarium* (Everts, 1899) (Coleoptera: Dermestidae), *T. confusum* e *Tenebrio molitor* (Linnaeus, 1758) (Coleoptera: Tenebrionidae) (KAVALLIERATOS et al., 2021). Repelência significativa foi constatada contra o besouro-da-farinha *T. castaneum* (Herbst 1797) (Coleoptera: Tenebrionidae) (BAGADE et al., 2021). Outros estudos destacaram toxicidade de *P. cablin* para *Lasioderma serricornis* (Fabricius 1792) (Coleoptera: Anobiidae) (FENG et al., 2019).

Em vários trabalhos foi demonstrado a toxicidade de *P. cablin* para outros artrópodes. Pode-se mencionar a atividade acaricida para o ácaro *Tetranychus cinnabarinus* (Boisduval, 1865) (Acari: Tetranychidae) (CHENG et al., 2020). Foi demonstrado potencial como fonte de inseticidas e repelentes naturais de *P. cablin* contra a barata *Blattella germanica* (Linnaeus, 1767) (Blattodea: Blattellidae) (LIU et al., 2015). Bioensaios também comprovaram a repelência e toxicidade de *P. cablin* contra o cupim subterrâneo *Coptotermes formosanus* Shiraki 1909 (Isoptera: Rhinotermitidae) (ZHU et al., 2003), cupim de madeiras *Nasutitermes corniger* (Motschulsky, 1855) (LIMA et al., 2013) e aos cupins dos gêneros *Amitermes* e *Microcerotermes* (Isoptera: Termitidae) (BACCI et al., 2015).

#### 3.2.4 *Salvia sclarea*

**Sinonímia:** *Aethiopis sclarea* (L.) Fourr., *Salvia altilabrosa* Pan, *Salvia calostachya* Gand., *Salvia coarctata* Vahl, *Salvia foetida* Lam., *Salvia hematodes* Scop., *Salvia lucana* Cavara e Grande, *Salvia pamirica* Gand.,



*Salvia pamirica* (Gand.) Nyman, *Salvia simsiana* Schult., *Salvia turkestanica* Noter, *Sclarea vulgaris* Mill. (Lamiaceae — The Plant List, 2021)

O OE de *S. sclarea* apresenta coloração amarelada com odor fresco, sendo que o principal componente é o acetato de linalila (MAHBOUBI, 2020). Trabalhos apontam a diversidade de utilizações dos óleos do gênero *Salvia* (SHARIFI-RAD et al., 2018; MAHBOUBI, 2020), entre eles o efeito repelente contra artrópodes (KAYEDI et al., 2013).

Estudos vêm destacando o potencial da espécie *S. sclarea* para ser utilizada como um pesticida de origem biológica (BOZOK; ULUKANLI, 2016). Existem registros da atividade inseticida de extratos de *S. sclarea* para a lagarta-do-cartucho, *S. frugiperda* (KOUZI et al., 1996) e a toxicidade de seu OE para *Callosobruchus maculatus* (Fabricius, 1775) (Coleoptera: Bruchidae) (NABAVI et al., 2011).

O OE de *S. sclarea* tem ação inseticida contra o pulgão *Lipaphis pseudobrassicae* (Davis, 1914) (Hemiptera: Aphididae), causando grande mortalidade em cerca de 1 h após a aplicação (SAMPSON et al., 2005). O efeito repelente de *S. sclarea* foi constatado para o mosquito *A. albopictus* (CONTI et al., 2012; NAJAR et al., 2020). Observou-se 50% na mortalidade de lagartas de *S. littoralis* (PAVELA, 2012). Também foi reportada a toxicidade para larvas do mosquito *C. pipiens* (Linnaeus, 1758) (Diptera: Culicidae) (SEREF GÜN et al., 2011) e para *Camptomyia corticalis* (Loew 1851) (Diptera: Cecidomyiidae) (KIM et al., 2012). Análises, em que foram empregadas diferentes concentrações do extrato aquoso de *S. sclarea*, demonstraram sua toxicidade para a mosca *Trialeurodes vaporariorum* (Westwood, 1856) (Hemiptera: Aleyrodidae) (ŠUĆUR et al., 2015).

### 3.3 Nanoformulações

Como alternativa para potencializar a ação de inseticida de OEs, tem-se investido inúmeros esforços no uso da nanotecnologia. Essa tecnologia consiste na

caracterização, fabricação, manipulação e aplicação de estruturas, sejam elas biológicas ou não, em escala de medida nanométrica (um nanômetro equivale a um bilionésimo do metro ou um milionésimo do milímetro) (ASSIS et al., 2012). Essa tecnologia apresenta-se como uma das mais promissoras e pioneiras no que diz respeito à produção de alimentos em agricultura sustentável, sendo possível a criação de agentes, tais como nanopesticidas naturais (ASHRAF et al., 2021; KUMAR et al., 2019; MENOSSI et al., 2021).

Diante das dificuldades encontradas na formulação e aplicação de OEs como inseticidas botânicos, tais como: instabilidade, volatilidade, insolubilidade em água, entre outras, as nanoformulações apresentam potencial para aumentar a eficiência e efetividade destes OEs (BILIA et al., 2014). Em sua escala de tamanho, as nanoformulações diferem em suas propriedades físicas, químicas e biológicas, quando comparadas aos materiais na escala macro (KAH; HOFMANN, 2014; MONTEFUSCOLI et al., 2014).

Existem diferentes tipos de nanosistemas, entre eles têm-se as nanoemulsões. As nanoemulsões podem ser definidas como misturas entre óleo e água, estabilizadas por um tensoativo em fase aquosa, que por estar em menor tamanho impedem a sedimentação, oferecendo maior estabilidade para o óleo, visto que as moléculas ativas são dissolvidas e/ou adsorvidas sobre o núcleo oleoso da nano estrutura (DIAS et al., 2014; MONTEFUSCOLI et al., 2014). Para formação de uma nanoemulsão é necessária a utilização da energia de dispositivos mecânicos ou químicos, sendo que de maneira mecânica, é necessário gerar uma taxa de cisalhamento capaz de deformar a partícula, o que pode ser obtido por homogeneizadores de alta pressão, geradores ultrassom, ou agitação vigorosa (KOURNIATIS et al., 2010).

Ressalta-se que nas nanoemulsões o tamanho das gotículas dispersas estão em uma escala nanométrica; em geral, as gotículas apresentam uma faixa de tamanho compreendida aproximadamente entre 20 e 500 nanômetros, conferindo estabilidade e evitando sedimentação (PONGSUMPUN et al., 2020; KOURNIATIS et al., 2010; SHARMA et al., 2010). Entretanto, não existe consenso sobre a faixa de tamanho exata das gotículas para que o sistema seja considerado uma nanoformulação, sendo necessário o diálogo sobre essa definição, que sofre variações de acordo com a área de estudo em que está sendo abordada e as características conferidas às gotículas em detrimento ao material de origem (BOVERHOF et al., 2015).

As vantagens das nanoemulsões são conferidas, principalmente, pela melhor dispersão e estabilidade das gotículas, que se encontram em escala nanométrica; tais fatores podem: i) melhorar as propriedades físico-químicas e aumentar a atividade biológica do OE; ii) possibilitar melhor distribuição, penetração e ação no alvo; iii) aumentar a persistência no ambiente e iv) reduzir a necessidade de ingrediente ativo necessária para atingir o organismo alvo (REGNAULT-ROGER et al., 2012b; BILIA et al., 2014; KAH, HOFMANN, 2014 PIRES, DE MOURA, 2017;MOKRINI, BOUHARROUD 2019; ; GAHUKAR, 2020;; ).

Pesquisas à respeito da toxicidade de nanoemulsões vêm sendo conduzidas em várias partes do mundo. Por exemplo, foi avaliada a toxicidade de nanoemulsões do OE de *Pelargonium roseum* (Andr.) (Geraniaceae.) para o mosquito *Anopheles stephensi* Liston, 1901 (Diptera: Culicidae). A nanoemulsão do OE de *P. roseum* apresentou-se como uma boa opção para uso como larvicida, visto que todas as nanoformulações foram no mínimo 20% mais eficazes que o óleo em sua forma convencional (DEHGHANKAR et al., 2021). Outro exemplo a ser mencionado é que a nanoemulsão de *Lippia multiflora* Mold (Verbenaceae) mostrou-se tão eficaz quanto o inseticida sintético utilizado para o controle da praga do repolho *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae) (TIA et al., 2021).

## 4.0 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Obtenção de OEs

Os OEs provenientes de *L. angustifolia*, *P. cablin*, *S. sclarea* e *T. vulgaris* foram obtidos da indústria Ferquima LTDA de Vaagem Grande, São Paulo (Tabela 1).

**Tabela 1**— Nome comercial, científico, INCI, método de extração e origem dos óleos essenciais de plantas da família Lamiaceae empregados nesse estudo. UTFPR, Santa Helena- PR, 2022.

Nome comercial	Nome Científico	Nome INCI	Método de Extração	Origem
<b>Óleo Essencial de Lavanda Russa</b>	<i>Lavandula angustifolia</i>	<i>Lavandula angustifolia</i> Oil	Destilação a vapor das flores	Indonésia
<b>Óleo Essencial de Patchouli</b>	<i>Pogostemon cablin</i>	<i>Pogostemon cablin</i> Oil	Destilação a vapor das folhas	Indonésia

<b>Óleo Essencial de <i>Salvia sclarea</i></b>	<i>Salvia sclarea</i>	<i>Salvia sclarea</i> Oil	Destilação a vapor das flores e folhas	França
<b>Óleo Essencial de Tomilho Branco</b>	<i>Thymus vulgaris</i>	<i>Thymus vulgaris</i>	Destilação a vapor das flores / folhas	Espanha

Fonte: Autoria própria

## 4.2 Caracterização química dos OEs

A caracterização química dos OEs foi conduzida na Universidade Federal de Viçosa, Campus Rio Paranaíba. Empregou-se cromatógrafo gasoso acoplado a um espectrômetro de massa (modelo QP2010, Shimadzu, Japão), equipado com uma coluna capilar RTX<sup>®</sup>-5MS (30 m × 0,25 mm ID × 0,25 µm de espessura do filme; Restek). O gás de arraste empregado foi hélio a 1,0 mL min<sup>-1</sup>. Foram usadas as seguintes condições, de acordo com método descrito por Adams (2007): (1) injetor no modo split/splitless a 220 °C; (2) proporção de divisão de 1:20; (3) temperatura inicial da coluna de 60 °C; (4) taxa de elevação da temperatura da coluna de 2 °C min<sup>-1</sup> até 200 °C e então 5 °C min<sup>-1</sup>; (5) temperatura final da coluna de 250 °C; (6) temperatura da interface entre o cromatógrafo gasoso e o espectrômetro de massa foi de 220 °C; (7) impacto de elétrons a 70 eV; (8) intervalo de análises de massa/carga (m/z) de: 45–400 e (9) tempo de aquisição do espectro de massa foi de 0,5 s.

Uma solução de alcanos lineares homólogos, contendo átomos de carbono C9-C20, foi usada como padrão externo. Todos os espectros de massa foram comparados aos da NIST 05 Mass Spectral Library (2005) e todos os picos no cromatograma com índice de similaridade abaixo de 90% foram considerados não identificados. Para cada um dos picos restantes, o índice aritmético (AI) foi calculado de acordo com a seguinte fórmula:  $AI = \{100Pz + 100 [(RT - RTPz)/(RTPz + 1 - RTPz)]\}$ , onde Pz = número de átomos de carbono do alcano linear com tempo de retenção imediatamente inferior ao da substância a ser identificada no cromatograma; RT = tempo de retenção (min) da substância a ser identificada no cromatograma; RTPz = tempo de retenção (min) do alcano linear com número de átomos de carbono igual a Pz, e RTPz + 1 = tempo de retenção (min) do alcano linear com número de átomos de carbono igual a Pz + 1. Substâncias com valores calculados de AI correspondendo a um erro  $\geq 3\%$  em relação ao AI descrito por Adams (2007) foram considerados não identificados.

### 4.3 Ensaio com *S. frugiperda*

Para os bioensaios foram empregadas lagartas provenientes de segunda postura de adultos mantidos em condições de laboratório, pois estudos de biologia relatam que é essa postura apresenta maior viabilidade (BORTOLI et al., 2012). As lagartas foram alimentadas com dieta artificial constituída de feijão (166,66 g), gérmen de trigo (79,20 g), levedo de cerveja (50,70 g), ácido sórbico (1,65 g), ácido ascórbico (5,10 g), nipagin (3,15 g), formaldeído (4,15 mL), 4,15 mL de solução inibidora (ácido propiônico 18 mL; ácido fosfórico 43 mL; água 540 mL); ágar (30 g); água destilada (750 mL) e caldo de feijão (750 mL) (Parra, 2001). Aos adultos foi ofertada solução aquosa de mel a 10%. Todos os bioensaios foram conduzidos em delineamento experimental inteiramente aleatorizado. A criação e os ensaios foram mantidos em sala climatizada com temperatura de  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ , fotofase de 12 h e umidade de  $70 \pm 10\%$ . Cada bioensaio foi repetido duas vezes em dias diferentes.

#### 4.3.1 Screening da atividade inseticida dos OEs em ensaio de aplicação tópica

Para a seleção de OEs com atividade inseticida para *S. frugiperda* em ensaio de aplicação tópica, os OEs foram testados na dose de 100  $\mu\text{g}$ /lagarta. Para isso, os OEs de *L. angustifolia*, *P. cablin*, *S. sclarea* e *T. vulgaris* (10 mg), foram solubilizados em acetona (100  $\mu\text{L}$ ). Alíquotas das soluções resultantes (1  $\mu\text{L}$ ) foram aplicadas com o auxílio de microseringa tipo Hamilton<sup>®</sup> sobre o dorso de *S. frugiperda*, com 72 h de idade, previamente alimentadas com dieta artificial. Os insetos foram transferidos para tubos de vidro (2,5 cm x 8,0 cm de altura) no qual continham pedaços de tamanhos iguais (1,0 cm x 1,5 cm de altura) de dieta artificial. Os tubos foram vedados com algodão hidrofílico.

O ensaio foi conduzido com 50 repetições por tratamento, sendo cada uma formada por uma lagarta mantida individualizada em um tubo de vidro. A testemunha negativa foi somente acetona. Avaliações de sobrevivência foram realizadas 24, 48, 72, 96 e 120 h após a aplicação, sendo considerado morto o inseto que não respondeu ao toque de um pincel de cerdas macias.

#### 4.3.2 Screening da atividade inseticida em ensaio de ingestão

Os OEs tiveram sua atividade inseticida avaliada para *S. frugiperda*, em ensaio de ingestão, na concentração de 1 mg de OE/mL de dieta. Dessa forma, os OEs de *L. angustifolia*, *P. cablin*, *S. sclarea* e *T. vulgaris* (200 mg) foram solubilizados em solução aquosa de Tween 80 a 1% (20 mL) e incorporados em dieta artificial (200 mL) (ALVES et al., 2016). Após resfriamento e solidificação, alíquotas da dieta (1,0 cm x 1,5 cm de altura) foram transferidas para tubos de vidro (2,5 cm x 8,0 cm de altura) onde foi inoculada uma lagarta com de 48 h de idade, previamente alimentada com dieta artificial. Os tubos de vidro foram vedados com algodão hidrófilico.

Foram realizadas 50 repetições por tratamento, sendo cada uma representada por uma lagarta, mantida individualizada em tubo de vidro. As testemunhas negativas foram dieta acrescida de água e de solução aquosa de Tween 80 a 1%. Avaliações de sobrevivência foram realizadas 24, 48, 72, 96 e 120 h após o oferecimento da dieta contendo os tratamentos aos insetos, sendo considerado morto o inseto que não respondeu ao toque de um pincel de cerdas macias.

#### 4.3.3 Determinação da relação dose-resposta

Foram empregados nesse ensaio os OEs de *L. angustifolia*, *P. cablin*, *S. sclarea* e *T. vulgaris*, que foram tóxicos para *S. frugiperda* em ensaio de aplicação tópica (subitem 4.3.1). Os OEs foram solubilizados em acetona nas concentrações 1; 3,16; 12; 32 e 100 µg de OE/µL, as quais foram determinadas por progressão aritmética em ensaios prévios. Sequencialmente, as soluções resultantes foram aplicadas topicamente sobre o dorso das lagartas com auxílio de microseringa tipo Hamilton<sup>®</sup>, conforme descrito no subitem 4.3.1.

Foram usadas 50 repetições por tratamento, sendo cada uma constituída por uma lagarta que foi individualizada em tubo de vidro. A testemunha negativa foi acetona e a positiva foi cipermetrina (Cypermethrin, Sigma-Aldrich, pureza de 99,0%) nas doses de 0,0001; 0,0017; 0,032; 0,5623 e 10 µg/lagarta. As avaliações de sobrevivência foram realizadas 24, 48, 72, 96 e 120 h após a aplicação, sendo considerado morto o inseto que não respondeu ao toque de um pincel de cerdas macias.

A sobrevivência dos insetos, ao longo do tempo, foi usada para a construção de curvas de sobrevivência e para estimar o tempo letal mediano (TL<sub>50</sub>). Ao passo que os dados referentes à sobrevivência dos insetos após 24 h da aplicação dos tratamentos foram

empregados para determinação da resposta dose-mortalidade e estimativa dos valores de dose letal mediana (DL<sub>50</sub>) e dose letal para 90% da população (DL<sub>90</sub>) (subitem 4.4)

#### **4.3.4 Determinação da relação concentração-resposta**

O OE de *P. cablin* foi submetido a esse ensaio porque foi bioativo em ensaio de ingestão (subitem 4.3.2). Diferentes concentrações de *P. cablin* foram solubilizadas em solução aquosa de Tween 80 a 1% e incorporadas à dieta artificial. As concentrações testadas foram selecionadas por meio de progressão aritmética e de ensaios prévios. Deste modo, foi possível determinar intervalos de concentrações que causaram mortalidade dos insetos entre 20% a 80%. As concentrações do OE foram de 0,5; 0,7; 1; 1,5; 2 mg do OE/mL de dieta. Pedacos de dieta (1,5 cm de diâmetro x 1,3 cm de altura) foram transferidos para tubos de vidro (2,5 cm x 8,0 cm de altura) contendo uma lagarta, conforme descrito no subitem 4.3.2.

A testemunha positiva foi óleo vegetal de neem puro (Destilaria Bauru), sendo o ensaio realizado conforme procedimento descrito anteriormente, nas concentrações 0,5; 1; 2,5; 5 mg do OE/mL de dieta.

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado com 50 repetições por tratamento, sendo considerada a parcela experimental uma lagarta, mantida em tubo de vidro individualizado. A testemunha negativa foi dieta acrescida de água e de solução aquosa de Tween 80 a 1%.

As avaliações foram realizadas à cada 24 h por um período de 168 h. Após 168 h da exposição dos insetos à dieta contendo os tratamentos, as lagartas tiveram o peso mensurado. Os dados referentes à sobrevivência dos insetos foram empregados para a construção de curvas de sobrevivência ao longo do tempo e o TL<sub>50</sub> foi estimado. Os dados de sobrevivência dos insetos após 24 h da aplicação dos tratamentos foram usados para estimar a concentração letal mediana (CL<sub>50</sub>) e concentração letal para 90% da população (CL<sub>90</sub>).

#### **4.3.5 Preferência e consumo alimentar de *S. frugiperda* pelo OE de *P. cablin***

O OE de *P. cablin* foi selecionado para realização deste ensaio por causar redução no peso das lagartas de *S. frugiperda* em ensaio anterior (subitem 4.3.4). O OE (100 mg) foi solubilizado em solução aquosa de Tween 80 a 1% (10 mL) e incorporado à

dieta artificial (100 mL). Em seguida, após o resfriamento e solidificação, pedaços de dieta (1,5 cm de diâmetro x 1,3 cm de altura), previamente pesados, foram dispostos equidistantemente em arena constituída de placa de Petri (15 cm de diâmetro x 1,9 cm de altura). Em cada arena colocaram-se dois pedaços de dieta, um contendo o tratamento com o OE e outro com a dieta contendo solução aquosa de Tween 80 a 1%.

Na placa de Petri do tratamento controle colocou-se um pedaço de dieta na qual foi acrescida água destilada e outro em que foi adicionada solução aquosa de Tween 80 a 1%. No centro de cada arena, foram liberadas cinco lagartas de *S. frugiperda*, com sete dias de vida que foram mantidas previamente sem alimento durante 2 h. Foram usadas alíquotas (1,0 cm de diâmetro x 1,5 cm de altura) da dieta para a determinação do peso seco, as quais foram mantidas nas mesmas condições experimentais, mas sem a presença das lagartas.

O bioensaio foi realizado em delineamento inteiramente ao acaso com quinze repetições por tratamento, sendo cada uma constituída por uma placa de Petri com cinco lagartas. A avaliação da não preferência das lagartas pela dieta contendo os OEs foi feita contando-se o número de lagartas presentes em cada tratamento após 24, 48 e 72 h da liberação dos insetos. Foram contabilizadas apenas aquelas lagartas que se encontraram sobre a dieta no momento da avaliação. Após 72 h da liberação das lagartas nas arenas, a dieta não consumida foi submetida à secagem em estufa a 45°C por 24 h para determinação de seu peso seco. O consumo alimentar dos insetos foi determinado pela seguinte fórmula: consumo alimentar (g) = peso seco inicial da dieta – peso seco final da dieta.

#### **4.3.6 Atividade inseticida do composto majoritário do OE de *P. cablin***

O composto majoritário do OE de *P. cablin*, o patchoulol (álcool pachouli, Cayman Chemical Company, pureza  $\geq 95\%$ ) foi submetido a ensaio de aplicação tópica seguindo os mesmos procedimentos descritos no subitem 4.3.1 Os tratamentos foram acetona (controle negativo), OE de *P. cablin* (10  $\mu\text{g}$  de OE/inseto) e patchoulol (5  $\mu\text{g}$  de substância/inseto).

Para o ensaio de ingestão foram empregados os mesmos procedimentos descritos em 4.3.2. Os tratamentos foram constituídos pelos controles negativos, dieta acrescida de água e de solução aquosa de Tween 80 a 1%; OE de *P. cablin* (0,966 mg de OE/mL de dieta) e patchoulol (0,41 mg de substância/mL de dieta).



Para a determinação da dose e concentração a ser empregada do patchoulol foi levada em consideração a porcentagem dessa substância encontrada na análise quantitativa por CG-EM, por meio da seguinte fórmula (Equação 1):

$$CST = COE \times TCM (\%) \quad \text{Equação 1}$$

Onde: CST é a concentração a ser testada; COE é a concentração do OE; e TCM o teor do composto majoritário presente no OE em porcentagem.

#### 4.3.7 Obtenção e caracterização da nanoemulsão do OE de *P. cablin*

O OE de *P. cablin*, por ter apresentado maior toxicidade para lagartas de *S. frugiperda* foi nanoemulsionado. As nanoemulsões (NEs) foram obtidas no Laboratório de Biologia e Ecologia de Invertebrados da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, campus Santa Helena, utilizando-se de Dispersor Ultra Turrax (IKA® T10 basic S032, Homogenizer Workcenter). Empregaram-se diferentes combinações de emulsificantes (Tabela 2). Para a obtenção das nanoemulsões (Figura 1), diferentes dispersantes (0,25 g) foram solubilizados em água (2,25 mL) para a obtenção da fase 1. A fase 2 foi obtida pela mistura entre o dispersante (0,25 g), OE de *P. cablin* (0,25 g) e água (2,0 mL). A fase 2 foi gradualmente injetada (200 µL), utilizado-se de uma pipeta, na fase 1 na rotação de 9.500 rpm em Ultra Turrax. Após o OE ser injetado na fase 1, a mistura permaneceu em agitação no Ultra Turrax nas rotações de 11.500, 14.500, 20.500 rpm por 3 minutos, permanecendo 15 min em uma rotação de 30.000. Após atingir a rotação máxima, a velocidade foi reduzida à cada 3 minutos, obtendo-se as nanoemulsões. A estabilidade das nanoemulsões foi avaliada por observação visual após o armazenamento por 24 h, em diferentes temperaturas (5, 25 e 40° C) e centrifugação por 10 min a 2191 × g. A nanoemulsão denominada PCNE 6 foi selecionada por apresentar estabilidade nas três condições avaliadas.

**Tabela 2** - Materiais empregados para a obtenção das nanoemulsões do óleo essencial de *Pogostemon cablin*. UTFPR, Santa Helena- PR, 2021.

Nanoemulsões	Fase 1	Fase 2
PCNE 1	*Emulsiogen TS160	****Tween 24LQ + OE
PCNE 2	Emulsiogen TS160	*****Tween 80 + OE
PCNE 3	**Emulsiogen EL360	Tween 24LQ + OE
PCNE 4	Emulsiogen EL360	Tween 80 + OE

PCNE 5	Emulsiogen TS160	Solub'oil + OE
PCNE 6	***Solub'oil	Emulsiogen TS160 + OE
PCNE 7	Emulsiogen EL360	Solub'oil + OE
PCNE 8	Solub'oil	Emulsiogen EL360 + OE

Fonte: Autoria própria. \*Emulsiogen TS160: Nome químico: Tristyryl phenol-polyethylene glycol ether, Clariant Produkte®. \*\*Emulsiogen EL360: Ethoxylated vegetable oil, Clariant Produkte®; \*\*\*Solub'oil: Solubilizante emulsificante, General Chemicals; \*\*\*\*Tween 24LQ: Monolaurato de sorbitano PEG-16, Croda do Brasil LTDA®; \*\*\*\*\*Tween 80: Polissorbato, Exodo Científica.

**Figura 1** – Método empregado para a obtenção das nanoemulsões do óleo essencial de *Pogostemon cablin*.

Para a obtenção da nanoemulsão a fase 2 foi injetada na fase 1, sob agitação em aparelho

UltraTurrax® T10 basic.



Fonte: Autoria própria.

A caracterização da PCNE 6 foi realizada na UNESP/Sorocaba pelas técnicas de espalhamento dinâmico de luz (Dynamic Light Scattering, DLS), microeletroforese e microscopia de força atômica (Atomic Force Microscopy, AFM). As medidas de distribuição de tamanho, índice de polidispersibilidade (Polydispersity Index, PDI) e potencial zeta ( $\zeta$ ) foram conduzidas com as amostras nos períodos de 0, 30 e 60 dias após a obtenção. As nanoemulsões foram diluídas previamente em água ultrapura (1:200, v/v) e as medidas realizadas em triplicata usando um equipamento Zetasizer Nano ZS, Malvern Instruments. As micrografias por AFM foram obtidas para avaliação da morfologia e distribuição de tamanho das nanopartículas na nanoemulsão do OE de *P. cablin*. O material foi diluído em água ultrapura (1:15.000, v/v), aplicado em placas de silício e submetido à secagem em dessecador. As medidas foram realizadas em equipamento Nanosurf® Easy Scan 2 Basic AFM (Padrão BT02217, Suíça), operado em

modo não-contato, com um cantilever TapA1-G (BudgetSensors®, Bulgária) com taxa de varredura de 90 Hz. As imagens foram processadas usando o software Gwyddion.

#### 4.3.8 Atividade inseticida da nanoemulsão do OE de *P. cablin* (PCNE)

A nanoformulação de *P. cablin* (PCNE) foi utilizada em ensaio de ingestão com *S. frugiperda*, seguindo os procedimentos descritos no subitem 4.3.2. As concentrações empregadas foram de 0,5; 0,625; 0,8; 1 e 1,25 mg do OE/mL de dieta.

#### 4.4 Análise estatística

Para realização da análise conjunta dos dados referentes aos ensaios repetidos duas vezes em dias diferentes, realizou-se o teste de Bartlett ( $p \geq 0,05$ ). 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. Foi estimado o tempo letal mediano ( $TL_{50}$ ) para cada tratamento (subitens 4.3.1; 4.3.2; 4.3.3; 4.3.4; 4.3.6 e 4.3.8).

Para a determinação da relação dose-resposta e concentração-resposta (subitens 4.3.3 e 4.3.4) os dados de mortalidade foram submetidos à análise de logit. Para o cálculo da dose e concentração letal mediana ( $DL_{50}$ ;  $CL_{50}$ ), e dose letal e concentração letal para 90% da população ( $DL_{90}$ ;  $CL_{90}$ ) foi empregada a fórmula:

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

Os dados referentes ao peso das lagartas (subitem 4.3.4) não atenderam os pressupostos de normalidade e homocedasticidade e foram submetidos ao teste não paramétrico de Kruskal-Wallis.

No ensaio de preferência e consumo alimentar com chance de escolha (subitem 4.3.5) foi empregado o teste de  $\chi$ . Todas as análises estatísticas foram realizadas por meio do software R® (TEAM, 2016).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Caracterização química dos OEs

Para o OE de *L. angustifolia* o majoritário foi bergamiol. O acetato de linalol foi o composto majoritário de *S. sclarea*. Para *T. vulgares* foi o timol. Para o OE de *P. cablin* o composto presente em maior quantidade foi álcool Patchouli (Tabela 3).

**Tabela 3** – Caracterização química dos óleos essenciais das lamiáceas *Lavandula angustifolia* Mill., *Thymus vulgaris* L., *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth. e *Salvia sclarea* L. utilizando empregando-se Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas. Universidade Federal de Viçosa, 2021.

Nome Simplificado	Area %	Probabilidade	Fórmula Molecular	**IR(Calc)	***AI=IR(Adams)
<i>Lavandula angustifolia</i>					
Linalol	1,66	96	C10H18O2	1085,92	1084
β-Linalol	1,43	98	C10H18O	1100	1095
Camphol	1,43	95	C10H18O	1162	1169
4-terpineol	2,24	95	C10H18O	1174	1174
Bergamiol	33,53	97	C12H20O2	1256	1254
Acetato de lavanda	3,58	95	C12H20O3	1291	1288
NI*	1,9				
NI*	2,06				
NI*	2,05				
NI*	2,82				
Óxido de cariofileno	3,48	95	C15H24O	1575	1582
<i>Pogostemon cablin</i>					
Álcool Diacetona	1,05	96	C6H12O2	833	831
α-Patchoulene	2,46	92	C15H24	1447	1454
α-Bulnesene	3,40	95	C15H24	1501	1509
Álcool Patchouli	55,09	90	C15H26O	1650	1656

<b>Corymbolone</b>	2,36	92	C15H24O2	1873	1853-1898 (KOVATS)
<i>Salvia sclarea</i>					
<b>Linalol</b>	15,88	97	C10H18O	1100	1095
<b>Alfa terpineol</b>	0,83	91	C10H18O	1188,38	1186
<b>Acetato Linalol</b>	76,59	96	C12H20O2	1256	1254
<i>Thymus vulgaris</i>					
<b>NI*</b>	6,55			1022	1020
<b>1,8 Cineole</b>	2,53	93	C10H18O	1028	1026
<b>Terpinene &lt;math&gt;\gamma&lt;/math&gt;-&gt;</b>	1,73	95	C10H16	1055	1054
<b><math>\beta</math>-Linalol</b>	12,82	97	C10H18O	1099	1095
<b>Camphor</b>	3,51	97	C10H16O	1140	1141
<b>Isoborneol</b>	1,11	93	C10H18O	1153	1155
<b>Camphol</b>	1,99	95	C10H18O	1162	1165
<b>Terpinen-4-ol</b>	1,79	94	C10H18O	1174	1174
<b>Timol</b>	55,69	95	C10H14O	1295	1289
<b>Carvacrol</b>	6,06	94	C10H14O	1303	1298
<b>NI*</b>	1,55			1572	1582

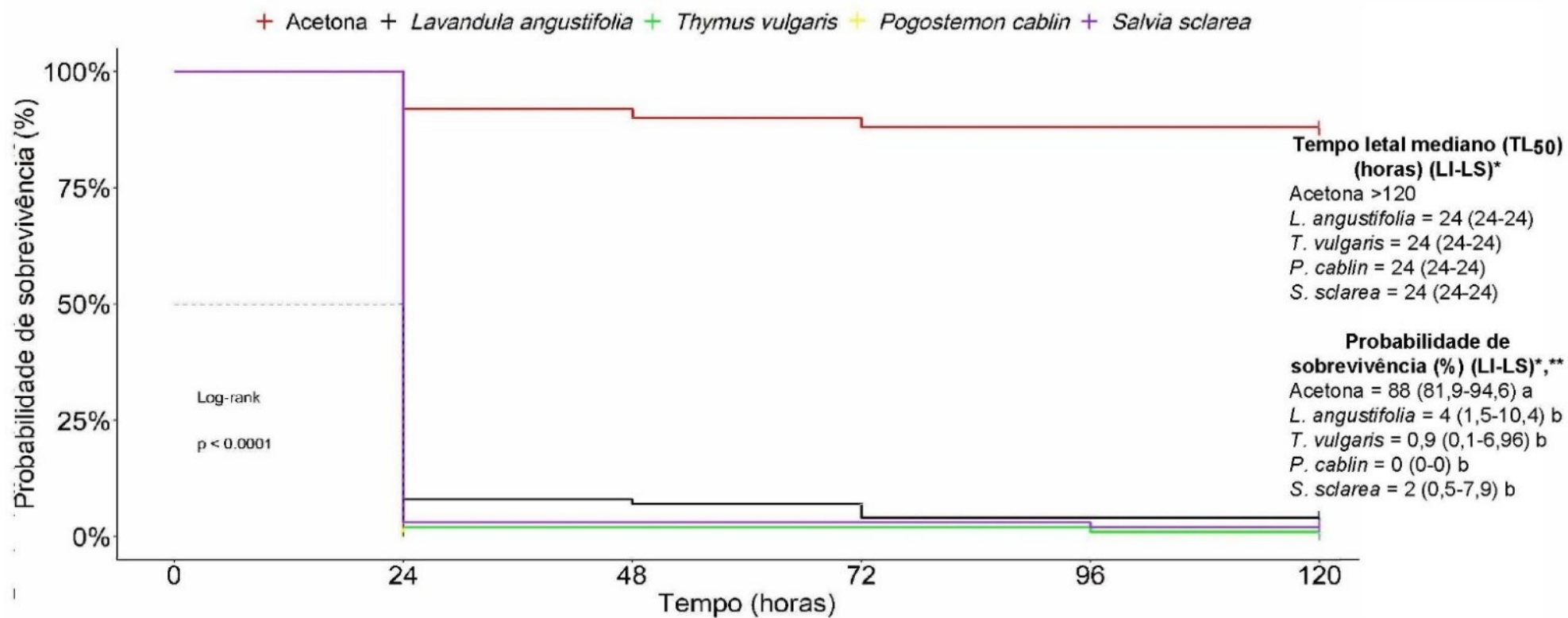
\*NI = não identificado. \*\*AR = índice aritmético calculado. \*\*\*AR = índice aritmético descrito por Adams (2007).

Fonte: A autoria própria.

## 5.2 Screening da atividade inseticida de OEs em ensaio de aplicação tópica

No que diz respeito ao screening da atividade inseticida dos OEs em ensaio de aplicação tópica, todos os OEs apresentaram toxicidade para *S. frugiperda* ( $\chi^2 = 406$ ; gl= 4;  $p \leq 0,01$ ). Para o controle acetona, as lagartas apresentaram probabilidade de sobrevivência de 88% após as 120 h de avaliação, diferindo dos demais tratamentos. O TL<sub>50</sub> (tempo necessário para matar 50% da população na dose testada) foi de 24 h e as probabilidades de sobrevivência dos insetos tratados com todos os OEs testados variaram de 0 a 4%, havendo sobreposição entre os intervalos de confiança (Figura 2).

**Figura 2** – Sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* após aplicação tópica de óleos essenciais de plantas da família Lamiaceae, na dose de 100 µg/lagarta.



Fonte: autoria própria.

### 5.3 Screening da atividade inseticida de OEs em ensaio de ingestão

Em screening da atividade inseticida dos OEs em ensaio de ingestão, evidenciou-se diferença entre os tratamentos ( $\chi^2 = 223$ ; gl= 5;  $p < 0,01$ ). Os OEs de *L. angustifolia*, *T. vulgaris* e *S. sclarea* não diferiram das testemunhas negativas (água e solução aquosa de Tween 80 a 1%) após 168 h de avaliação ( $TL_{50} > 168$  h). O OE de *P. cablin* apresentou toxicidade para *S. frugiperda*, sendo que os insetos para que receberam dieta contendo o OE de *P. cablin* apresentaram  $TL_{50}$  de 24 h e a probabilidade de sobrevivência após 168 h foi de 26,4 % (Figura 3).





#### 5.4 Determinação da relação dose-resposta

O OE de *P. cablin* apresentou menores valores de doses letais para *S. frugiperda* ( $DL_{50} = 5,21 \pm 0,54 \mu\text{g/inseto}$ ;  $DL_{90} = 33,40 \pm 5,9358 \mu\text{g/inseto}$ ) ( $\chi^2 = 323$ ;  $gl=5$ ;  $p \leq 0,01$ ); seguido de *T. vulgaris* ( $DL_{50} = 6,78 \pm 0,78 \mu\text{g/inseto}$ ;  $DL_{90} = 63,66 \pm 13,78$ ) ( $\chi^2 = 294$ ;  $gl=5$ ;  $p \leq 0,01$ ); *L. angustifolia* ( $DL_{50} = 17,84 \pm 2,15 \mu\text{g/inseto}$ ;  $DL_{90} = 185,48 \pm 47,68$ ) ( $\chi^2 = 288$ ;  $gl=5$ ;  $p \leq 0,01$ ) e *S. sclarea* ( $DL_{50} = 20,35 \pm 2,27 \mu\text{g/inseto}$ ;  $DL_{90} = 162,34 \pm 37,00$ ) ( $\chi^2 = 315$ ;  $gl=5$ ;  $p \leq 0,01$ ). Para o ingrediente ativo cipermetrina os valores de  $DL_{50}$  e  $DL_{90}$  foram de  $0,014 \pm 0,003$  e  $1,24 \pm 0,54$  ( $\chi^2 = 211$ ;  $gl=5$ ;  $p \leq 0,01$ ) (Tabela 4; Apêndice A).

**Tabela 4** - Resposta dose-mortalidade de lagartas de *Spodoptera frugiperda* tratadas com os óleos essenciais de plantas da família Lamiaceae (*Lavandula angustifolia*, *Pogostemon cablin*, *Salvia sclarea* e *Thymus vulgaris*) UTFPR, Santa Helena - PR, 2021.

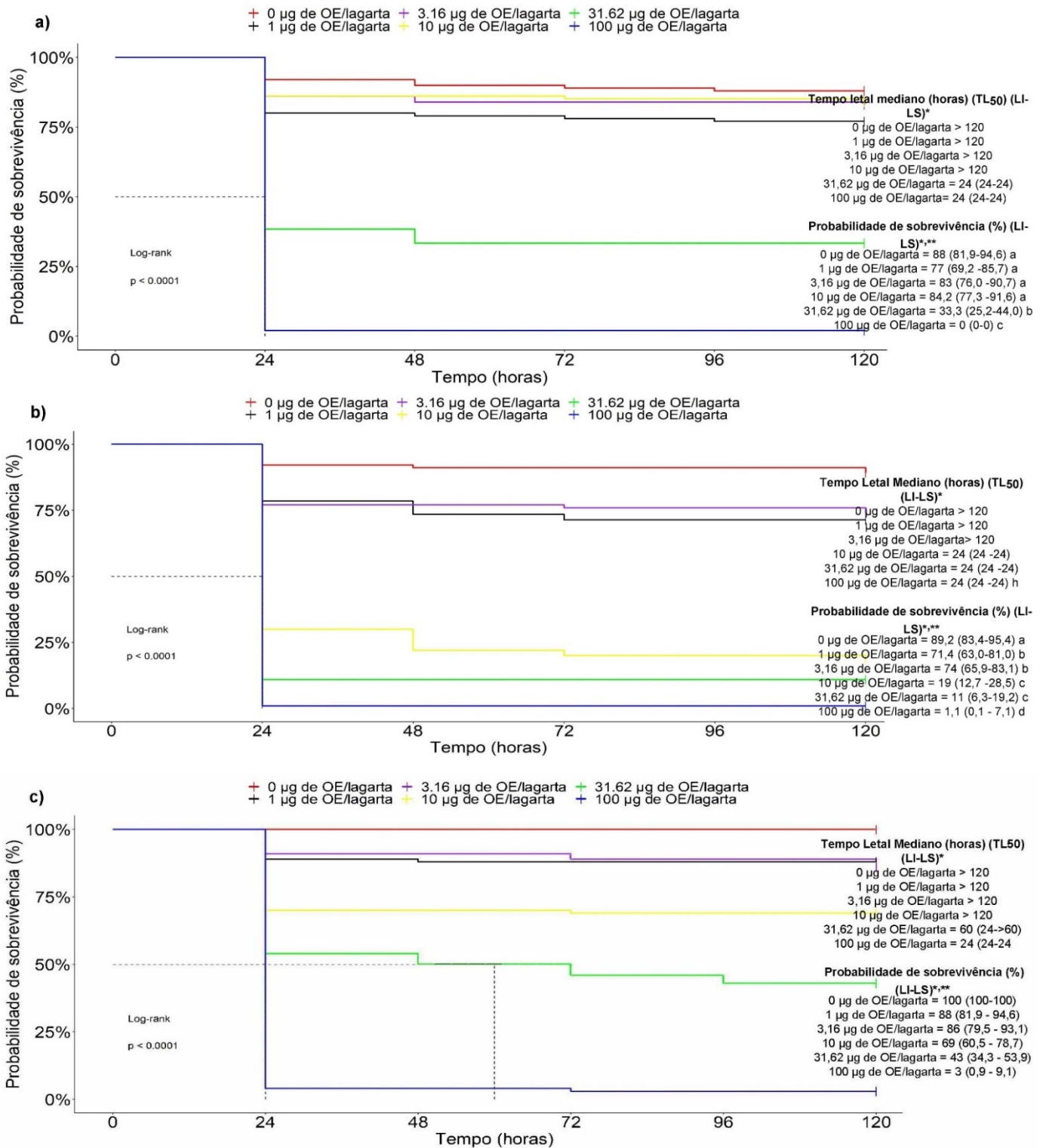
	df	X <sup>2</sup>	p	b	e	DL <sub>50</sub> (µg de OE/lagarta)	DL <sub>90</sub> (µg de OE/lagarta)
<i>L. angustifolia</i>	498	603,00	0,083	-0,930 ± 0,084	17,85 ± 2,15	17,84 ± 2,15	185,48 ± 47,68
<i>P. cablin</i>	498	453,50?	0,924	-1,183 ± 0,101	5,22 ± 0,540	5,21 ± 0,54	33,40 ± 5,94
<i>S. sclarea</i>	498	595,95	0,231	-1,058 ± 0,092	20,36 ± 2,28	20,35 ± 2,27	162,34 ± 37,00
<i>T. vulgaris</i>	498	481,74	0,691	-0,981 ± 0,085	6,78 ± 0,78	6,78 ± 0,78	63,66 ± 13,78
Cipermetrina	498	564,65	0,0204	-0,491 ± 0,0406	0,014 ± 0,0035	0,014 ± 0,003	1,24 ± 0,54

Fonte: autoria própria.  $f(x) = 1 / (1 + \exp(b(\log(x) - \log(e))))$ , onde "b" e "e" = coeficientes da equação.

Maior mortalidade das lagartas foram apresentadas de acordo com o aumento nas das doses de OEs aplicados (Tabela 4). Em todos bioensaios a testemunha negativa acetona apresentou probabilidade de sobrevivência igual ou maior que 88% após 120 h. Para a menor dose (1 µg de OE/lagarta), somente o OE de *L. angustifolia* não diferiu significativamente do controle negativo. Para a maior dose (100 µg de OE/lagarta), todos os OEs foram altamente tóxicos, com probabilidades de sobrevivência variando entre 0 e 3% após 120 h. Para a dose de 31,62 µg de

OE/lagarta verificou-se variação na probabilidade de sobrevivência de 6% (*T. vulgaris*) a 43% (*S. sclarea*). Referente ao controle positivo cipermetrina (0,001 e 0,0017 µg de ingrediente ativo/ lagarta) não diferiu do controle negativo, enquanto que para a maior dose (10 µg de OE/ lagarta) a probabilidade de sobrevivência foi de 0% (Figura 4 b).

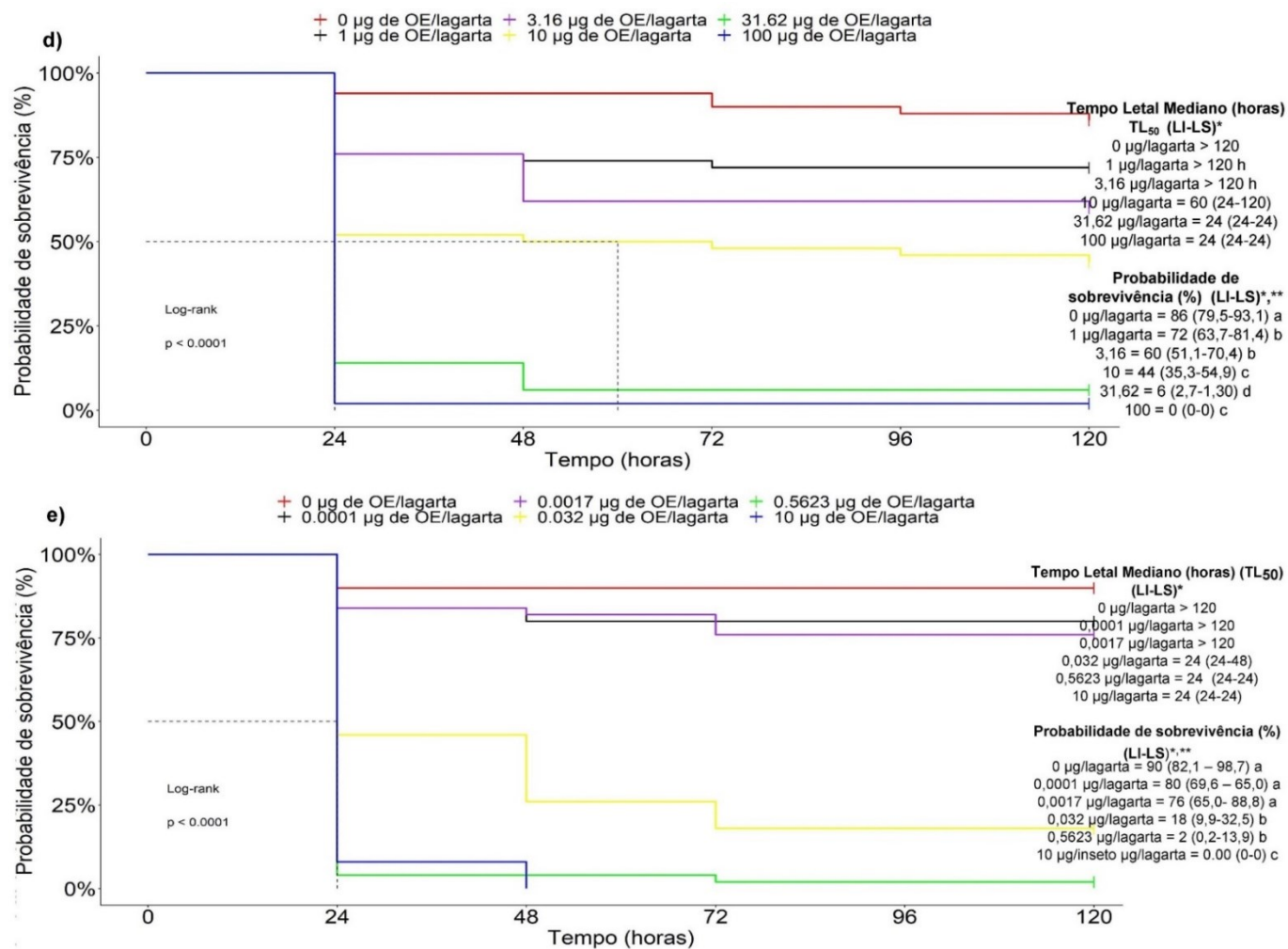
**Figura 4** (Parte 1) -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas à aplicação tópica de diferentes doses de óleos essenciais de plantas da família Lamiaceae. (a) *Lavandula angustifolia*; (b) *Pogostemon cablin* e (c) *Salvia sclarea*.



\*Li= Limite inferior; LS = Limite superior. \*\* Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (comparação de Pairwise e teste de Log-Rank).

**Figura 4** (Parte 2) -- Análise de sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a aplicação tópica de diferentes doses de óleos essenciais da Família Lamiaceae.

(d) *Thymus vulgares* e (e) cipermetrina.



Fonte: autoria própria.

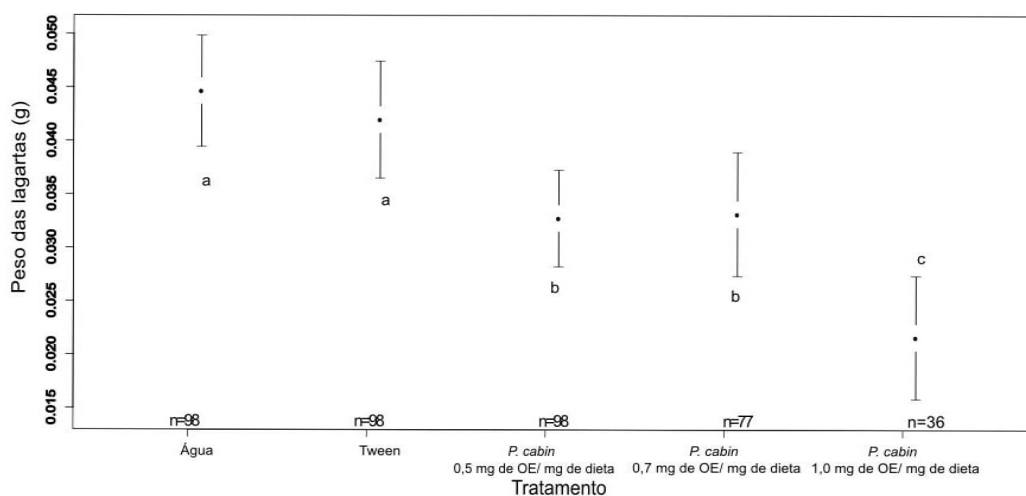
## 5.5 Determinação da relação concentração-resposta

No que diz respeito à análise de sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda*, ao longo do tempo, constatou-se diferença entre os tratamentos ( $\chi^2 = 450$ ; gl=6;  $p \leq 0,01$ ). A concentração do OE de *P. cablin* necessária para causar mortalidade por via de ingestão em 50% da população ( $CL_{50}$ ) de *S. frugiperda* foi de  $0,9270 \pm 0,0286$  mg de OE/mL de dieta, ao passo que a  $CL_{90}$  foi estimada em  $1,5632 \pm 0,0816$  mg de OE/mL de dieta ( $\chi^2 = 476,88$ ; gl = 454;  $p = 0,221$ ). Não foi possível estimar os valores de  $CL_{50}$  e  $CL_{90}$  para as lagartas que foram alimentadas com dieta contendo o óleo de neem, pois na maior concentração avaliada a taxa de mortalidade foi de apenas 46% após 168 h. As lagartas alimentadas com dieta acrescida dos controles negativos (água ou solução aquosa de Tween 80 a 1%) apresentaram probabilidade de sobrevivência maior do que 90%. Para a concentrações iguais ou maiores do que 1 mg de OE/mL de dieta, o  $TL_{50}$  foi de 24 h havendo diminuição significativa na probabilidade de sobrevivência. Todavia, no que se refere ao controle positivo (OE de neem) houve diferença estatística entre os tratamentos ( $\chi^2 = 53,4$ ; gl = 5;  $p < 0,001$ ); as concentrações ofertadas apresentaram três grupos distintos, sendo que somente as maiores concentrações (2,5 e 5,0 mg de OE/ mL de dieta) foram diferentes do controle negativo (água e solução aquosa de Tween 80 a 1%). Considera-se ainda que mesmo em concentrações maiores que a de *P. cablin*, o máximo de mortalidade obtida pelo neem foi de 46% após 168 h (Figura 5).



Para os dados referentes ao peso de lagartas de *S. frugiperda*, verificou-se diferença significativa entre os tratamentos ( $\chi^2 = 32,95$ , gl = 4,  $p < 0,01$ ). As lagartas alimentadas com a dieta contendo *P. cablin* (1 mg de OE/mL de dieta) apresentaram peso reduzido em aproximadamente 50% quando comparado aos controles negativos (Figura 6).

**Figura 6** – Peso das lagartas de *Spodoptera frugiperda* alimentadas com dieta artificial contendo diferentes concentrações do óleo essencial de *Pogostemon cablin*.

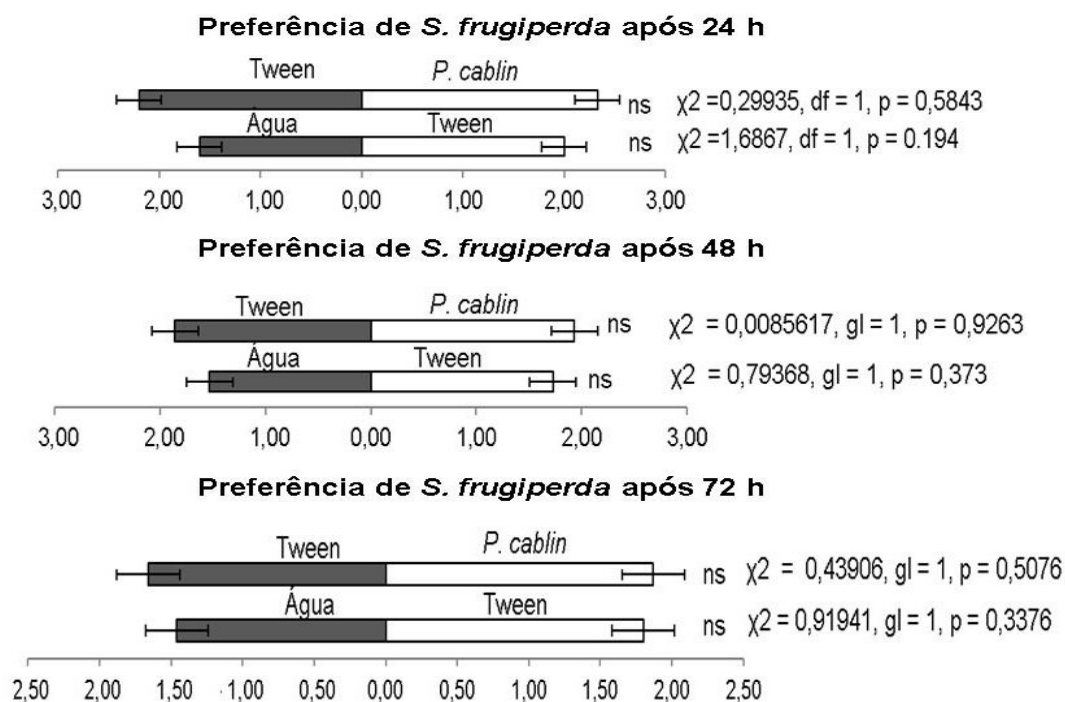


Fonte: autoria própria. \*Não foi possível avaliar esse parâmetro para os tratamentos em que foram empregadas as concentrações de 1,5 e 2 mg de OE/mg de dieta devido à alta taxa de mortalidade encontrada. \*\*Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Kruskal-Wallis a 5% de significância.

## 5.6 Ensaio de preferência e consumo alimentar

Para o ensaio de preferência alimentar de *S. frugiperda*, com o OE de *P. cablin*, com chance de escolha, verificou-se que não houve preferência alimentar das lagartas, isto significa que o número de lagartas sobre os pedaços de dieta contendo o OE de *P. cablin* não diferiu da quantidade contabilizada nos controles (dieta acrescida de água e Tween 80 a 1%) nos diferentes tempos de avaliação (Figura 7).

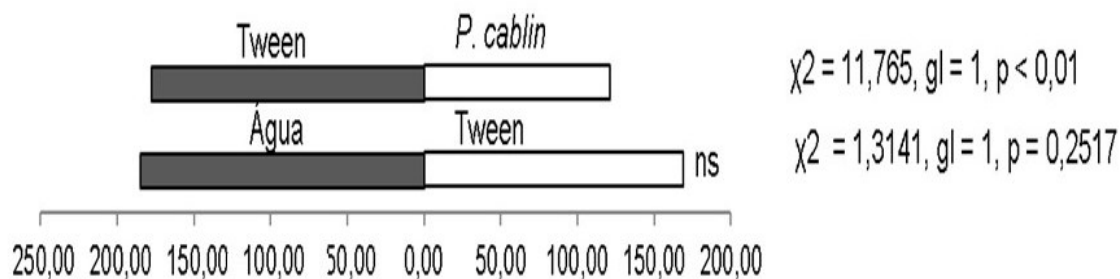
**Figura 7** -- Preferência alimentar de lagartas (número de lagartas) de *Spodoptera frugiperda* pelo óleo essencial de *Pogostemon cablin* em ensaio de ingestão com chance de escolha.



Fonte: autoria própria.

No que se refere ao consumo alimentar de *S. frugiperda*, foi constatada diferença significativa entre as dietas controle (solução aquosa de Tween 80 a 1%) e a dieta acrescida de OE de *P. cablin* (Figura 8).

**Figura 8** -- Consumo alimentar (g) de lagartas de *Spodoptera frugiperda* expostas a dietas tratadas com OE de *Pogostemon cablin*, em ensaio de preferência alimentar com chance de escolha.



Fonte: autoria própria

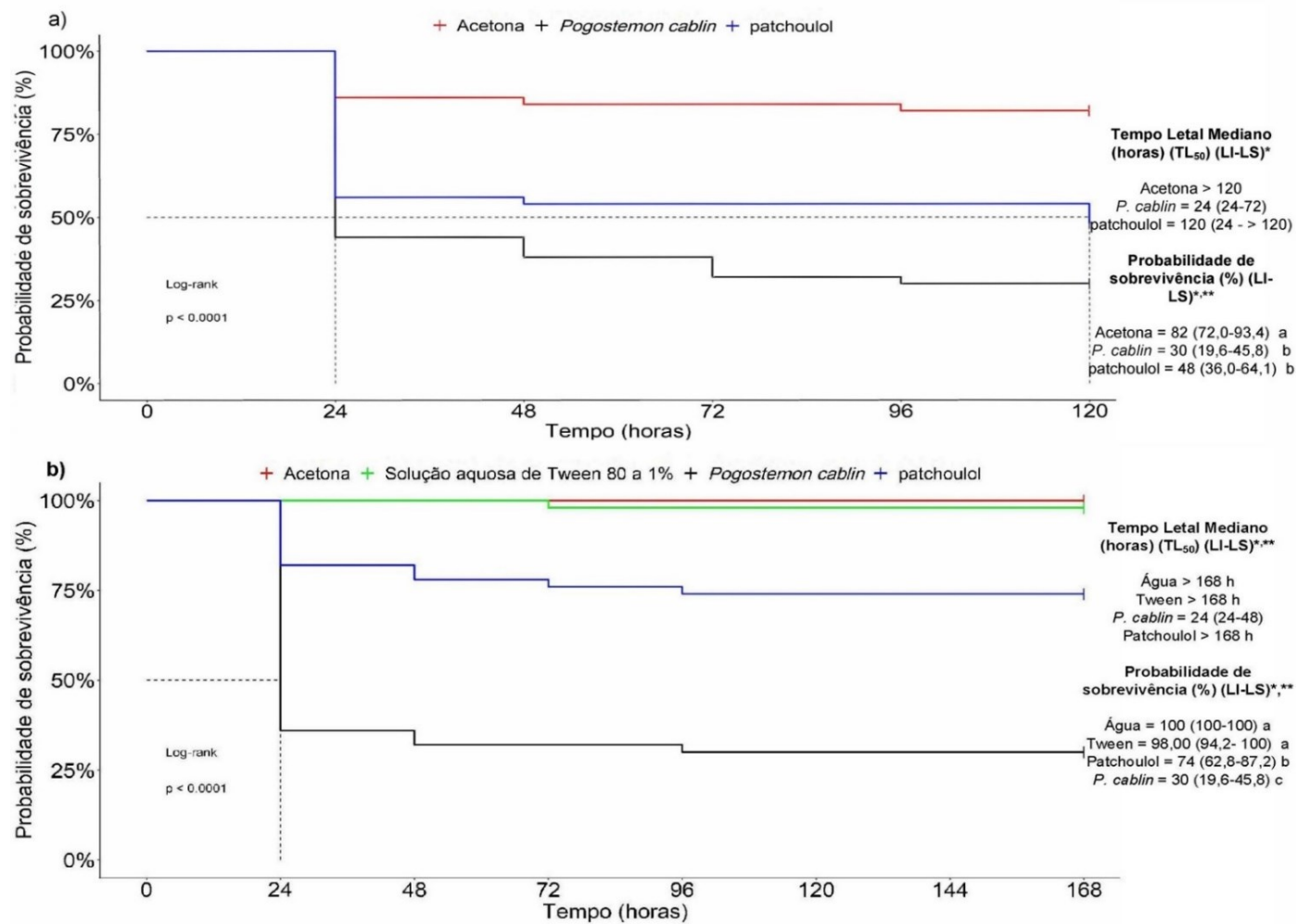


### 5.7 Atividade inseticida do composto majoritário do OE de *P. cablin*

No que diz respeito ao ensaio de aplicação tópica empregando-se o composto majoritário do OE de *P. cablin*, patchoulol, verificou-se diferença estatística entre os tratamentos ( $\chi^2 = 27,9$ ; gl = 2;  $p < 0,01$ ). O  $TL_{50}$  estimado para lagartas que receberam a aplicação com OE de *P. cablin* foi de 24 h, ao passo que para a substância patchoulol foi de 120 h. As probabilidades de sobrevivência foram de 30 e 48% para *P. cablin* e patchoulol, respectivamente, não havendo diferença estatística entre elas.

No ensaio de ingestão ( $\chi^2 = 93,2$ ; gl = 3;  $p < 0,01$ ) o OE de *P. cablin* apresentou  $TL_{50}$  de 24 h e probabilidade de sobrevivência de 30%. A probabilidade de sobrevivência para o patchoulol foi de 74% (Figura 9).

**Figura – 9** Sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a ensaio de aplicação tópica e ingestão com a substância pura de *Pogostemon cablin* (patchoulol). (a) aplicação tópica e (b) ingestão.



Fonte: autoria própria.

## 5.8 Obtenção e caracterização da nanoemulsão

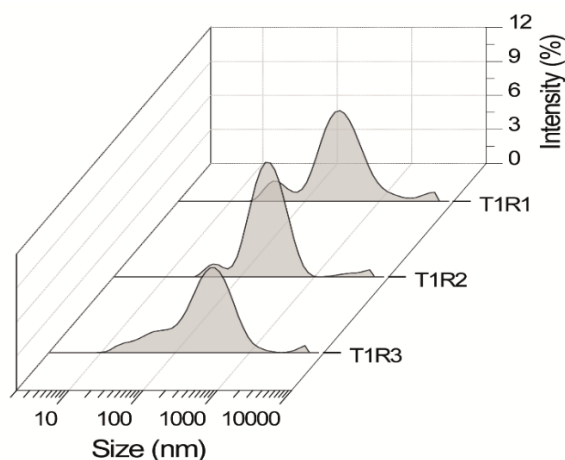
A PCNE 6 apresentou melhor estabilidade visual que as demais nanoemulsões, sendo selecionada para a caracterização. O tamanho médio das nanoestruturas para o dia 0 foi de 177,5 nm; PDI médio de 0,500 e ZP médio de -21,16 mV. Para o dia 30, as média de tamanho foi 208,33 nm; PDI de 0,53 e ZP de -21,96 mV, enquanto que para o dia 60 obtiveram-se o tamanho foi de 180,8 nm; PDI de 0,52 e ZP de -31,66 mV (Tabela 6). Em micrografia, verificou-se tamanho médio das gotículas de  $130 \pm 37,3$  nm (Figura 12c).

**Tabela 5** - Distribuição de tamanho, índice de polidispersão e potencial zeta, em triplicata, da amostra proveniente da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin* (PCNE6). UTFPR, Santa Helena-PR, 2021.

Amostra	Dias	Tamanho (nm)	PDI	ZP (mV)
PCNE 6	0	190,1 $\pm$ 1,0	0,547 $\pm$ 0,014	-20,3 $\pm$ 0,1
	30	188,5 $\pm$ 2,2	0,611 $\pm$ 0,007	-23,1 $\pm$ 0,2
	60	206,8 $\pm$ 7,0	0,482 $\pm$ 0,028	-43,7 $\pm$ 6,0
PCNE 6	0	183,6 $\pm$ 4,1	0,375 $\pm$ 0,043	-19,7 $\pm$ 0,2
	30	205,3 $\pm$ 1,9	0,448 $\pm$ 0,055	-22,5 $\pm$ 0,4
	60	149,6 $\pm$ 6,1	0,552 $\pm$ 0,034	-24,3 $\pm$ 0,3
PCNE 6	0	158,8 $\pm$ 1,3	0,580 $\pm$ 0,013	-23,5 $\pm$ 0,2
	30	231,2 $\pm$ 2,6	0,532 $\pm$ 0,018	-20,3 $\pm$ 0,1
	60	186,0 $\pm$ 3,7	0,539 $\pm$ 0,018	-27,0 $\pm$ 0,5

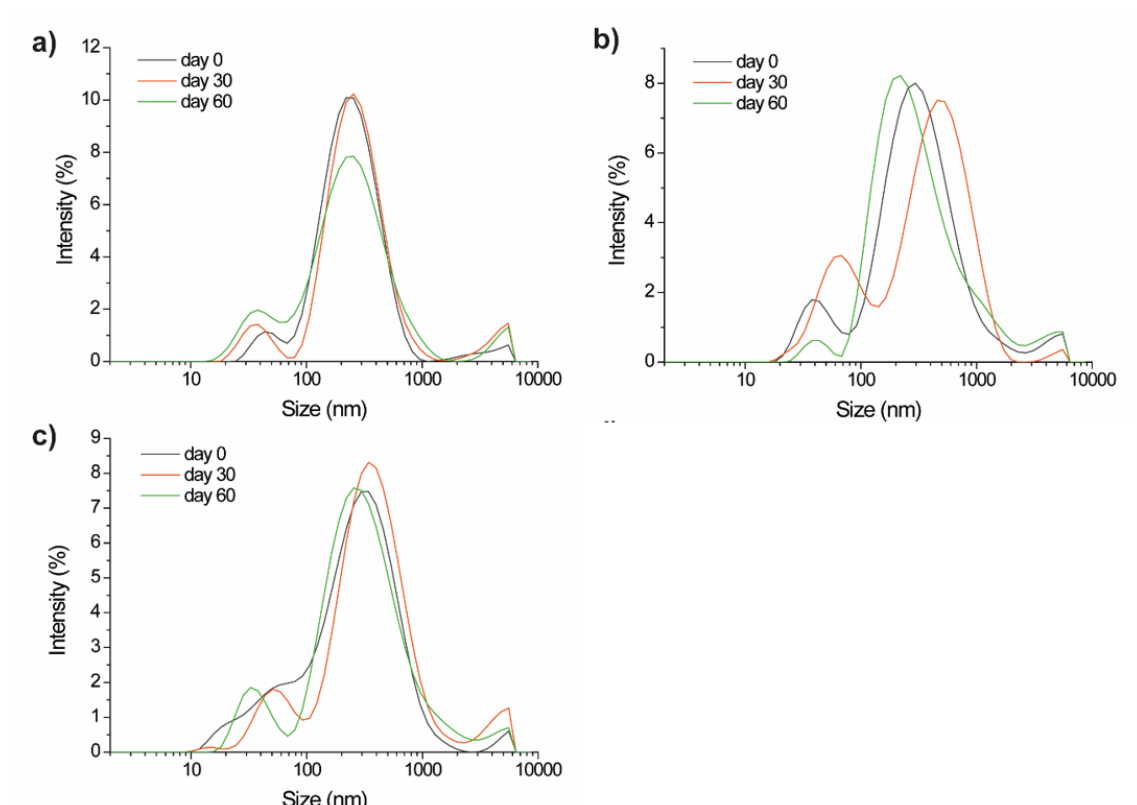
Fonte: autoria própria.

**Figura 10** -- Distribuição de tamanho das gotículas da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin* para a repetição 1 (T1R1), repetição 2 (T1R2) e repetição 3 (T1R3)



Fonte: autoria própria.

**Figura 11** -- Tamanho médio das gotículas de três amostras da nanoemulsão PCNE6 do óleo essencial de *Pogostemon cablin* ao longo do tempo. (a) repetição 1 (b) repetição 2 e (c) repetição 3.



Fonte: autoria própria.

**Figura 12** – Micrografias (A e B) e distribuição de tamanho das gotículas (C) da nanoemulsão do óleo

Figura A

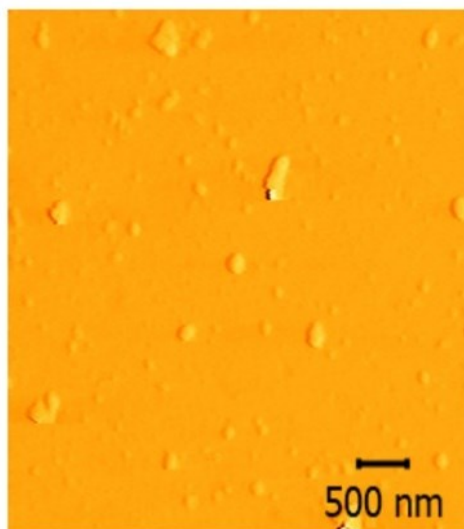
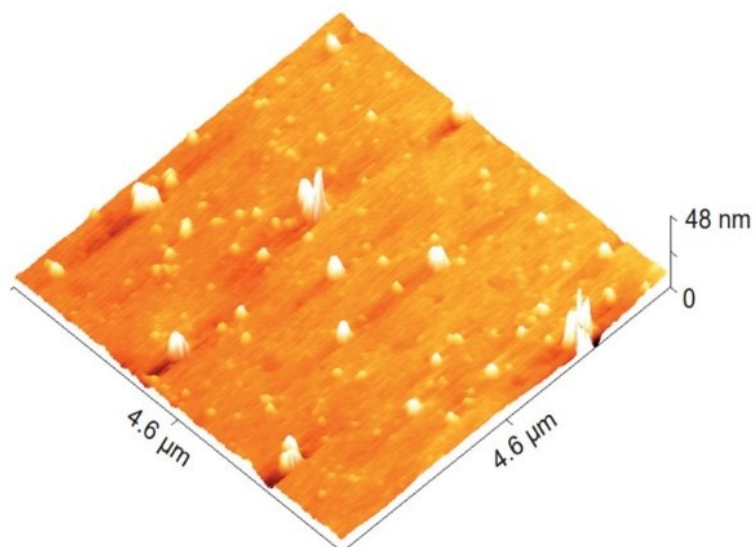
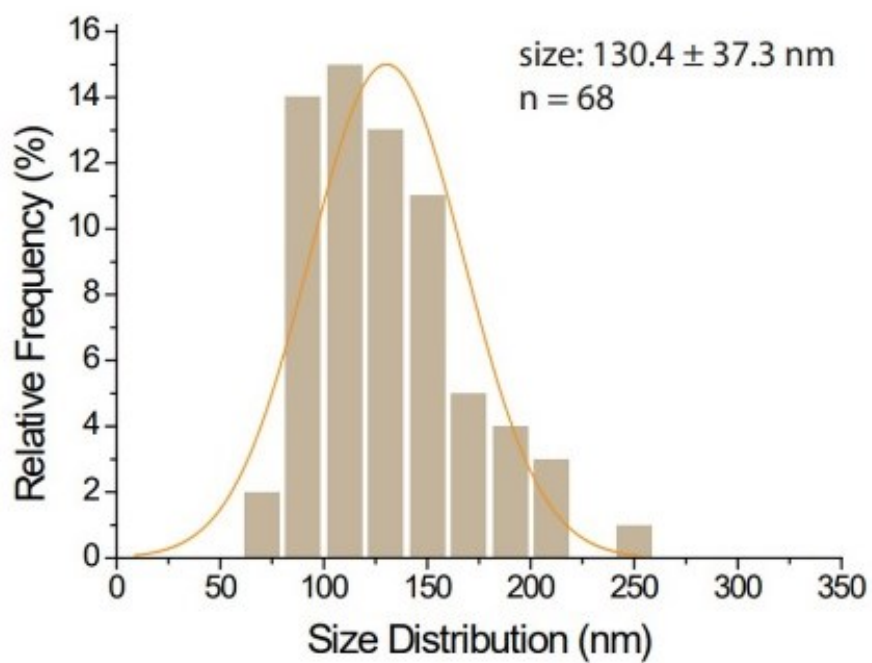


Figura B



essencial de *Pogostemon cablin* (PCNE6).

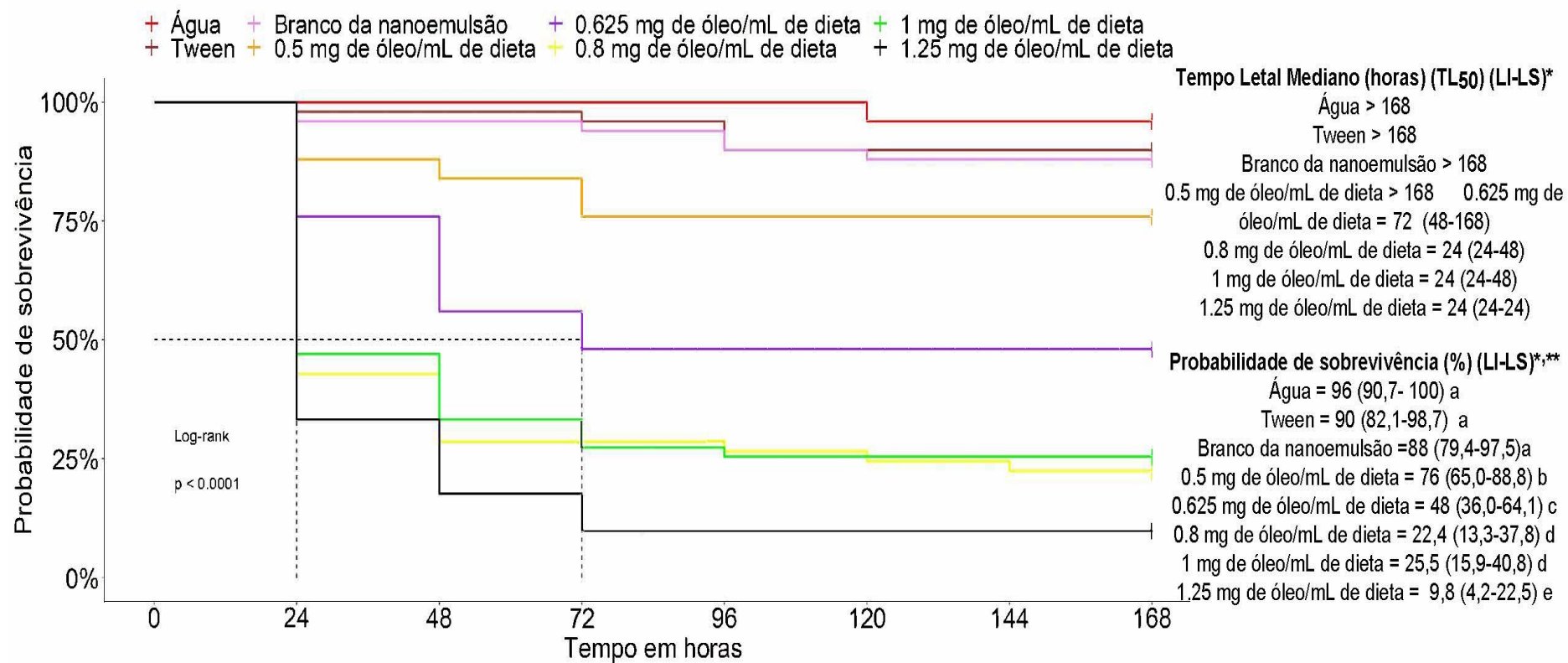
Figura C



### 5.9 Atividade inseticida da nanoemulsão do OE de *P. cablin* (PCNE)

A nanoemulsão do OE de *P. cablin* apresentou efeito letal para as lagartas de *S. frugiperda* ( $\chi^2 = 207$ ; gl = 7;  $p < 0,0001$ ). Para a concentração de 0,8 mg do OE/mL de dieta o TL<sub>50</sub> foi  $\leq 24$  h. Ressalta-se que para os insetos alimentados com o OE em nanoemulsão (0,625 mg do OE/mL), o TL<sub>50</sub> foi de 72 h. Verificou-se que para o OE de *P. cablin*, as concentrações maiores que 0,625 do OE/mL de dieta foram suficientes para causar taxas de mortalidade acima de 50% (Figura 13).

**Figura 13** - Sobrevivência de lagartas de *Spodoptera frugiperda* alimentadas com dieta artificial contendo diferentes concentrações da nanoemulsão do óleo essencial de *Pogostemon cablin*.



Fonte: autoria própria .

## 6 DISCUSSÃO

Os OEs podem atuar em diferentes sítios de ação em insetos, os quais pode ser atingidos via aplicação tópica, por ingestão, contato, deterrência alimentar, entre outros. Neste trabalho, verificou-se que os OEs de *L. angustifolia*, *P. cablin*, *S. sclarea* e *T. vulgaris* apresentaram toxicidade para *S. frugiperda* em ensaio de aplicação tópica, o que demonstra o potencial de plantas da família Lamiaceae para o controle de insetos (EBADOLLAHI et al., 2020; ZEKRI et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2021; SHARMA et al., 2021; YANG et al. 2021; WAGNER et al., 2021). A toxicidade dos OEs em ensaio de aplicação tópica pode se explicar pelo fato de que alguns inseticidas botânicos agem penetrando pelo tegumento até atingirem o sistema nervoso dos insetos (CORRÊA; SALGADO, 2011). Estudos apontam que alguns OEs podem apresentar atividade inibitória da acetilcolinesterase (AChE), o que impede a degradação da acetilcolina (ACh), causando constantes estímulos que levam à morte do inseto (QIAO et al., 2014; MORAIS et al., 2016).

Em ensaio de ingestão com os OEs empregados nesse trabalho, verificou-se atividade inseticida somente para o OE de *P. cablin*, destacando-o como promissor para o desenvolvimento de estudos posteriores. Alguns fatores que podem ter sido responsáveis por essa atividade são: a ação nas células dos músculos do canal alimentar, redução da eficiência de conversão dos nutrientes ingeridos, redução da atividade enzimática, interferência no funcionamento de órgãos internos, comprometimento das glândulas endócrinas agindo no controle hormonal e interferência no crescimento (MARANGONI, 2013).

Esse é o primeiro relato da atividade inseticida do OE de *P. cablin* para *S. frugiperda*. Entretanto, a toxicidade de *P. cablin* já foi reportada para outros insetos do gênero *Spodoptera* (MURCIA-MESEGUER et al., 2018). Também pode-se mencionar a bioatividade do OE de *P. cablin* para outras pragas da ordem Lepidoptera, como o efeito repelente para traça *T. bisselliella* (DETMERS et al., 1992) e para lagartas da mariposa *C. pomonella* (LANDOLT et al., 1999), bem como efeito inseticida para *C. rosaceana* e *T. ni* (MACHIAL et al., 2010).



O potencial de *P. cablin* para o controle de *S. frugiperda* pode ser ainda evidenciado quando a sua toxicidade é comparada a do óleo de neem. Neste trabalho foi constatado que por aplicação tópica menores concentrações do OE de *P. cablin* foram mais tóxicas para *S. frugiperda* do que aquelas avaliadas do óleo de neem. Para a concentração de 1,5 mg de OE/mL de dieta do OE de *P. cablin* foi verificada a probabilidade de sobrevivência de 7,14%. Ao passo que na maior concentração do óleo de neem (*A. indica*) a probabilidade de sobrevivência foi de 54%. Corroboram com essas informações, em trabalho conduzido com extratos de neem, no qual houve a necessidade de maiores concentrações (1,5; 2,5; 3,0 e 5,0 mg) para causar mortalidade em lagartas de *S. frugiperda* (TULASHIE et al., 2021).

Referente à composição química de *P. cablin*, os resultados apontam o patchoulol (55%) como componente principal; outros trabalhos também corroboram esta informação, nos quais o patchoulol foi encontrado em porcentagem aproximada de 32% (SMITH et al., 2021; GALOVI et al., 2022; LUCHESI et al., 2022). Em ensaio de aplicação tópica, o OE e o composto majoritário apresentaram toxicidade semelhante, o que indica que o composto majoritário é o principal responsável pela ação inseticida. Entretanto, no ensaio de ingestão, o OE de *P. cablin* foi mais tóxico do que o patchoulol, o que sugere ocorrer sinergismo com outros componentes do OE. Pesquisas apontam as vantagens na utilização de OEs visto que geralmente possuem mais de uma substância ativa que podem atuar em diferentes sítios de ação do inseto, retardando a seleção de populações resistentes (BAKKALI et al., 2008; SENTHIL-NATHAN, 2020; MARQUES et al. 2021).

Para explicar os resultados encontrados de redução de aproximadamente 50% no peso das lagartas ao serem alimentadas com dieta contendo OE de *P. cablin*, na concentração de 1 mg de OE/mL de dieta, acredita-se que possivelmente o OE causou repelência e os insetos morreram por inanição. Todavia, em teste de preferência alimentar comprova-se que não houve preferência alimentar das lagartas entre as dietas controle e a dieta acrescida de OE de *P. cablin*. Assim, a redução no peso das lagartas ocorreu provavelmente devido a outro mecanismo de ação do OE. Estudos comportamentais destacam que insetos da ordem Lepidoptera podem passar horas sem alimento e são capazes de sobreviver, o que já foi comprovado para lagartas de 2º e 3º instares de *S. littoralis*, as quais ficaram desprovidas de alimento por 20 h antes da condução dos experimentos (RHARRABE et al., 2014).

Além do efeito inseticida promissor do OE de *P. cablin*, foi possível a obtenção de uma nanoemulsão estável, que apresentou resultados promissores quando comparada ao OE em sua forma convencional. A nanoemulsão do OE de *P. cablin* (PCNE 6) apresentou tamanhos médios das gotículas de 177,5; 208,33 e 180,8 nm, obtidos nos dias 0, 30 e 60 respectivamente. O tamanho obtido pela análise da micrografia de AFM foi de  $130,4 \pm 373$  nm. Esses resultados estão em concordância com o reportado em estudos anteriores em que o tamanho das partículas em nanosistemas encontra-se entre 20 e 500 nm (SHARMA et al., 2010; PONGSUMPUN et al., 2020). Ainda, a variação de tamanho entre os métodos pode ser correlacionada aos diferentes princípios entre as técnicas e, principalmente, ao fato de que as medidas por espalhamento dinâmico de luz foram realizadas em meio aquoso, enquanto que as medidas por microscopia foram realizadas após a secagem da amostra. Devido à pequena dimensão das gotículas, as nanoemulsões exibem propriedades úteis relacionadas a alta área de superfície por unidade de volume, podendo conferir maior estabilidade química para os compostos bioativos do OE, entrega sustentada e direcionada ao organismo-alvo (SAFAYA; ROTLIWALA, 2020). A efetividade da nanoemulsão pode se dar devido à facilidade de dispersão das moléculas em meio aquoso, favorecendo o manuseio das moléculas bioativas sem nenhum efeito prejudicial para a atividade biológica (LUCIA; GUZMÁN, 2021). Isso abre possibilidade para trabalhos posteriores envolvendo outras nanotecnologias.

Nesse estudo foi possível constatar que para o OE de *P. cablin*, em sua forma convencional, são necessárias maiores concentrações por ingestão para atingir altas taxas de mortalidade. Ao passo que para o OE em sua forma nanoemulsionada, concentrações menores podem ser usadas garantindo-se a eficácia no efeito inseticida para *S. frugiperda*. O OE nanoemulsionado na concentração de 0,8 mg do OE/mL de dieta causou  $TL_{50} \leq 24$  h, enquanto que para o OE, em sua forma convencional, em concentrações menores que 1 mg do OE/mL de dieta não foi encontrada toxicidade. Tais resultados, podem ser explicados pelo fato das nanoemulsões apresentarem gotículas menores e por isso penetram e agem mais facilmente, sendo necessário menor quantidade de ingrediente ativo para resultados satisfatórios no que diz respeito a mortalidade. Corroboram estes resultados, testes conduzidos com OE e nanoformulação das folhas de *Melia azedarach* L (Meliaceae), para as pragas *Trialeurodes vaporariorum* (Westwood 1856) (Hemiptera: Aleyrodidae) e *Myzus persicae* (Sulzer 1776) (Hemiptera: Aphididae), no qual a mortalidade para nanoformulação foi de 83 e 73% respectivamente ao longo de 20 dias,

ao passo que para o OE em sua forma convencional a mortalidade foi de 13 e 10%, respectivamente, no mesmo tempo de avaliação.

Em pesquisa conduzida com nanoemulsão de *Lippia multiflora* Mold (Verbenaceae) em condições de campo, foi observado a eficiência da nanoformulação quando comparada ao inseticida sintético no controle de pragas que atacam a cultura do repolho: traça-das-crucíferas *Plutella xylostella* (Linnaeus 1767) (Lepidoptera: Plutellidae), pulgão *Brevicoryne brassicae* (Linnaeus 1758) (Hemiptera: Aphididae), traça *Hellula undalis* Fabricius 1781 (Lepidoptera: Crambidae), lagarta *S. exigua* e mosca-branca *B. tabaci* (TIA et al., 2021). Encontra-se, também, eficácia na aplicabilidade de nanoformulações sobre formigas cortadeiras do gênero *Atta*, resultando em efeitos letais e subletais (ROCHA, 2015).

Considerando a atividade inseticida dos OEs provenientes de plantas da família Lamiaceae, evidencia-se estudos similares que destacam a atividade destes OEs em insetos. Para *L. angustifolia* é relatada atividade inseticida a lagarta *S. littoralis* (PAVELA, 2005), bem como efeitos no desenvolvimento e fertilidade (PAVELA, 2012). No que diz respeito a composição química do OE de *L. angustifolia* verificou-se o bergamiol como componente principal, o que corrobora com os achados de Pokajewicz et al. (2021), no qual este composto apresentou-se na faixa de 7,4% a 44,2%.

Para *T. vulgaris*, o composto principal (timol 55%) encontrado neste estudo, também é apresentado por NGONGANG et al. (2022) que compreendeu a faixa de 22%. Similarmente em ensaio de aplicação tópica com OE de *Thymus serpyllum* L. (Lamiaceae) foi constatada toxicidade para lagarta *S. litura* (ISMAN et al., 2001), verificando o mesmo para o componente principal deste OE (timol) (HUMMELBRUNNER; ISMAN, 2001). Estudos apontam que o timol e seus derivados podem atuar em insetos inibindo as atividades da glutathione S-transferase, carboxilesterase e acetilcolinesterase (PENGSOOK et al., 2022).

Semelhantemente a este estudo, alguns componentes do OE de *S. sclarea* foram testados para *S. frugiperda* verificando ação inseticida significativa (KOUZI et al., 1996) ocorrida por meio de aplicação tópica. O mesmo foi visto para *S. littoralis* (PAVELA, 2012), sendo considerado que este OE é capaz de causar mortalidade durante o desenvolvimento larval destes insetos. Sobre a composição química verificou-se em pesquisas recentes que o composto majoritário é o acetato de linalila na faixa de 51% a

63%, seguido do linalol (10-17%) (RAVEAU et al. 2021; OVIDI et al., 2021) isto corrobora os achados da presente pesquisa, em que a composição apresentou acetato de linalila (76%) e linalol (15%).

O presente trabalho, abre perspectivas para continuidade de novos trabalhos, tais como: seletividade para organismos não-alvo, testes de eficácia em condições de campo e testes com outras nanotecnologias.

## 7 CONCLUSÃO

Todos os OEs testados (*L. angustifolia*, *T. vulgaris*, *P. cablin* e *S. sclarea*) apresentaram toxicidade para *S. frugiperda* em ensaio de aplicação tópica. O OE de *P. cablin* destacou-se dos demais OEs testados, em seu efeito inseticida contra *S. frugiperda* em ensaio de ingestão.

A nanoemulsão 6 (PCNE 6) de *P. cablin* apresentou estabilidade. A PCNE 6 foi mais eficiente quando comparada ao OE em sua forma convencional, foram necessárias menores concentrações para causar taxas de mortalidade acima de 50% em larvas de *S. frugiperda*. Evidenciou-se a potencialidade deste óleo para desenvolvimento de estudos posteriores envolvendo condições de campo, na tentativa de desenvolver nanopesticidas que podem ser usados em sistemas agrícolas para o controle de *S. frugiperda*.

Observa-se a necessidade da realização de testes tanto de seletividade ao inimigo natural, quanto em condições de campo, verificando-se a possibilidade de utilizar estes compostos em sistemas de MIP. Mais estudos devem dedicar-se a condução de testes com nanoformulações, visto que se apresentam como promissoras para o controle de *S. frugiperda*.

## REFERÊNCIAS

- ABDELFATTAH, E. M.; VEZZOLI, G.; BUCZKOWSKI, G.; MAKAGON, M. M. Essential oils: effects of application rate and modality on potential for combating northern fowl mite infestations. **Medical and Veterinary Entomology**, v. 32, n. 3, p. 304–310, 2018.
- ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry**. 4th Editio ed. 2007.
- ADENUBI, O. T.; AHMED, A. S.; FASINA, F. O.; et al. Pesticidal plants as a possible alternative to synthetic acaricides in tick control: A systematic review and meta-analysis. **Industrial Crops and Products**, v. 123, n. August 2017, p. 779–806, 2018.
- AL-HARBI, N. A.; AL ATTAR, N. M.; HIKAL, D. M.; et al. Evaluation of insecticidal effects of plants essential oils extracted from basil, black seeds and lavender against *sitophilus oryzae*. **Plants**, v. 10, n. 5, 2021.
- ALBUQUERQUE, E. L. D.; LIMA, J. K. A.; SOUZA, F. H. O.; et al. Insecticidal and repellence activity of the essential oil of *Pogostemon cablin* against urban ants species. **Acta Tropica**, v. 127, n. 3, p. 181–186, 2013. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actatropica.2013.04.011>>. .
- ALVES, D. S.; MACHADO, A. R. T.; CAMPOS, V. A. C.; OLIVEIRA, D. F.; CARVALHO, G. A. Selection of annonaceae species for the control of *spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) and metabolic profiling of *duguetia lanceolata* using nuclear magnetic resonance spectroscopy. **Journal of Economic Entomology**, v. 109, n. 2, p. 649–659, 2016.
- AMER, A.; MEHLHORN, H. Larvicidal effects of various essential oils against *Aedes*, *Anopheles*, and *Culex* larvae (Diptera, Culicidae). **Parasitology Research**, v. 99, n. 4, p. 466–472, 2006.
- AOUATI, A.; ROUBHI, A. H.; BOUDJAHM, I.; BERCHI, S. Study of toxicological activity of the essential oil of *Ocimum basilicum* L. against *Culicidea* larvae in Algeria. AIP Conference Proceedings. **Anais...** v. 2190, p.020073, 2019. American Institute of Physics Inc. Disponível em: <<http://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.5138559>>. Acesso em: 19/6/2020.
- APROTOSOAI, A. C.; GILLE, E.; TRIFAN, A.; LUCA, V. S.; MIRON, A. Essential oils of *Lavandula* genus: a systematic review of their chemistry. **Phytochemistry Reviews**, v. 16, n. 4, p. 761–799, 2017. Springer Netherlands.
- Arthropod Pesticide Resistance Database | Michigan State University. Disponível em: <<https://www.pesticideresistance.org/search.php>>. Acesso em: 9/11/2021.
- ASHRAF, S. A.; SIDDIQUI, A. J.; ELKHALIFA, A. E. O.; et al. Innovations in nanoscience for the sustainable development of food and agriculture with implications on health and environment. **Science of The Total Environment**, v. 768, p. 144990, 2021. Elsevier B.V. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.144990>>. .
- ASSIS, L.; ZAVAREZE, E. DA R.; PRENTICE-HERNÁNDEZ, C.; SOUZA-SOARES, L. DE A. Revisão : Características de nanopartículas e potenciais aplicações

em alimentos Review : Characteristics of nanoparticles and their potential applications in foods. **Brazilian Journal of Food Technol**, v. 15, n. 2, p. 99–109, 2012.

BACCI, L.; LIMA, J. K. A.; ARAÚJO, A. P. A.; et al. Toxicity, behavior impairment, and repellence of essential oils from pepper-rosmarin and patchouli to termites. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, v. 156, n. 1, p. 66–76, 2015. John Wiley & Sons, Ltd. Disponível em: <<https://onlinelibrary-wiley.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/full/10.1111/eea.12317>>. Acesso em: 27/10/2021.

BAGADE, R. P.; JADHAV, A. D.; CHAVAN, R. V. Toxicity and repellency of four plant essential oils against *Tribolium castaneum*(Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). **International Journal of Tropical Insect Science**, v. 41, n. 2, p. 1505–1512, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s42690-020-00348-9>>. .

BAKKALI, F.; AVERBECK, S.; AVERBECK, D.; IDAOMAR, M. Biological effects of essential oils - A review. **Food and Chemical Toxicology**, v. 46, n. 2, p. 446–475, 2008.

BARNARD, D. R. Repellency of essential oils to mosquitoes (Diptera: Culicidae). **Journal of Medical Entomology**, v. 36, n. 5, p. 625–629, 1999.

BEDINI, S.; FLAMINI, G.; COSCI, F.; et al. Toxicity and oviposition deterrence of essential oils of *Clinopodium nubigenum* and *Lavandula angustifolia* against the myiasis-inducing blowfly *Lucilia sericata*. **PLOS ONE**, v. 14, n. 2, p. e0212576, 2019. Public Library of Science. Disponível em: <<https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0212576>>. Acesso em: 10/10/2021.

BENELLI, G.; FLAMINI, G.; CANALE, A.; CIONI, P. L.; CONTI, B. Toxicity of some essential oil formulations against the Mediterranean fruit fly *Ceratitis capitata* (Wiedemann) (Diptera Tephritidae). **Crop Protection**, v. 42, p. 223–229, 2012. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cropro.2012.05.024>>. .

BILIA, A. R.; GUCCIONE, C.; ISACCHI, B.; et al. Essential oils loaded in nanosystems: A developing strategy for a successful therapeutic approach. **Evidence-based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2014, 2014. Hindawi Limited.

BOAVENTURA, D.; BOLZAN, A.; PADOVEZ, F. E. O.; et al. Detection of a ryanodine receptor target-site mutation in diamide insecticide resistant fall armyworm, *Spodoptera frugiperda*. **Pest Management Science**, v. 76, n. 1, p. 47–54, 2020.

BOLZAN, A.; PADOVEZ, F. E. O.; NASCIMENTO, A. R. B.; et al. Selection and characterization of the inheritance of resistance of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) to chlorantraniliprole and cross-resistance to other diamide insecticides. **Pest Management Science**, v. 75, n. 10, p. 2682–2689, 2019.

BORTOLI, L. C.; BERTIN, A.; EFROM, C. F. S.; BOTTON, M. Biologia e tabela de vida de fertilidade de *Spodoptera eridania* (Cramer) (Lepidoptera: Noctuidae) em morangueiro e videira. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 34, n. 4, p. 1068–1073, 2012.

BOUNOUA-FRAOUCENE, S.; KELLOUCHE, A.; DEBRAS, J. F. Toxicity of Four Essential Oils Against Two Insect Pests of Stored Grains, *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrychidae) and *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae).

<https://doi.org/10.4001/003.027.0344>, v. 27, n. 2, p. 344–359, 2019. Entomological Society of Southern Africa. Disponível em: <<https://bioone.org/journals/african-entomology/volume-27/issue-2/003.027.0344/Toxicity-of-Four-Essential-Oils-Against-Two-Insect-Pests-of/10.4001/003.027.0344.full>>. Acesso em: 15/10/2021.

BOVERHOF, D. R.; BRAMANTE, C. M.; BUTALA, J. H.; et al. Comparative assessment of nanomaterial definitions and safety evaluation considerations. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**, v. 73, n. 1, p. 137–150, 2015. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.yrtph.2015.06.001>>. .

BOZOK, F.; ULUKANLI, Z. Volatiles from the Aerial Parts of East Mediterranean Clary Sage: Phytotoxic Activity. <http://dx-doi.ez48.periodicos.capes.gov.br/10.1080/0972060X.2015.1119066>, v. 19, n. 5, p. 1192–1198, 2016. Taylor & Francis. Disponível em: <<https://www-tandfonline.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/abs/10.1080/0972060X.2015.1119066>>. Acesso em: 10/10/2021.

CAMARA, M. C.; CAMPOS, E. V. R.; MONTEIRO, R. A.; et al. Development of stimuli-responsive nano-based pesticides: Emerging opportunities for agriculture. **Journal of Nanobiotechnology**, v. 17, n. 1, p. 1–19, 2019. BioMed Central. Disponível em: <<https://doi.org/10.1186/s12951-019-0533-8>>. .

CARVALHO, R. A.; OMOTO, C.; FIELD, L. M.; WILLIAMSON, M. S.; BASS, C. Investigating the Molecular Mechanisms of Organophosphate and Pyrethroid Resistance in the Fall Armyworm Spodoptera frugiperda. **PLOS ONE**, v. 8, n. 4, p. e62268, 2013. Public Library of Science. Disponível em: <<https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0062268>>. Acesso em: 14/10/2021.

CHENG, Z. H.; DUAN, H. J.; ZHU, X. R.; et al. Effects of patchouli and wormwood oils on the bioassays and behaviors of Tetranychus cinnabarinus (Boisduval) (Acari: Tetranychidae). **International Journal of Pest Management**, v. 66, n. 3, p. 271–278, 2020. Taylor & Francis. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/09670874.2019.1636155>>. .

CHITGAR, M. G.; KHOSRAVI, R.; JALALISENDI, J.; GHADAMYARI, M. Sublethal effects of Thymus vulgaris essential oil on life-table parameters of two-spotted spider mite, Tetranychus urticae Koch (Acari: Tetranychidae). <http://dx-doi.ez48.periodicos.capes.gov.br/10.1080/03235408.2012.752143>, v. 46, n. 7, p. 781–788, 2013. Routledge . Disponível em: <<https://www-tandfonline.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/abs/10.1080/03235408.2012.752143>>. Acesso em: 26/10/2021.

CHOI, W. S.; PARK, B. S.; LEE, Y. H.; et al. Fumigant toxicities of essential oils and monoterpenes against Lycoriella mali adults. **Crop Protection**, v. 25, n. 4, p. 398–401, 2006.

CONTI, B.; BENELLI, G.; LEONARDI, M.; et al. Repellent effect of Salvia dorisiana, S. longifolia, and S. sclarea (Lamiaceae) essential oils against the mosquito Aedes albopictus Skuse (Diptera: Culicidae). **Parasitology Research**, v. 111, n. 1, p. 291–299, 2012.

CORRÊA, J. C. R.; SALGADO, H. R. N. Atividade inseticida das plantas e aplicações: revisão. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 13, n. 4, p. 500–506, 2011.

CRUZ, I. Manejo de pragas da cultura de milho. , n. 1, 2002.

DEGHANKAR, M.; MALEKI-RAVASAN, N.; TAHHIGHI, A.; KARIMIAN, F.; KARAMI, M. Bioactivities of rose-scented geranium nanoemulsions against the larvae of *Anopheles stephensi* and their gut bacteria. **PLOS ONE**, v. 16, n. 2, p. e0246470, 2021. Public Library of Science. Disponível em: <<https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0246470>>. Acesso em: 19/10/2021.

DESHMUKH, S. S.; KIRAN, S.; NASKAR, A.; et al. First record of a parasitoid, *Megaselia (M) scalaris* (Diptera: Phoridae) of fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) from India. **Egyptian Journal of Biological Pest Control**, v. 31, n. 1, p. 0–3, 2021. Egyptian Journal of Biological Pest Control.

DETMERS, H. B.; WOHLGEMUTH, R.; SCHNEIDER, E. Über die Wirkung von Steinklee Kraut und Patschuliölgranulat auf die Kleidermotte *Tineola bisselliella* Hum. (Lepidoptera: Tineidae). **Anzeiger für Schädlingskunde Pflanzenschutz Umweltschutz**, v. 65, n. 5, p. 81–88, 1992.

DIAS, D. DE O.; COLOMBO, M.; KELMANN, R. G.; et al. Optimization of Copaiba oil-based nanoemulsions obtained by different preparation methods. **Industrial Crops and Products**, v. 59, p. 154–162, 2014. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.007>>. .

EBADOLLAHI, A.; JALALI SENDI, J.; ALIAKBAR, A.; RAZMJOU, J. Chemical Composition and Acaricidal Effects of Essential Oils of *Foeniculum vulgare* Mill. (Apiales: Apiaceae) and *Lavandula angustifolia* Miller (Lamiales: Lamiaceae) against *Tetranychus urticae* Koch (Acari: Tetranychidae). **Psyche (London)**, v. 2014, 2014.

EBADOLLAHI, A.; ZIAEE, M.; PALLA, F. Essential oils extracted from different species of the Lamiaceae plant family as prospective bioagents against several detrimental pests. **Molecules**, v. 25, n. 7, p. 1–15, 2020.

ESCOBAR, A.; PÉREZ, M.; ROMANELLI, G.; BLUSTEIN, G. Thymol bioactivity: A review focusing on practical applications. **Arabian Journal of Chemistry**, 1. dez. 2020. Elsevier B.V.

EZ ZOUBI, Y.; BOUSTA, D.; FARAH, A. A Phytopharmacological review of a Mediterranean plant: *Lavandula stoechas* L. **Clinical Phytoscience**, v. 6, n. 1, 2020. Clinical Phytoscience.

FARAONE, N.; HILLIER, N. K.; CUTLER, G. C. Plant essential oils synergize and antagonize toxicity of different conventional insecticides against *Myzus persicae* (Hemiptera: Aphididae). **PLoS ONE**, v. 10, n. 5, p. 1–12, 2015.

FAROUK, S.; ALMUTAIRI, A. B.; ALHARBI, Y. O.; AL-BASSAM, W. I. Acaricidal efficacy of jasmine and lavender essential oil or mustard fixed oil against two-spotted spider mite and their impact on growth and yield of eggplants. **Biology**, v. 10, n. 5, p. 1–13, 2021.

FENG, Y. X.; WANG, Y.; YOU, C. X.; et al. Bioactivities of patchoulol and phloroacetophenone from *Pogostemon cablin* essential oil against three insects. **International Journal of Food Properties**, v. 22, n. 1, p. 1365–1374, 2019. Taylor & Francis. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/10942912.2019.1648508>>. .



FIGUEIREDO, M. L. C.; PENTEADO-DIAS, A. M.; CRUZ, I. Danos provocados por *Spodoptera frugiperda* na Produção de Matéria Seca e nos Rendimentos de Grãos, na Cultura do Milho Maria. **Embrapa**, , n. Dezembro, p. 1–6, 2005.

GA'AL, H.; FOUAD, H.; MAO, G.; TIAN, J.; JIANCHU, M. Larvicidal and pupicidal evaluation of silver nanoparticles synthesized using *Aquilaria sinensis* and *Pogostemon cablin* essential oils against dengue and zika viruses vector *Aedes albopictus* mosquito and its histopathological analysis. **Artificial Cells, Nanomedicine and Biotechnology**, v. 46, n. 6, p. 1171–1179, 2018. Informa UK Limited, trading as Taylor & Francis Group. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/21691401.2017.1365723>>. .

GAHUKAR, R. T.; DAS, R. K. Plant-derived nanopesticides for agricultural pest control: challenges and prospects. **Nanotechnology for Environmental Engineering**, v. 5, n. 1, p. 1–9, 2020. Springer International Publishing. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s41204-020-0066-2>>. .

GALOVĚ, L.; BOROTOV, P.; VALKOV, V.; et al. Biological Activity of *Pogostemon cablin* Essential Oil and Its Potential Use for Food Preservation. , 2022.

GALOVIČOVÁ, L.; BOROTOVÁ, P.; VALKOVÁ, V.; et al. *Thymus vulgaris* essential oil and its biological activity. **Plants**, v. 10, n. 9, p. 1–17, 2021.

GERMINARA, G. S.; DI STEFANO, M. G.; DE ACUTIS, L.; et al. Bioactivities of *Lavandula angustifolia* essential oil against the stored grain pest *Sitophilus granarius*. **Bulletin of Insectology**, v. 70, n. 1, p. 129–138, 2017.

GRULOVÁ, D.; MUDRONCEKOVÁ, S.; ZHELJAZKOV, V. D.; SALAMON, I.; RONDON, S. I. Effect of plant essential oils against *Rhopalosiphum padi* on wheat and barley. **Natural Product Communications**, v. 12, n. 9, p. 1517–1520, 2017.

HARDKE, J. T.; LORENZ, G. M.; LEONARD, B. R. Fall armyworm (Lepidoptera: Noctuidae) ecology in Southeastern cotton. **Journal of Integrated Pest Management**, v. 6, n. 1, p. 1–8, 2015.

HÉRAL, B.; STIERLIN, É.; FERNANDEZ, X.; MICHEL, T. Phytochemicals from the genus *Lavandula*: a review. **Phytochemistry Reviews**, v. 20, n. 4, p. 751–771, 2021.

HUANG, S.-H.; XIAN, J.-D.; KONG, S.-Z.; et al. Insecticidal activity of pogostone against *Spodoptera litura* and *Spodoptera exigua* (Lepidoptera: Noctuidae). **Pest Management Science**, v. 70, n. 3, p. 510–516, 2014. John Wiley & Sons, Ltd. Disponível em: <<https://onlinelibrary-wiley.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/full/10.1002/ps.3635>>. Acesso em: 27/10/2021.

HUMMELBRUNNER, L. A.; ISMAN, M. B. Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpene 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.

ISMAN, M. B. Plant essential oils for pest and disease management. **Crop Protection**, v. 19, n. 8–10, p. 603–608, 2000.

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

ISMAN, M. B. Botanical insecticides in the twenty-first century-fulfilling their

- promise? **Annual Review of Entomology**, v. 65, p. 233–249, 2020.
- ISMAN, M. B.; WAN, A. J.; PASSREITER, C. M. Insecticidal activity of essential oils to the tobacco cutworm, *Spodoptera litura*. **Fitoterapia**, v. 72, n. 1, p. 65–68, 2001.
- JEGER, M.; BRAGARD, C.; CAFFIER, D.; et al. Pest categorisation of *Spodoptera frugiperda*. **EFSA Journal**, v. 15, n. 7, 2017.
- JESSER, E. N.; WERDIN-GONZÁLEZ, J. O.; MURRAY, A. P.; FERRERO, A. A. Efficacy of essential oils to control the Indian meal moth, *Plodia interpunctella* (Hübner) (Lepidoptera: Pyralidae). **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 20, n. 4, p. 1122–1129, 2017. Elsevier. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.aspen.2017.08.004>>. .
- JUNREN, C.; XIAOFANG, X.; MENGTING, L.; et al. Pharmacological activities and mechanisms of action of *Pogostemon cablin* Benth: a review. **Chinese Medicine (United Kingdom)**, v. 16, n. 1, p. 1–20, 2021. BioMed Central. Disponível em: <<https://doi.org/10.1186/s13020-020-00413-y>>. .
- KAH, M.; HOFMANN, T. Nanopesticide research: Current trends and future priorities. **Environment International**, v. 63, p. 224–235, 2014. Elsevier Ltd.
- KANDEL, S.; POUDEL, R. Fall Armyworm (*Spodoptera Frugiperda*) in Maize: An Emerging Threat in Nepal and its Management. **International Journal of Applied Sciences and Biotechnology**, v. 8, n. 3, p. 305–309, 2020.
- KAVALLIERATOS, N. G.; BOUKOUVALA, M. C.; NTALAKA, C. T.; et al. Efficacy of 12 commercial essential oils as wheat protectants against stored-product beetles, and their acetylcholinesterase inhibitory activity. **Entomologia Generalis**, v. 41, n. 4, p. 385–414, 2021.
- KAYEDI, M. H.; HAGHDOOST, A. A.; SALEHNIA, A.; KHAMISABADI, K. Evaluation of repellency effect of essential oils of *satureja khuzestanica* (Carvacrol), *Myrtus communis* (Myrtle), *Lavandula officinalis* and *Salvia sclarea* using standard WHO repellency tests. **Journal of Arthropod-Borne Diseases**, v. 8, n. 1, p. 60–68, 2013.
- KHAN, M. M.; HAFEEZ, M.; ELGIZAWY, K.; et al. Sublethal effects of chlorantraniliprole on *Paederus fuscipes* (Staphylinidae: Coleoptera), a general predator in paddle field. **Environmental Pollution**, v. 291, n. May, p. 118171, 2021. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.118171>>. .
- KHOSRAVI, R.; SENDI, J. J. Toxicity, development and physiological effect of *Thymus vulgaris* and *Lavandula angustifolia* essential oils on *Xanthogaleruca luteola* (Coleoptera: Chrysomelidae). **Journal of King Saud University - Science**, v. 25, n. 4, p. 349–355, 2013. King Saud University. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jksus.2013.01.002>>. .
- KIM, E. H.; KIM, H. K.; AHN, Y. J. Acaricidal Activity of Plant Essential Oils against *Tyrophagus putrescentiae* (Acari: Acaridae). **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 6, n. 1, p. 77–82, 2003. Korean Society of Applied Entomology, Taiwan Entomological Society and Malaysian Plant Protection Society. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S1226-8615\(08\)60171-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1226-8615(08)60171-5)>. .
- KIM, J. R.; HARIBALAN, P.; SON, B. K.; AHN, Y. J. Fumigant toxicity of plant

- essential oils against camptomyia corticalis (diptera: Cecidomyiidae). **Journal of Economic Entomology**, v. 105, n. 4, p. 1329–1334, 2012.
- KIM, S. IL; YI, J. H.; TAK, J. H.; AHN, Y. J. Acaricidal activity of plant essential oils against *Dermanyssus gallinae* (Acari: Dermanyssidae). **Veterinary Parasitology**, v. 120, n. 4, p. 297–304, 2004.
- KOURNIATIS, L. R.; SPINELLI, L. S.; MANSUR, C. R. E.; GONZÁLEZ, G. Nanoemulsões óleo de laranja/água preparadas em homogeneizador de alta pressão. **Química Nova**, v. 33, n. 2, p. 295–300, 2010. Sociedade Brasileira de Química. Disponível em: <<http://www.scielo.br/j/qn/a/MxyJqbfFMFStJRpgvxjzcpv/?lang=pt>>. Acesso em: 5/11/2021.
- KOUZI, SAMIR A.; DOWD, P. F.; MCCHESENEY, J. D. Antiinsectan activity of the diterpene sclareol and analogs against fall armyworm *Spodoptera frugiperda*. **Natural Product Letters**, v. 8, n. 3, p. 217–223, 1996.
- KOUZI, SAMIR A.; DOWD, P. F.; MCCHESENEY, J. D. Antiinsectan Activity of the Diterpene Sclareol and Analogs Against Fall Armyworm *Spodoptera frugiperda*. **Natural Product Letters**, v. 8, n. 3, p. 217–223, 1996. Taylor & Francis. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/10575639608044896>>. .
- KUMAR, S.; NEHRA, M.; DILBAGHI, N.; et al. Nano-based smart pesticide formulations: Emerging opportunities for agriculture. **Journal of Controlled Release**, v. 294, n. December 2018, p. 131–153, 2019. Elsevier. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2018.12.012>>. .
- DE LA TORRE RODRIGUEZ, Y. C.; ESTRADA, F. R. M.; SUAREZ, A. E. F.; TORRES, N. W. DE; ARANDA, R. S. Larvicidal and cytotoxic activities of extracts from 11 native plants from Northeastern Mexico. **Journal of Medical Entomology**, v. 50, n. 2, p. 310–313, 2013.
- Lamiaceae — The Plant List. Disponível em: <<http://www.theplantlist.org/1.1/browse/A/Lamiaceae/>>. Acesso em: 21/10/2021.
- LANDOLT, P. J.; HOFSTETTER, R. W.; BIDDICK, L. L. Plant essential oils as arrestants and repellents for neonate larvae of the codling moth (Lepidoptera: Tortricidae). **Environmental Entomology**, v. 28, n. 6, p. 954–960, 1999.
- LAZAREVIĆ, J.; JEVREMOVIĆ, S.; KOSTIĆ, I.; et al. Toxic, Oviposition Deterrent and Oxidative Stress Effects of *Thymus vulgaris* Essential Oil against *Acanthoscelides obtectus*. **Insects**, v. 11, n. 9, p. 563, 2020. MDPI AG. Disponível em: <<https://www.mdpi.com/2075-4450/11/9/563>>. Acesso em: 23/1/2021.
- LEE, C. H.; LEE, S. G.; LEE, H. S. Acaricidal effects of *Thymus vulgaris* leaf-derived materials and monoterpene alcohols against *Dermatophagoides* spp. **Journal of Applied Biological Chemistry**, v. 53, n. 2, p. 170–174, 2010.
- LEE, H. S.; LEE, J.; SMOLENSKY, D.; LEE, S. H. Potential benefits of patchouli alcohol in prevention of human diseases: A mechanistic review. **International Immunopharmacology**, v. 89, n. September, p. 107056, 2020. Elsevier. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.intimp.2020.107056>>. .
- LI, G.; REISIG, D.; MIAO, J.; et al. Frequency of Cry1F Non-Recessive Resistance Alleles in North Carolina Field Populations of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera:

Noctuidae). **PLOS ONE**, v. 11, n. 4, p. e0154492, 2016. Public Library of Science.

Disponível em:

<<https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0154492>>. Acesso em: 9/11/2021.

LIM, E. G.; ROH, H. S.; COUDRON, T. A.; PARK, C. G. Temperature-dependent fumigant activity of essential oils against twospotted spider mite (Acari: Tetranychidae).

**Journal of Economic Entomology**, v. 104, n. 2, p. 414–419, 2011.

LIMA, J. K. A.; ALBUQUERQUE, E. L. D.; SANTOS, A. C. C.; et al. Biototoxicity of some plant essential oils against the termite *Nasutitermes corniger* (Isoptera:

Termitidae). **Industrial Crops and Products**, v. 47, p. 246–251, 2013. Elsevier B.V.

Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.03.018>>. .

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

LIRA, J.; BERINGER, J.; BURTON, S.; et al. Insecticidal activity of *Bacillus thuringiensis* Cry1Bh1 against *Ostrinia nubilalis* (Hübner) (Lepidoptera: Crambidae) and other lepidopteran pests. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 79, n. 24, p. 7590–7597, 2013.

LIU, X. C.; LIU, Q.; CHEN, H.; et al. Evaluation of Contact Toxicity and Repellency of the Essential Oil of *Pogostemon cablin* Leaves and Its Constituents Against *Blattella germanica* (Blattodea: Blattellidae). **Journal of Medical Entomology**, v. 52, n. 1, p. 86–92, 2015. Oxford Academic. Disponível em: <<https://academic-oup-com.ez48.periodicos.capes.gov.br/jme/article/52/1/86/872764>>. Acesso em: 27/10/2021.

LUCESI, L. A.; PAULUS, D.; BUSSO, C.; FRATA, M. T.; OLIVEIRA, J. B. Chemical composition, antifungal and antioxidant activity of essential oils from *Baccharis dracunculifolia* and *Pogostemon cablin* against *Fusarium graminearum*.

**Natural Product Research**, v. 36, n. 3, p. 849–852, 2022. Taylor & Francis.

Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/14786419.2020.1802267>>. .

LUCIA, A.; GUZMÁN, E. Emulsions containing essential oils, their components or volatile semiochemicals as promising tools for insect pest and pathogen management.

**Advances in Colloid and Interface Science**, v. 287, 2021.

MACHIAL, C. M.; SHIKANO, I.; SMIRLE, M.; BRADBURY, R.; ISMAN, M. B. Evaluation of the toxicity of 17 essential oils against *Choristoneura rosaceana*

(Lepidoptera: Tortricidae) and *Trichoplusia ni* (Lepidoptera: Noctuidae). **Pest**

**Management Science**, v. 66, n. 10, p. 1116–1121, 2010.

MAGIEROWICZ, K.; GÓRSKA-DRABIK, E.; GOLAN, K. Effects of plant extracts and essential oils on the behavior of *Acrobasis advenella* (Zinck.) caterpillars and females. **Journal of Plant Diseases and Protection**, v. 127, n. 1, p. 63–71, 2020.

Springer. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s41348-019-00275-z>>. Acesso em: 23/1/2021.

MAHBOUBI, M. Clary sage essential oil and its biological activities. **Advances in Traditional Medicine**, v. 20, n. 4, p. 517–528, 2020. Springer Singapore. Disponível em:

<<https://doi.org/10.1007/s13596-019-00420-x>>. .

MAIA, J. D.; LA CORTE, R.; MARTINEZ, J.; UBBINK, J.; PRATA, A. S. Improved activity of thyme essential oil (*Thymus vulgaris*) against *Aedes aegypti* larvae using a biodegradable controlled release system. **Industrial Crops and Products**, v. 136, n. October 2018, p. 110–120, 2019. Elsevier. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.03.040>>. .

MAIA, M. F.; MOORE, S. J. Plant-based insect repellents : a review of their efficacy , development and testing PMD from lemon eucalyptus ( *Corymbia citriodora* ) extract. **Malaria Journal**, v. 10, n. Suppl 1, p. 1–15, 2011.

Manejo de pragas nos sistemas de produção de milho no Brasil: inovações tecnológicas no manejo de lagartas em lavouras de milho convencional e Bt. - Portal Embrapa. .

MARANGONI, C. Utilização De Óleos Essenciais E Extratos De Plantas No Controle De Insetos. **Revista de Ciências Ambientais**, v. 6, n. 2, p. 92-112–112, 2013.

MARQUES, D. M.; ROCHA, J. DE F.; DE ALMEIDA, T. S.; MOTA, E. F. Essential Oils Of Caatinga Plants With Deletary Action For *Aedes Aegypti*: A Review. **South African Journal of Botany**, v. 143, p. 69–78, 2021. Elsevier B.V. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.sajb.2021.08.004>>. .

MAYANGLAMBAM, S.; SINGH, K. D.; RAJASHEKAR, Y. Current biological approaches for management of crucifer pests. **Scientific Reports**, v. 11, n. 1, p. 1–9, 2021. Nature Publishing Group UK. Disponível em: <<https://doi.org/10.1038/s41598-021-91088-4>>. .

MENDESIL, E.; TADESSE, M.; NEGASH, M. Efficacy of plant essential oils against two major insect pests of coffee (Coffee berry borer, *Hypothenemus hampei*, and antestia bug, *Antestiopsis intricata*) and maize weevil, *Sitophilus zeamais*. <http://dx-doi.ez48.periodicos.capes.gov.br/10.1080/03235408.2011.587286>, v. 45, n. 3, p. 366–372, 2012. Taylor & Francis . Disponível em: <<https://www-tandfonline.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/abs/10.1080/03235408.2011.587286>>. Acesso em: 26/10/2021.

DE MENEZES, C. W. G.; CARVALHO, G. A.; ALVES, D. S.; et al. Biocontrol potential of methyl chavicol for managing *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae), an important corn pest. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, n. 5, p. 5030–5041, 2020. Environmental Science and Pollution Research.

MENOSSE, M.; OLLIER, R. P.; CASALONGUÉ, C. A.; ALVAREZ, V. A. Essential oil-loaded bio-nanomaterials for sustainable agricultural applications. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v. 96, n. 8, p. 2109–2122, 2021.

MIRANDA, M. A. F. M.; MATOS, A. P.; VOLANTE, A. C.; CUNHA, G. O. S.; GUALTIERI, S. C. J. Insecticidal activity from leaves and sesquiterpene lactones of *Tithonia diversifolia* (Helms.) A. Gray (Asteraceae) on *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **South African Journal of Botany**, v. 144, p. 377–379, 2022.

MKOLO, M. N.; MAGANO, S. R. Repellent effects of the essential oil of *Lavendula angustifolia* against adults of *Hyalomma marginatum rufipes*. **Journal of the South African Veterinary Association**, v. 78, n. 3, p. 149–152, 2007.

MOKRINI, F.; BOUHARROUD, R. Application of Nanotechnology in Plant Protection by Phytopathogens: Present and Future Prospects. **Nanotechnology in the Life Sciences**, p. 261–279, 2019. Springer, Cham. Disponível em: <<https://link-springer->

com.ez48.periodicos.capes.gov.br/chapter/10.1007/978-3-030-16534-5\_13>. Acesso em: 19/10/2021.

MONTEFUSCOLI, A. R.; WERDIN GONZÁLEZ, J. O.; PALMA, S. D.; FERRERO, A. A.; FERNÁNDEZ BAND, B. Design and development of aqueous nanoformulations for mosquito control. **Parasitology Research**, v. 113, n. 2, p. 793–800, 2014.

MONTEZANO, D. G.; SPECHT, A.; SOSA-GÓMEZ, D. R.; et al. Host Plants of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in the Americas. **African Entomology**, v. 26, n. 2, p. 286–300, 2018.

MOSSA, A. T. H. Green Pesticides: Essential oils as biopesticides in insect-pest management. **Journal of Environmental Science and Technology**, v. 9, n. 5, p. 354–378, 2016. Science Alert. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3923/jest.2016.354.378>>. .

MUDRONČEKOVÁ, S.; FERENČÍK, J.; GRUĽOVÁ, D.; BARTA, M. Insecticidal and repellent effects of plant essential oils against *Ips typographus*. **Journal of Pest Science**, v. 92, n. 2, p. 595–608, 2019. Springer Berlin Heidelberg. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s10340-018-1038-1>>. .

BEN MUKIIBI, S.; NYANZI, S. A.; KWETEGYEKA, J.; et al. Organochlorine pesticide residues in Uganda's honey as a bioindicator of environmental contamination and reproductive health implications to consumers. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 214, 2021.

MURCIA-MESEGUER, A.; ALVES, T. J. S.; BUDIA, F.; ORTIZ, A.; MEDINA, P. Insecticidal toxicity of thirteen commercial plant essential oils against *Spodoptera exigua* (Lepidoptera: Noctuidae). **Phytoparasitica**, v. 46, n. 2, p. 233–245, 2018. *Phytoparasitica*.

MURÚA, M. G.; VERA, M. A.; MICHEL, A.; et al. Performance of Field-Collected *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) Strains Exposed to Different Transgenic and Refuge Maize Hybrids in Argentina. **Journal of insect science (Online)**, v. 19, n. 6, p. 1–7, 2019.

MUTHUKUMAR, M.; KENNEDY, J. S. A Review of the Scientific Literature on the Use of Reproductive Pheromones in the Management of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Entomological Science**, v. 56, n. 4, p. 475–486, 2021. Allen Press.

NABAVI, B.; JAHROMI, T. K.; GOLDANSAZ, S. H.; et al. Insecticidal effect of clary sage (*Salvia sclarea*) essential oil against *Callosobruchus maculatus* (Col: Bruchidae) and *Tribolium confusum* (Col: Tenebrionidae) 192. **Journal of Medicinal Plants**, , n. 39, p. 4470667, 2011.

NAGOSHI, R. N.; NAGOSHI, B. Y.; CAÑARTE, E.; et al. Genetic characterization of fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*) in Ecuador and comparisons with regional populations identify likely migratory relationships. **PLoS ONE**, v. 14, n. 9, p. 1–17, 2019.

NDAKIDEMI, B.; MTEI, K.; NDAKIDEMI, P. A. Impacts of Synthetic and Botanical Pesticides on Beneficial Insects. **Agricultural Sciences**, v. 07, n. 06, p. 364–372, 2016. Scientific Research Publishing, Inc,. Disponível em: <<http://www.scirp.org/journal/ashttp://dx.doi.org/10.4236/as.2016.76038>><http://dx.doi.org/10.4236/as.2016.76038>

g/10.4236/as.2016.76038<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>>. Acesso em: 21/1/2021.

NESCI, A.; MONTEMARANI, A.; PASSONE, M. A.; ETCHEVERRY, M. Insecticidal activity of synthetic antioxidants, natural phytochemicals, and essential oils against an *Aspergillus* section *Flavi* vector (*Oryzaephilus surinamensis* L.) in microcosm. **Journal of Pest Science**, v. 84, n. 1, p. 107–115, 2011.

NGONGANG, M. D. T.; EKE, P.; SAMEZA, M. L.; et al. Chemical constituents of essential oils from *Thymus vulgaris* and *Cymbopogon citratus* and their insecticidal potential against the tomato borer, *Tuta absoluta* (Lepidoptera: Gelechiidae). **International Journal of Tropical Insect Science**, v. 42, n. 1, p. 31–43, 2022.

DE OLIVEIRA, A. A.; FRANÇA, L. P.; RAMOS, A. DE S.; et al. Larvicidal, adulticidal and repellent activities against *Aedes aegypti* L. of two commonly used spices, *Origanum vulgare* L. and *Thymus vulgaris* L. **South African Journal of Botany**, v. 140, p. 17–24, 2021.

OVERTON, K.; MAINO, J. L.; DAY, R.; et al. Global crop impacts, yield losses and action thresholds for fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*): A review. **Crop Protection**, v. 145, n. March, p. 105641, 2021. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cropro.2021.105641>>. .

OVIDI, E.; MASCI, V. L.; ZAMBELLI, M.; et al. *Laurus nobilis*, *Salvia sclarea* and *Salvia officinalis* Essential Oils and Hydrolates: Evaluation of Liquid and Vapor Phase Chemical Composition and Biological Activities. **Plants 2021, Vol. 10, Page 707**, v. 10, n. 4, p. 707, 2021. Multidisciplinary Digital Publishing Institute. Disponível em: <<https://www.mdpi.com/2223-7747/10/4/707/htm>>. Acesso em: 28/2/2022.

OVIDO-SARMIENTO, J. S.; BUSTOS CORTES, J. J.; DELGADO ÁVILA, W. A.; et al. Fumigant toxicity and biochemical effects of selected essential oils toward the red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, , n. July, 2021.

PARK, H. M.; PARK, I. K. Larvicidal activity of *Amyris balsamifera*, *Daucus carota* and *Pogostemon cablin* essential oils and their components against *Culex pipiens pallens*. **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 15, n. 4, p. 631–634, 2012. Korean Society of Applied Entomology, Taiwan Entomological Society and Malaysian Plant Protection Society. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.aspen.2012.07.006>>. .

PAULISTA, U. E.; JABOTICABAL, M. D. E.; QUISTA, C.; FARIA, S. Resistência de milho convencional e transgênico e efeitos da idade da planta no desenvolvimento de *Spodoptera frugiperda* (J. E. SMITH, 1797) (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE). , 2018.

PAVELA, R. Insecticidal activity of some essential oils against larvae of *Spodoptera littoralis*. **Fitoterapia**, v. 76, n. 7–8, p. 691–696, 2005.

PAVELA, R. Lethal and Sublethal Effects of Thyme Oil (*Thymus vulgaris* L.) on the House Fly (*Musca domestica* Lin.). **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 10, n. 5, p. 346–356, 2007.

PAVELA, R. Larvicidal effects of various Euro-Asiatic plants against *Culex quinquefasciatus* Say larvae (Diptera: Culicidae). **Parasitology Research**, v. 102, n. 3, p. 555–559, 2008.

- PAVELA, R. Larvicidal property of essential oils against *Culex quinquefasciatus* Say (Diptera: Culicidae). **Industrial Crops and Products**, v. 30, n. 2, p. 311–315, 2009.
- PAVELA, R. Insecticidal and repellent activity of selected essential oils against of the pollen beetle, *Meligethes aeneus* (Fabricius) adults. **Industrial Crops and Products**, v. 34, n. 1, p. 888–892, 2011. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.02.014>>. .
- PAVELA, R. Sublethal effects of some essential oils on the cotton leafworm *Spodoptera littoralis* (boisduval). **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 15, n. 1, p. 144–156, 2012.
- PENGSOOK, A.; THARAMAK, S.; KEOSAENG, K.; et al. Insecticidal and growth inhibitory effects of some thymol derivatives on the bePengsook, A., Tharamak, S., Keosaeng, K., Koul, O., Bullangpoti, V., Kumrungsee, N., & Pluempanupat, W. (2022). Insecticidal and growth inhibitory effects of some thymol deriva. **Pest Management Science**, v. 78, n. 2, p. 684–691, 2022.
- PERRUCCI, S.; MACCHIONI, G.; CIONI, P. C.; et al. The activity of volatile compounds front *Lavandula angustifolia* against *Psoroptes cuniculi*. **Phytotherapy Research**, v. 10, n. 1, p. 5–8, 1996.
- PICARD, I.; HOLLINGSWORTH, R. G.; SALMIERI, S.; LACROIX, M. Repellency of essential oils to *Frankliniella occidentalis* (thysanoptera: Thripidae) as affected by type of oil and polymer release. **Journal of Economic Entomology**, v. 105, n. 4, p. 1238–1247, 2012.
- PIRALI-KHEIRABADI, K.; TEIXEIRA DA SILVA, J. A. *Lavandula angustifolia* essential oil as a novel and promising natural candidate for tick (*Rhipicephalus* (*Boophilus*) *annulatus*) control. **Experimental Parasitology**, v. 126, n. 2, p. 184–186, 2010. Elsevier Inc. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.exppara.2010.04.012>>. .
- PIRES, V. G. A.; DE MOURA, M. R. Preparação De Novos Filmes Poliméricos Contendo Nanoemulsões Do Óleo De Melaleuca, Copaíba E Limão Para Aplicação Como Biomaterial Preparation of New Nanocomposites Containing Nanoemulsions of Melaleuca, Copaíba and Lemon Oil for Application. **Quim. Nova**, v. 40, n. 1, p. 1–5, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20160130>>. .
- PLESSIS, H. DU; SCHLEMMER, M.-L.; BERG, J. VAN DEN. The Effect of Temperature on the Development of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Insects 2020, Vol. 11, Page 228**, v. 11, n. 4, p. 228, 2020. Multidisciplinary Digital Publishing Institute. Disponível em: <<https://www.mdpi.com/2075-4450/11/4/228/htm>>. Acesso em: 14/10/2021.
- POKAJEWICZ, K.; BIAŁÓ, M.; SVYDENKO, L.; et al. molecules Chemical Composition of the Essential Oil of the New Cultivars of *Lavandula angustifolia* Mill. Bred in Ukraine. , 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/>>. .
- PONGSUMPUN, P.; IWAMOTO, S.; SIRIPATRAWAN, U. Response surface methodology for optimization of cinnamon essential oil nanoemulsion with improved stability and antifungal activity. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 60, n. April 2019, p. 104604, 2020. Elsevier. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.05.021>>. .
- QIAO, J.; ZOU, X.; LAI, D.; et al. Azadirachtin blocks the calcium channel and



modulates the cholinergic miniature synaptic current in the central nervous system of *Drosophila*. **Pest Management Science**, v. 70, n. 7, p. 1041–1047, 2014.

RADWAN, M. A.; GAD, A. F. Essential oils and their components as promising approach for gastropod mollusc control: a review. , v. 128, p. 923–949, 2021.  
Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s41348-021-00484-5>>. .

RAVEAU, R.; FONTAINE, J.; VERDIN, A.; et al. Chemical composition, antioxidant and anti-inflammatory activities of clary sage and coriander essential oils produced on polluted and amended soils-phytomanagement approach. **Molecules**, v. 26, n. 17, p. 1–17, 2021.

REGNAULT-ROGER, C.; VINCENT, C.; ARNASON, J. T. Essential oils in insect control: Low-risk products in a high-stakes world. **Annual Review of Entomology**, v. 57, p. 405–424, 2012a.

REGNAULT-ROGER, C.; VINCENT, C.; ARNASON, J. T. Essential oils in insect control: Low-risk products in a high-stakes world. **Annual Review of Entomology**, v. 57, p. 405–424, 2012b.

RHARRABE, K.; JACQUIN-JOLY, E.; MARION-POLL, F. Electrophysiological and behavioral responses of *Spodoptera littoralis* caterpillars to attractive and repellent plant volatiles. **Frontiers in Ecology and Evolution**, v. 0, n. MAR, p. 5, 2014. Frontiers.

ROZMAN, V.; KALINOVIC, I.; KORUNIC, Z. Toxicity of naturally occurring compounds of Lamiaceae and Lauraceae to three stored-product insects. **Journal of Stored Products Research**, v. 43, n. 4, p. 349–355, 2007.

RUKUNDO, P.; KARANGWA, P.; UZAYISENGA, B.; et al. Outbreak of Fall Armyworm (*Spodoptera frugiperda*) and Its Impact in Rwanda Agriculture Production. , p. 139–157, 2020.

SAFAYA, M.; ROTLIWALA, Y. C. Nanoemulsions: A review on low energy formulation methods, characterization, applications and optimization technique. **Materials Today: Proceedings**, v. 27, p. 454–459, 2020. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.11.267>>. .

SALEHI, B.; MNAYER, D.; ÖZÇELİK, B.; et al. Plants of the genus *Lavandula*: From farm to pharmacy. **Natural Product Communications**, v. 13, n. 10, p. 1385–1402, 2018.

SALMAN, M.; ABBAS, R. Z.; ISRAR, M.; et al. Repellent and acaricidal activity of essential oils and their components against *Rhipicephalus* ticks in cattle. **Veterinary Parasitology**, 1. jul. 2020. Elsevier B.V.

ŞEREF GÜN, S.; ÇINBİLGEL, I.; ÖZ, E.; ÇETİN, H. Larvicidal activity of some *Salvia* L. (Labiatae) plant extracts against the mosquito *Culex pipiens* L. (Diptera: Culicidae). **Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi**, v. 17, n. SUPPL. A, p. 2021, 2011.

SHANGO, A. J.; MKOJERA, B. T.; MAJUBWA, R. O.; MAMIRO, D. P.; MAERERE, A. P. Pre- And postharvest factors affecting quality and safety of Pepper (*Piper nigrum* L.). **CAB Reviews: Perspectives in Agriculture, Veterinary Science, Nutrition and Natural Resources**, v. 16, n. 31, 2021.

SHARIFI-RAD, M.; OZCELİK, B.; ALTIN, G.; et al. *Salvia* spp. plants-from farm to

- food applications and phytopharmacotherapy. **Trends in Food Science and Technology**, v. 80, n. February, p. 242–263, 2018.
- SHARMA, M.; ALEXANDER, A.; SARAF, SHAIENDRA; et al. Mosquito repellent and larvicidal perspectives of weeds *Lantana camara* L. and *Ocimum gratissimum* L. found in central India. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 34, n. February, p. 0–6, 2021.
- SHARMA, N.; BANSAL, M.; VISHT, S.; SHARMA, P. K.; KULKARNI, G. T. Nanoemulsion: A new concept of delivery system anoemulsion: A new concept of delivery system. **Chronicles of Young Scientists**, v. 1, n. 2, p. 2–6, 2010. Disponível em: <[www.opubs.com/cys](http://www.opubs.com/cys)>. Acesso em: 23/11/2021.
- SINTHUSIRI, J.; SOONWERA, M. Oviposition deterrent and ovicidal activities of seven herbal essential oils against female adults of housefly, *Musca domestica* L. **Parasitology Research**, v. 113, n. 8, p. 3015–3022, 2014.
- SMITH, H.; SUMARSANA; FASA, L. R.; IDRUS, S. The yield, alcohol patchouli content and chemical composition of patchouli oil from moluccas and Aceh. **AIP Conference Proceedings**, v. 2360, n. 1, p. 050020, 2021. AIP Publishing LLC AIP Publishing. Disponível em: <<https://aip-scitation-org.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/abs/10.1063/5.0059936>>. Acesso em: 26/2/2022.
- SOHRABI, F.; KOHANMOO, M. A. Fumigant Toxicity of Plant Essential Oils Against *Oligonychus afrasiaticus* (MCG.) (Acari: Tetranychidae) and Identification of Their Chemical Composition. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 20, n. 3, p. 844–850, 2017.
- SOUHEILA, N.; LAMIA, E.; RANIA, E.; REBAI, B. Evidence based efficacy of three medicinal plant extracts against *Culex quinquefasciatus* (Say) larvae. **Pakistan Journal of Biological Sciences**, v. 23, n. 6, p. 776–781, 2020.
- ŠTEFANIDESOVÁ, K.; ŠKULTÉTY, L.; SPARAGANO, O. A. E.; ŠPITALSKÁ, E. The repellent efficacy of eleven essential oils against adult *Dermacentor reticulatus* ticks. **Ticks and Tick-borne Diseases**, v. 8, n. 5, p. 780–786, 2017.
- STORER, N. P.; BABCOCK, J. M.; SCHLENZ, M.; et al. Discovery and Characterization of Field Resistance to Bt Maize: *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in Puerto Rico. **Journal of Economic Entomology**, v. 103, n. 4, p. 1031–1038, 2010. Oxford Academic. Disponível em: <<https://academic.oup.com/jee/article/103/4/1031/2199574>>. Acesso em: 14/10/2021.
- ŠUČUR, J.; POPOVIĆ, A.; PETROVIĆ, M.; et al. Allelopathic effects and insecticidal activity of *Salvia sclarea* L. **Studia Universitatis Babeş-Bolyai Chemia**, v. 60, n. 1, p. 253–264, 2015.
- TEAM, R. C.; AL., E. R. A language and environment for statistical computing. , v. 2, p. 1–12, 2016.
- THARAMAK, S.; YOBOON, T.; PENGSOOK, A.; et al. Synthesis of thymyl esters and their insecticidal activity against *Spodoptera litura* (Lepidoptera: Noctuidae). **Pest Management Science**, v. 76, n. 3, p. 928–935, 2020. John Wiley & Sons, Ltd. Disponível em: <<https://onlinelibrary-wiley.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/full/10.1002/ps.5598>>. Acesso em: 1/11/2021.

- THERNEAU, T. M. Survival Analysis [R package survival version 2.41-3]. . Comprehensive R Archive Network (CRAN).
- TIA, V. E.; GUEU, S.; CISSE, M.; et al. Bio-insecticidal effects of essential oil nano-emulsion of *Lippia multiflora* Mold. On major cabbage pests. **Journal of Plant Protection Research**, v. 61, n. 1, p. 103–109, 2021.
- TINE, S.; SAYADA, N.; TINE-DJEBBAR, F.; SOLTANI, N. Chemical Composition and Activity of *Lavandula Angustifolia* Essential Oil Against Stored-Product Pest *Rhyzopertha Dominica* (F.) (Coleoptera: Bostrichidae): Fumigant Toxicity, Food Intake and Digestive Enzymes. **Environmental Science and Engineering**, p. 1491–1500, 2019. Springer, Cham. Disponível em: <[https://link.springer-com.ez48.periodicos.capes.gov.br/chapter/10.1007/978-3-030-51210-1\\_238](https://link.springer.com.ez48.periodicos.capes.gov.br/chapter/10.1007/978-3-030-51210-1_238)>. Acesso em: 10/10/2021.
- TOGOLA, A.; MESEKA, S.; MENKIR, A.; et al. Measurement of pesticide residues from chemical control of the invasive *Spodoptera Frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in a maize experimental field in Mokwa, Nigeria. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 15, n. 5, 2018.
- TOL, R. W. VAN; SWARTS, H. J.; LINDEN, A. VAN DER; VISSER, J. Repellence of the red bud borer *Resseliella oculiperda* from grafted apple trees by impregnation of rubber budding strips with essential oils. **Pest Management Science**, v. 63, n. 5, p. 483–490, 2007. John Wiley & Sons, Ltd. Disponível em: <<https://onlinelibrary-wiley.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/full/10.1002/ps.1374>>. Acesso em: 23/10/2021.
- TRONGTOKIT, Y.; RONGSRIYAM, Y.; KOMALAMISRA, N.; APIWATHNASORN, C. Comparative repellency of 38 essential oils against mosquito bites. **Phytotherapy Research**, v. 19, n. 4, p. 303–309, 2005. John Wiley & Sons, Ltd. Disponível em: <<https://onlinelibrary-wiley.ez48.periodicos.capes.gov.br/doi/full/10.1002/ptr.1637>>. Acesso em: 27/10/2021.
- TULASHIE, S. K.; ADJEL, F.; ABRAHAM, J.; ADDO, E. Potential of neem extracts as natural insecticide against fall armyworm (*Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae)). **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, v. 4, p. 100130, 2021. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cscee.2021.100130>>. .
- WAGNER, L. S.; SEQUIN, C. J.; FOTI, N.; CAMPOS-SOLDINI, M. P. Insecticidal, fungicidal, phytotoxic activity and chemical composition of *Lavandula dentata* essential oil. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 35, n. June, p. 102092, 2021. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.bcab.2021.102092>>. .
- WELLS, R.; TRUONG, F.; ADAL, A. M.; SARKER, L. S.; MAHMOUD, S. S. *Lavandula* essential oils: A current review of applications in medicinal, food, and cosmetic industries of lavender. **Natural Product Communications**, v. 13, n. 10, p. 1403–1417, 2018.
- WERDIN GONZÁLEZ, J. O.; GUTIÉRREZ, M. M.; MURRAY, A. P.; FERRERO, A. A. Composition and biological activity of essential oils from Labiatae against *Nezara viridula* (Hemiptera: Pentatomidae) soybean pest. **Pest Management Science**, v. 67, n. 8, p. 948–955, 2011.

WERDIN GONZÁLEZ, J. O.; LAUMANN, R. A.; DA SILVEIRA, S.; et al. Lethal and sublethal effects of four essential oils on the egg parasitoids *Trissolcus basalis*.

**Chemosphere**, v. 92, n. 5, p. 608–615, 2013. Elsevier Ltd. Disponível em:

<<http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.03.066>>. .

WU, C.; ZHANG, H.; HE, M.; et al. Toxicity of neonicotinoid insecticides on key non-target natural predator the larvae of *Coccinella septempunctata* in environmental.

**Environmental Technology and Innovation**, v. 23, p. 101523, 2021. Elsevier B.V.

Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.101523>>. .

WU, P.; WU, F.; FAN, J.; ZHANG, R. Potential economic impact of invasive fall armyworm on mainly affected crops in China. **Journal of Pest Science**, v. 94, n. 4, p. 1065–1073, 2021. Springer Berlin Heidelberg. Disponível em:

<<https://doi.org/10.1007/s10340-021-01336-9>>. .

YANG, X.; HAN, H.; LI, B.; et al. Fumigant toxicity and physiological effects of spearmint (*Mentha spicata*, Lamiaceae) essential oil and its major constituents against *Reticulitermes dabieshanensis*. **Industrial Crops and Products**, v. 171, n. May, 2021. Elsevier B.V.

ZAHED, K.; SOUTTOU, K.; HAMZA, F.; ZAMOUM, M. Chemical composition and larvicidal activities in vitro and in vivo of essential oils of *Thymus vulgaris* (L) and *Lavandula angustifolia* (Mill) against pine processionary moth *Thaumetopoea pityocampa* Den. & Schiff. in Ain Defla (Algeria). **Journal of Plant Diseases and Protection**, p. 1–17, 2020. Springer Science and Business Media Deutschland GmbH.

Disponível em: <[https://link.springer-](https://link.springer.com.ez48.periodicos.capes.gov.br/article/10.1007/s41348-020-00389-9)

[com.ez48.periodicos.capes.gov.br/article/10.1007/s41348-020-00389-9](https://link.springer.com.ez48.periodicos.capes.gov.br/article/10.1007/s41348-020-00389-9)>. Acesso em: 23/1/2021.

ZAVALA-GÓMEZ, C. E.; ZAMORA-AVELLA, D.; RODRÍGUEZ-CHÁVEZ, J. L.; et al. Bioactivity of 1,8-Cineole and Essential Oil of *Salvia keerlii* (Lamiaceae) Against *Spodoptera frugiperda*. <https://doi.org/10.3958/059.046.0209>, v. 46, n. 2, p. 385–396, 2021. Society of Southwestern Entomologists. Disponível em:

<<https://bioone.org/journals/southwestern-entomologist/volume-46/issue-2/059.046.0209/Bioactivity-of-18-Cineole-and-Essential-Oil-of-Salvia-keerlii/10.3958/059.046.0209.full>>. Acesso em: 15/10/2021.

ZEKRI, N.; CAIDI, A. EL; EL BELGHITI, M. A.; ZAIR, T. Insecticidal activity of *M. Spicata* (L.) essential oil against *sitophilus oryzae* (L.). **Research Journal of Chemistry and Environment**, v. 24, n. 1, p. 82–85, 2020.

ZHANG, D. DAN; XIAO, Y. TAO; XU, P. JUN; et al. Insecticide resistance monitoring for the invasive populations of fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* in China. **Journal of Integrative Agriculture**, v. 20, n. 3, p. 783–791, 2021. CAAS.

Publishing services by Elsevier B.V. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S2095-3119\(20\)63392-5](http://dx.doi.org/10.1016/S2095-3119(20)63392-5)>. .

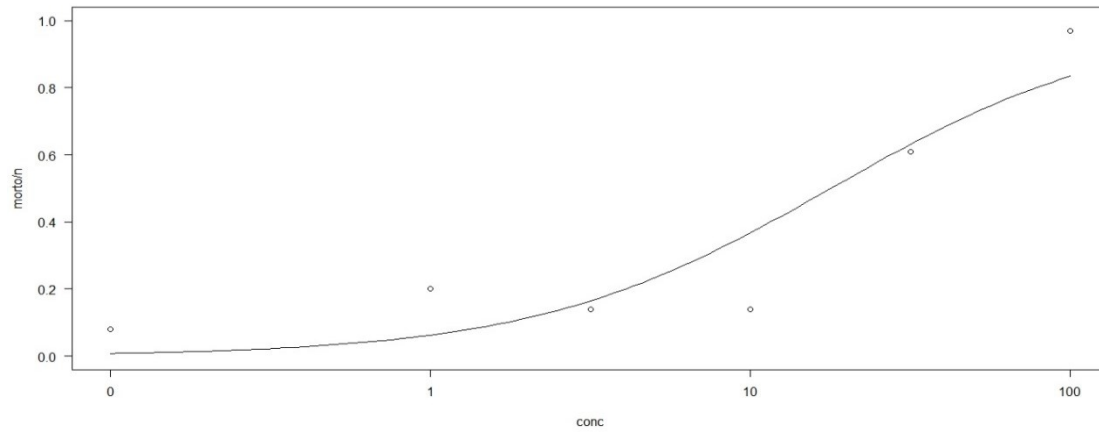
ZHU, B. C. R.; HENDERSON, G.; YU, Y.; LAINE, R. A. Toxicity and repellency of patchouli oil and patchouli alcohol against Formosan subterranean termites *Coptotermes formosanus* Shiraki (Isoptera: Rhinotermitidae). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 16, p. 4585–4588, 2003.

ZHU, J.; ZENG, X.; YANMA; et al. Adult repellency and larvicidal activity of five plant essential oils against mosquitoes. **Journal of the American Mosquito Control**

**Association**, v. 22, n. 3, p. 515–522, 2006.

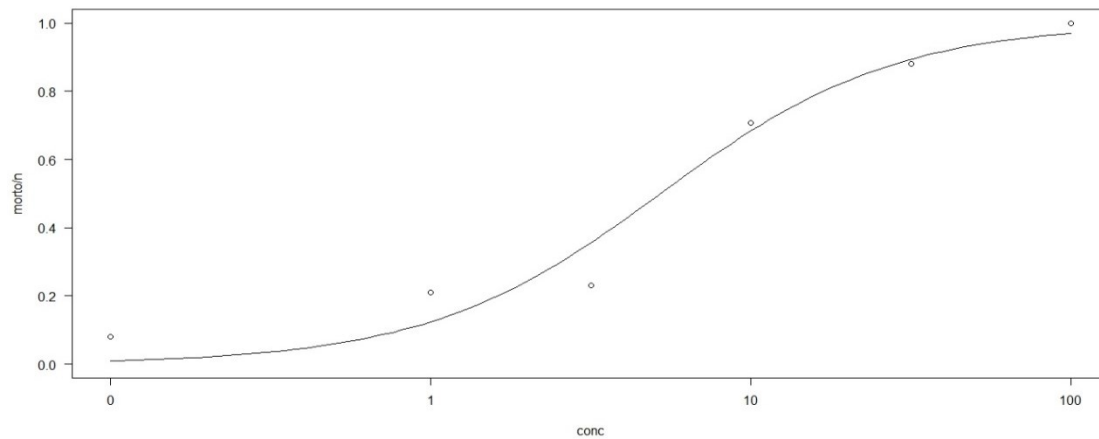
## APENDICE A- Curvas de resposta dose-mortalidade

**A.1** – Curva de resposta dose-mortalidade de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a aplicação do óleo essencial de *Lavandula angustifolia* nas doses de 1; 3,16; 12; 32 e 100  $\mu\text{g}$  de OE/ lagarta.



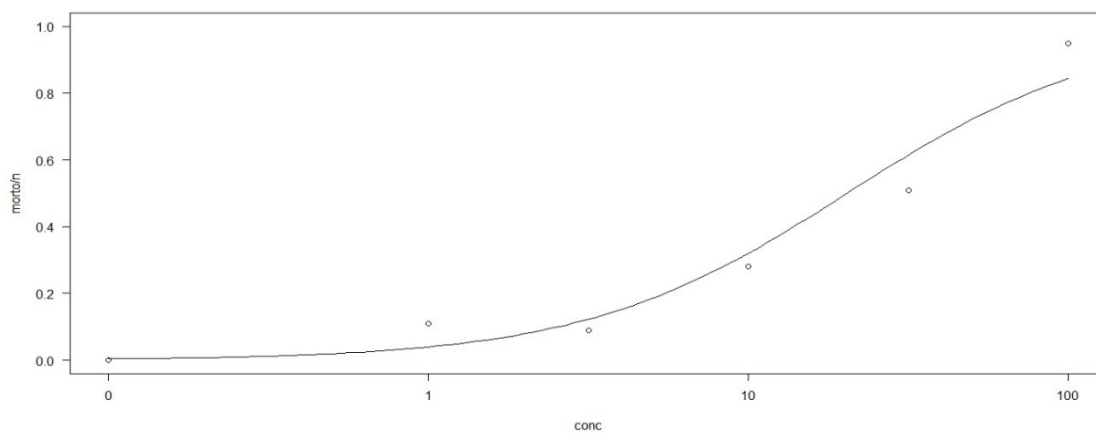
Fonte: autoria própria.

**A.2** – Curva de resposta dose-mortalidade de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a aplicação do óleo essencial de *Pogostemon cablin* nas doses de 1; 3,16; 12; 32 e 100  $\mu\text{g}$  de OE/ lagarta.



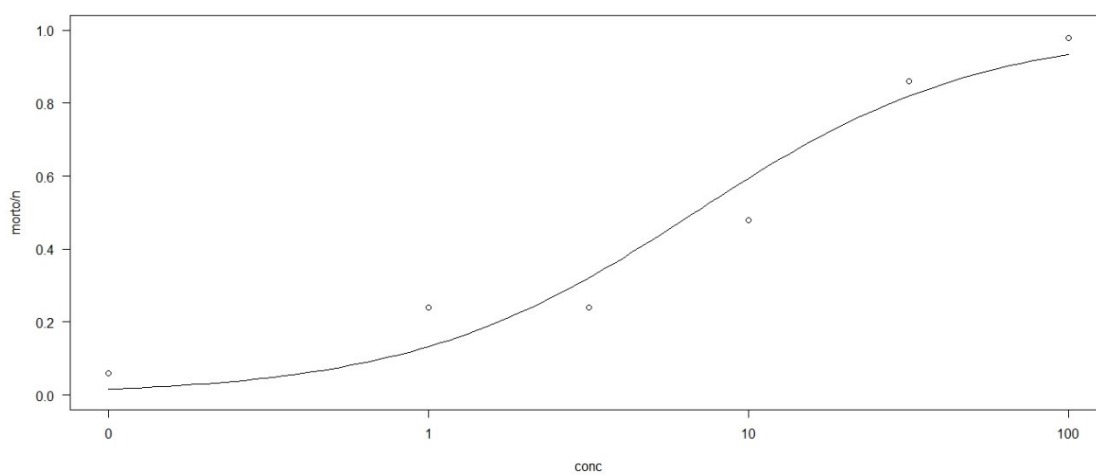
Fonte: autoria própria.

**A.3** – Curva de resposta dose-mortalidade de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a aplicação do óleo essencial de *Salvia sclarea* nas doses de 1; 3,16; 12; 32 e 100  $\mu\text{g}$  de OE/ lagarta.



Fonte: autoria própria.

**A.4** – Curva de resposta dose-mortalidade de lagartas de *Spodoptera frugiperda* submetidas a aplicação do óleo essencial de *Thymus vulgaris* nas doses de 1; 3,16; 12; 32 e 100  $\mu\text{g}$  de OE/ lagarta.



Fonte: autoria própria.