



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



KAMILLA FERREIRA REZENDE

BIOPROSPECÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE PLANTAS DA FAMÍLIA
PIPERACEAE NO CONTROLE DA LAGARTA-DO-CARTUCHO DO
MILHO

TANGARÁ DA SERRA/MT - BRASIL
2024



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



KAMILLA FERREIRA REZENDE

**BIOPROSPECÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE PLANTAS DA FAMÍLIA
PIPERACEAE NO CONTROLE DA LAGARTA-DO-CARTUCHO DO MILHO**

Dissertação apresentada à Universidade do Estado de Mato Grosso, como parte das exigências do Programa de Pós-graduação *Stricto Sensu* em Ambiente e Sistemas de Produção Agrícola para obtenção do título de Mestre.

Orientadora: Dra. Alessandra Regina Butnariu.

Coorientadora: Dra. Michele Trombin de Souza.

**TANGARÁ DA SERRA/MT – BRASIL
2024**



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



© Kamilla Ferreira Rezende, 2024.

Ficha catalográfica elaborada pela Supervisão de Bibliotecas da UNEMAT Catalogação de Publicação na Fonte.
UNEMAT - Unidade padrão

Rezende, Kamilla Ferreira.

BIOPROSPECÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE PLANTAS DA FAMÍLIA
PIPERACEAE NO CONTROLE DA LAGARTA-DO-CARTUCHO DO MILHO / Kamilla
Ferreira Rezende. - Cáceres, 2024.
93f.: il.

Universidade do Estado de Mato Grosso "Carlos Alberto Reyes
Maldonado", Ambiente e Sistemas de Produção Agrícola/TGA-PPGASP -
TANGARÁ DA SERRA - Mestrado Acadêmico, Campus Universitário De
Tangará Da Serra "Eugênio Carlos Stieler".
Orientador: Alessandra Regina Butnariu.
Coorientador: Michele Trombin de Souza.

1. Metabólitos secundários. 2. Piperaceae. 3. Bibliometrix.
I. Butnariu, Alessandra Regina. II. Souza, Michele Trombin de.
III. Título.

UNEMAT / MTSCB

CDU 574.9



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



KAMILLA FERREIRA REZENDE

**“BIOPROSPECÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE PLANTAS DA FAMÍLIA
Piperaceae NO CONTROLE DA LAGARTA-DO-CARTUCHO DO MILHO”**

Dissertação apresentada à
Universidade do Estado de Mato Grosso,
como parte das exigências do Programa
de Pós-graduação *Stricto Sensu* em
Ambiente e sistemas de Produção Agrícola
para obtenção do título de Mestre.

Aprovada em 14 de junho de 2024.

Banca Examinadora

Documento assinado digitalmente
gov.br ALESSANDRA REGINA BUTNARIU
Data: 19/08/2024 14:00:59-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof^a. Dra. Alessandra Regina Butnariu Universidade
do Estado de Mato Grosso - UNEMAT (Presidente)

Documento assinado digitalmente
gov.br DIONES KRINSKI
Data: 17/08/2024 02:08:09-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Diones Krinski
Universidade do Estado de Mato Grosso - UNEMAT (Membro
externo ao Programa)

Documento assinado digitalmente
gov.br DANIEL BERNARDI
Data: 15/08/2024 13:41:31-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Daniel Bernardi Universidade
Federal de Pelotas - UFPel
(Membro externo ao Programa)

TANGARÁ DA SERRA/MT – BRASIL
2024



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me guiar durante esses anos, com perseverança diante das adversidades. Aos meus pais Abel e Sandra, meu irmão Willian e meu esposo Leandro por acreditarem no meu potencial e nunca medirem esforços para me ajudar a realizar esse sonho. Com muito carinho também agradeço as minhas orientadoras Alessandra e Michele, também aos professores Diones e Daniel por toda atenção, inspiração e contribuições para o meu crescimento pessoal e profissional. Minha gratidão aos colegas de mestrado e laboratório pelo auxílio nas coletas de campo, análises dos dados e companheirismo durante esse período na pós-graduação. Por fim, a todos que contribuíram direta e indiretamente com a realização desta pesquisa.



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



LISTA DE ABREVIATURAS E SILGAS

APRD	Arthropod Pesticide Resistance Database
Bt	<i>Bacillus thurigiensis</i>
BibTeX	Entrada bibliográfica
Capes	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CAFe	Comunidade Acadêmica Federada
CONAB	Companhia Nacional de Abastecimento
CL	Concentração Letal
cm	centímetro
CPEDA	Estudos e Desenvolvimento Agro-ambientais
DMSO	Dimetil sulfóxido
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias
EPA	Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos
et al.,	e outros; e colaboradores
FAO	Organização das Nações Unidas para a Alimentação e Agricultura
g	grama
GLM	Modelo Linear Generalizado
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
L	litro
mg	miligrama
mL	mililitro
mn	minutos
mm	milímetro
MIP	Manejo Integrado de Pragas
OEs	Óleos essenciais
ppm	partes por milhão
S	Sul
spp.	espécies
UNEMAT	Universidade do Estado de Mato Grosso
USA	Estados Unidos
TANG	Herbário Tangará
W	west
µL	microlitro



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



LISTA DE SÍMBOLOS

α	alpha
β	beta
γ	gamma
%	porcentagem
®	marca registrada
<	menor que
$\leq$	menor ou igual
>	maior que
$\pm$	mais ou menos
°	grau
°C	grau Celsius



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



LISTA DE FIGURAS

Capítulo I – Bioprospecção de óleos essenciais no controle de *Spodoptera frugiperda*: uma análise bibliográfica e bibliométrica

Páginas

Figura 1. Produção Científica anual relacionada a pesquisas que envolveram o uso de óleos essenciais no controle de <i>Spodoptera frugiperda</i> (2009 - 2022).....	22
Figura 2. Produção científica dos 10 países com maior número de documentos publicados, relacionados às referências dos artigos selecionados de 2009-2022 na base de dados Scopus.	23
Figura 3. Relação das 10 instituições com maior produção de artigos no período de 2009-2022 base Scopus.	24
Figura 4. Principais periódicos onde os artigos de referência foram publicados.	25
Figura 5. Nuvem de palavras-chaves mais utilizadas nos artigos selecionados nos períodos de 2009-2022 na base de dados Scopus.....	26
Figura 6. Frequência das palavras-chave mais utilizadas ao longo dos anos de 2009-2022 na base de dados Scopus	27

Capítulo II - Potencial fitoinseticida de óleos essenciais da família Piperaceae em *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797)

Páginas

Figura 1. Representação esquemática do ciclo de vida de <i>Spodoptera frugiperda</i>	39
Figura 2. Espécie <i>Piper marginatum</i> coletada nas proximidades do campus da Universidade do Estado de Mato Grosso, Tangará da Serra - MT	41
Figura 3. Espécie <i>Piper arboreum</i> coletada próximo ao Córrego Figueira no município de Tangará da Serra-MT	42
Figura 4. Espécie <i>Piper fuliginum</i> coletada em propriedade particular próximo a área rural do município de Tangará da Serra - MT	43
Figura 5. Espécie <i>Piper aff. divaricatum</i> coletada em propriedade particular próximo a área rural do município de Tangará da Serra - MT	51
Figura 6. <i>Piper hispidum</i> coletada próximo ao Córrego Figueira no município de Tangará da Serra - MT	44
Figura 7. Concentrações relativas (%) às classes de constituintes presentes no óleo essencial de <i>Piper</i> spp. (Piperaceae) coletada em Tangará da Serra – Mato Grosso.	53
Figura 8. Características dos ovos de <i>Spodoptera frugiperda</i> tratados com óleos essenciais de <i>Piper</i> spp. (Piperaceae), água e acetona e inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.	55
Figura 9. Inviabilização dos ovos de <i>Spodoptera frugiperda</i> após pulverização de óleo essencial de <i>Piper</i> spp. (Piperaceae) e dos inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.....	57



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



Figura 10. Lagartas de 3º ínstar de <i>Spodoptera frugiperda</i> submetidas ao contato de superfície contaminada com óleos essenciais de cinco espécies de <i>Piper</i> spp. e dos inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.	58
Figura 11. Análise de sobrevivência das lagartas de <i>Spodoptera frugiperda</i> ao contato de superfície contaminada com óleos essenciais de <i>Piper</i> spp dos inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.	59
Figura 12. Deformidades observadas nos adultos de <i>Spodoptera frugiperda</i> após contato na fase larval com os óleos essenciais de <i>Piper</i>	62
Figura 13. Análise Probit para estimativa de CL ₅₀ e CL ₉₀ dos óleos essenciais das cinco espécie de <i>Piper</i>	63



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



LISTA DE TABELAS

Capítulo I – Bioprospecção de óleos essenciais no controle de *Spodoptera frugiperda*: uma análise bibliográfica e bibliométrica

Páginas

Tabela 1. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em <i>Spodoptera frugiperda</i>	12
---	----

Capítulo II - Potencial fitoinseticida de óleos essenciais da família Piperaceae em *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797)

Páginas

Tabela 1. Coordenadas geográficas das espécies de <i>Piper</i> coletadas.....	49
Tabela 2. Porcentagem de constituintes químicos dos OEs obtidos por hidrodestilação das folhas secas de cinco espécies de <i>Piper</i> (Piperaceae) coletadas em Tangará da Serra – Mato Grosso.	53
Tabela 3. Análise de modelo linear generalizado (GLM) para média de ovos de <i>Spodoptera frugiperda</i> inviabilizados após pulverização do OEs das espécies de <i>Piper</i> analisadas.....	56
Tabela 4. Análise de modelo linear generalizado (GLM) aplicado aos parâmetros biológicos das lagartas de <i>Spodoptera frugiperda</i> , em função das concentrações e OEs das espécies de <i>Piper</i> analisadas.	60
Tabela 5. Parâmetros biológicos de <i>Spodoptera frugiperda</i> sobreviventes após a aplicação dos óleos essenciais de <i>Piper</i> durante a fase larval.	61

LISTA DE QUADROS

Páginas

Quadro 1. Dieta artificial utilizada para criação de <i>Spodoptera frugiperda</i>	4848
---	------



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



SUMÁRIO

Páginas

LISTA DE ABREVIATURAS E SILGAS	
LISTA DE SÍMBOLOS	
LISTA DE FIGURAS	
LISTA DE TABELAS	
LISTA DE QUADROS	
RESUMO GERAL	
INTRODUÇÃO GERAL.....	1
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	4
Capítulo I – Bioprospecção de óleos essenciais no controle de <i>Spodoptera frugiperda</i> : uma análise bibliográfica e bibliométrica.....	7
1 INTRODUÇÃO.....	9
2 MATERIAL E MÉTODOS	10
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	11
3.1 Revisão bibliográfica.....	11
3.2 Análise Bibliométrica	21
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	27
5 REFERÊNCIAS	29
Capítulo II - Potencial fitoinseticida de óleos essenciais da família Piperaceae em <i>Spodoptera frugiperda</i> (J.E. Smith, 1797).....	35
1 INTRODUÇÃO.....	37
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	38
2.1 <i>Spodoptera frugiperda</i>	38
2.2 <i>Piper marginatum</i>	40
2.3 <i>Piper arboreum</i>	41
2.4 <i>Piper fulligineum</i>	43
2.5 <i>Piper aff. divaricatum</i>	44
2.6 <i>Piper hispidum</i>	45
2.7 Chlorantraniliprole (Premio®)	46
2.8 Espinetoram (Exalt®)	46



ESTADO DE MATO GROSSO
SECRETARIA DE ESTADO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DO ESTADO DE MATO GROSSO
PRPPG - PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE TANGARÁ DA SERRA
PPGASP – PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE E
SISTEMAS DE PRODUÇÃO AGRÍCOLA



3 MATERIAL E MÉTODOS	47
3.1 Criação e manutenção de <i>S. frugiperda</i>	47
3.2 Material vegetal	48
3.2 Extração dos óleos essenciais	49
3.3 Análise cromatográfica	49
3.4 Potencial ovicida de OEs de <i>Piper</i> sobre ovos de <i>S. frugiperda</i>	50
3.5 Teste por contato em superfície contaminada	51
3.6 Análise estatística.....	52
4 RESULTADOS	52
4.1 Análise cromatográfica	52
4.2 Potencial ovicida de OEs de <i>Piper</i> sobre ovos de <i>S. frugiperda</i>	54
4.3 Teste por contato em superfície contaminada	57
5 DISCUSSÃO.....	63
6 CONCLUSÃO	70
7 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	70
8 REFERÊNCIAS	71

RESUMO GERAL

Resumo: Nos últimos anos, a busca por alternativas sustentáveis no controle de pragas agrícolas, em especial da lagarta-do-cartucho *Spodoptera frugiperda*, tem ganhado destaque. Dentre as estratégias biorracionais, os óleos essenciais (OEs) extraídos de diversas famílias botânicas, como a Piperaceae, têm sido explorados devido ao seu potencial bioinseticida e ao baixo impacto ambiental. Nesse contexto, dois estudos foram realizados para abordar o controle alternativo dessa praga. O primeiro estudo consistiu em uma análise bibliográfica e bibliométrica que abrangeu o período de 2009 a 2022, explorando a pesquisa global relacionada ao uso de OEs no controle de *S. frugiperda*, através da base de dados Scopus. Os resultados ressaltaram que as famílias botânicas Piperaceae, Lamiaceae e Myrtaceae foram as principais fontes dos OEs estudados, com ênfase em bioensaios que utilizavam a fase larval da praga. A metodologia de contato tópico, utilizando acetona como solvente, foi amplamente empregada. Além disso, a análise bibliométrica revelou um crescimento anual de 8,82% de pesquisas que envolviam a utilização de OEs no controle alternativo de *S. frugiperda*, indicando uma evolução constante nas publicações. A Universidade Federal Rural de Pernambuco liderou, com 27 publicações e o Brasil destacou-se como o país com a maior produção de pesquisa, representando 74% das publicações, seguido pelo México com 9% e Argentina com 4%. Evidenciou-se a necessidade de estudos adicionais sobre a citotoxicidade dos OEs, isolamento de moléculas e ensaios práticos em campo, visando aprimorar as metodologias para futuras formulações. O segundo estudo teve como objetivo avaliar o potencial fitoinseticida dos OEs das espécies *Piper* aff. *divaricatum*, *Piper fuliginum*, *Piper arboreum*, *Piper hispidum* e *Piper marginatum*, na fase embrionária e larval de *S. frugiperda*. Os resultados revelaram a presença de diferentes constituintes em cada espécie de *Piper*, como germacreno D e miristicina em *P. aff. divaricatum*, (E)-cariofileno, germacreno D e biciclogermacreno em *P. arboreum*, neo-intermedeol em *P. fuliginum*, α -cadinol em *P. hispidum* e 3,4- metilenodioxipropiofenona em *P. marginatum*. No bioensaio ovicida, *P. marginatum* se destacou nas concentrações mais baixas, com inviabilização variando entre 72% e 99,33%. No bioensaio larvicida, todas as espécies de *Piper* testadas ($\leq 1\%$) demonstraram eficácia no controle da praga agrícola, se destacando as espécies *P. aff. divaricatum* e *P. arboreum* que alcançaram mortalidade de 86% em até 3 horas nas concentrações de 0,25% e 0,50%. Ambos os estudos evidenciam a promissora eficácia dos óleos essenciais no controle de *S. frugiperda*, oferecendo uma alternativa eficaz e sustentável ao uso de inseticidas sintéticos, contribuindo para o desenvolvimento contínuo de estratégias mais sustentáveis para o manejo de pragas agrícolas.

Palavras-Chave: Bibliometrix, Piperaceae, Metabólitos secundários, Lagarta-do-cartucho.

GENERAL SUMMARY

Abstract: In recent years, the search for sustainable alternatives to control agricultural pests, especially the fall armyworm *Spodoptera frugiperda*, has gained prominence. Among the biorational strategies, essential oils (EOs) extracted from several botanical families, such as Piperaceae, have been explored due to their bioinsecticidal potential and low environmental impact. In this context, two studies were carried out to address the alternative control of this pest. The first study consisted of a bibliographic and bibliometric analysis that covered the period from 2009 to 2022, exploring the global research related to the use of EOs in the control of *S. frugiperda*, through the Scopus database. The results highlighted that the botanical families Piperaceae, Lamiaceae and Myrtaceae were the main sources of the EOs studied, with emphasis on bioassays that used the larval stage of the pest. The topical contact methodology, using acetone as a solvent, was widely used. Furthermore, the bibliometric analysis revealed an annual growth of 8.82% in research involving the use of EOs in the alternative control of *S. frugiperda*, indicating a constant evolution in publications. The Federal Rural University of Pernambuco led, with 27 publications, and Brazil stood out as the country with the largest research production, representing 74% of the publications, followed by Mexico with 9% and Argentina with 4%. The need for additional studies on the cytotoxicity of EOs, isolation of molecules and practical field trials was highlighted, aiming to improve the methodologies for future formulations. The second study aimed to evaluate the phytoinsecticidal potential of EOs from the species *Piper* aff. *divaricatum*, *Piper fuliginum*, *Piper arboreum*, *Piper hispidum* and *Piper marginatum*, in the embryonic and larval stages of *S. frugiperda*. The results revealed the presence of different constituents in each *Piper* species, such as germacrene D and myristicin in *P. aff. divaricatum*, (E)-caryophyllene, germacrene D and bicyclogermacrene in *P. arboreum*, neo-intermedeol in *P. fuliginum*, α -cadinol in *P. hispidum* and 3,4-methylenedioxypropiofenone in *P. marginatum*. In the ovicidal bioassay, *P. marginatum* stood out at the lowest concentrations, with inviability ranging from 72% to 99.33%. In the larvicidal bioassay, all *Piper* species tested ($\leq 1\%$) demonstrated efficacy in controlling the agricultural pest, with *P. aff. divaricatum* and *P. arboreum* species standing out, reaching 86% mortality within 3 hours at concentrations of 0.25% and 0.50%. Both studies demonstrate the promising efficacy of essential oils in controlling *S. frugiperda*, offering an effective and sustainable alternative to the use of synthetic insecticides, contributing to the continued development of more sustainable strategies for managing agricultural pests.

Keywords: Bibliometrix, Piperaceae, Secondary metabolites, Fall armyworm.

INTRODUÇÃO GERAL

O cultivo do milho, *Zea mays* L. (Poaceae), apresenta grande importância econômica para o Brasil, com área cultivada de 14 milhões de hectares e duas épocas de plantio (safra e safrinha), produzindo mais de 100 milhões de toneladas de grãos (Dowswell *et al.*, 2019; CONAB, 2022). No ranking internacional o Brasil é o terceiro maior exportador mundial do grão, atrás apenas dos Estados Unidos e da Argentina, já no ranking nacional, o estado de Mato Grosso se destaca como maior produtor, com 38,3 milhões de toneladas produzidas do cereal (IBGE, 2023). Devido a alta produtividade e incentivo às pesquisas, a expansão desse cultivar trouxe desenvolvimento para a região.

Por se tratar de uma cultura de subsistência com importância econômica no país, novas tecnologias visam atingir níveis de produtividade superiores aos atuais. Entretanto, o cultivo do milho sofre perdas de produtividade, de até 40%, pelo ataque de insetos-pragas que ocorre desde a germinação à colheita (Pavela, 2016; Gonçalves *et al.*, 2021). Além disto, o Manejo Integrado de Pragas (MIP) têm se mostrado cada vez mais desafiador ao longo das últimas décadas, devido às populações resistentes aos inseticidas (APRD, 2023) e às plantas geneticamente modificadas (Amaya *et al.*, 2015; Bernardi *et al.*, 2016, Omoto *et al.*, 2016), além dos impactos negativos ao ambiente e à saúde causados pelo uso inadequado de agrotóxicos.

Neste cenário, a busca por formas alternativas de controle de pragas vem ganhando destaque, principalmente em relação aos biopesticidas, causando grandes mudanças na indústria e no mercado de defensivos agrícolas convencionais (Damalas; Koutrobas, 2018; Da Silva Araújo, 2019). Segundo a Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos (EPA), os biopesticidas são compostos naturais derivados de animais, plantas e bactérias empregados no controle de pragas. De maneira análoga, os produtos alternativos e naturais são de origem biológica e, geralmente, possuem baixa toxicidade ao homem e à natureza, são eficientes contra insetos e microorganismos nocivos, além de apresentarem custo reduzido, fácil manejo e aplicação, bem como disponibilidade para aquisição (Penteado, 2001).

O uso de substâncias presentes nos metabólitos secundários das plantas, tais como extratos e óleos essenciais (OEs), são uma valiosa ferramenta frente aos

problemas recorrentes dos agroquímicos, por possuírem misturas complexas de constituintes bioativos, retardando o surgimento de populações de insetos resistentes (Isman, 2000). A este respeito, os OEs reforçam aspectos positivos para o manejo fitossanitário, por apresentarem compostos que podem servir como modelo para a síntese de produtos sintéticos, além de serem utilizados sinergicamente com outros produtos, elevando o seu potencial de uso no setor agrícola (Lucas *et al.*, 2000; Bizzo; Hovell; Rezende, 2009; Silva, 2010).

Os OEs são substâncias voláteis e lipofílicas que podem ser extraídas de várias partes do vegetal, como flores, folhas, cascas, rizomas e frutos, sendo caracterizados como compostos aromáticos e voláteis, variando a intensidade e composição, de acordo a espécie, época de coleta e condições edafoclimáticas (Simões; Spitzer, 1999; Knaak; Fiuza, 2010; Yazdani *et al.*, 2014). Quimicamente, os OEs possuem composição complexa, podendo conter álcoois, aldeídos, cetonas, fenóis, ésteres, éteres e terpenos em proporções variáveis (Barbieri; Borsotto, 2018).

Entre as famílias botânicas que se destacam, em estudos voltados ao uso e propriedades dos OEs no controle alternativo de pragas, temos a família Piperaceae, despertando interesse pela ação fitoinseticida, possibilitando o seu uso no controle de pragas (Fazolin, 2014; De Oliveira, 2020). Dentre as substâncias com ação inseticida, nas espécies dessa família, estão catalogadas as piperamidas, que, isoladas ou em combinação com outras substâncias, apresentam potencial para substituir inseticidas de contato, especificamente os compostos neurotóxicos, como os carbamatos, organofosforados e piretroides, moléculas estas, para as quais há relatos de pragas resistentes, a citar a lagarta-do-cartucho *S. frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) (Scott, 2008).

A espécie *S. frugiperda* possui alta capacidade migratória, é nativa das regiões tropicais e subtropicais da América do Norte, Central e do Sul e de suma importância no setor agrícola, devido aos seus danos econômicos (Bateman *et al.*, 2018). Além disso, um dos fatores, que favorece sua permanência e propagação no ambiente, é ser polífaga, causando danos em culturas economicamente importantes no Brasil, sendo a cultura do milho a principal hospedeira, mas podendo atacar também algodão, amendoim, arroz, soja, sorgo, trigo, entre outras (Boregas *et al.*, 2013). Esta ampla gama de hospedeiros de *S. frugiperda* propiciou mudanças comportamentais e fisiológicas, a partir das quais, foram identificadas no Brasil a raça C em plantas de algodão e milho, e a raça R em arroz (Busato *et al.*, 2004).

Logo, o manejo de *S. frugiperda* torna-se desafiador devido à resistência a vários grupos químicos. Atualmente, mais de 30 ingredientes ativos apresentam relatos de resistência para *S. frugiperda* em todo mundo (APRD, 2023), já no Brasil, reportaram-se casos de resistência de *S. frugiperda* aos grupos químicos lambdacialotrina (Diez-Rodríguez *et al.*, 2001), clorpirifós (Carvalho *et al.*, 2013), lufenurom (Nascimento *et al.*, 2016), espinosade (Okuma *et al.*, 2018) e diamidas (Bolzan *et al.*, 2019) e, mais recentemente, por benzoato de emamectina (Muraro *et al.*, 2021). Devido à resistência de *S. frugiperda* aos princípios ativos, super dosagens têm sido utilizadas no campo e, seu uso, extensivo e indiscriminado, vem causando impactos sociais e ambientais (Pedlowski *et al.*, 2012).

Levando em consideração a resistência da lagarta-do-cartucho, sua permanência em diversas culturas e o potencial fitoinseticida que os óleos essenciais de Piperáceas podem apresentar visando o manejo fitossanitário da praga, este trabalho tem como objetivo conhecer o cenário das pesquisas voltadas ao uso de óleos essenciais no controle de *Spodoptera frugiperda* e avaliar o potencial fitoinseticida de óleos essenciais de *Piper* spp. sobre essa praga. Portanto, esta dissertação foi dividida em dois capítulos: Capítulo I – Bioprospecção de óleos essenciais no controle de *Spodoptera frugiperda*: uma análise bibliográfica e bibliométrica e Capítulo II – Potencial fitoinseticida de óleos essenciais da família Piperaceae em *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- APRD - Arthropod Pesticide Resistance Database.** Michigan State University, 2018. Disponível em: <<http://www.pesticideresistance.org/>>. Acesso em 30 de outubro de 2023.
- BARBIERI, C. *et al.* Óleos essenciais: mercado e legislação. **Potencial dos óleos essenciais**, p. 107-127, 2018.
- BATEMAN, M. L. *et al.* Assessment of potential biopesticide options for managing fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*) in Africa. **Journal of applied entomology**, v. 142, n. 9, p. 805-819, 2018.
- BERNARDI, O. *et al.* Seleção e caracterização de resistência à proteína Vip3Aa20 de *Bacillus thuringiensis* em *Spodoptera frugiperda*. **Ciência do manejo de pragas**, v. 72, n. 9, p. 1794-1802, 2016.
- BIZZO, H. R.; HOVELL, A. M. C.; REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química nova**, v. 32, p. 588-594, 2009.
- BOLZAN, A *et al.* Seleção e caracterização da herança da resistência de *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) ao clorantianiliprol e resistência cruzada a outros inseticidas diamidas. **Ciência do Manejo de Pragas**, v. 10, pág. 2682-2689, 2019.
- BOREGAS, K. G. B. *et al.* Estádio de adaptação de *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) em hospedeiros alternativos. **Bragantia**, v. 72, p. 61-70, 2013.
- BUSATO, G. R. *et al.* Análise da estrutura e diversidade molecular de populações de *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) associadas às culturas de milho e arroz no Rio Grande do Sul. **Neotropical Entomology**, v. 33, p. 709-716, 2004.
- CARVALHO, R. A. *et al.* Investigating the molecular mechanisms of organophosphate and pyrethroid resistance in the fall armyworm *Spodoptera frugiperda*. **PLoS One**, v. 8, n. 4, p. e62268, 2013.
- CONAB. **Acompanhamento da safra brasileira de grãos: safra 2021/22.** Brasília, 2022. 101 p. Disponível em: <<https://www.conab.gov.br/info-agro/safras>>. Acesso em 30 de outubro de 2023.
- DAMALAS, C. A.; KOUTROUBAS, S. D. Situação atual e desenvolvimentos recentes no uso de biopesticidas. **Agricultura**, v. 8, n. 1, pág. 13 de 2018.
- DA SILVA ARAÚJO, I. *et al.* Perspectivas atuais da utilização de bioinseticidas em *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Revista Brasileira de Meio**

Ambiente, v. 7, n. 3, 2019.

DE OLIVEIRA, M. L. B. *et al.* O gênero *Piper* no Brasil: o estado da arte da pesquisa. **Biodiversidade**, v. 19, n. 3, 2020.

DOWSWELL, C. R.; PALIWAL, R. L.; CANTRELL, R. P. **Maize in the third world**. CRC press, Boca Raton London, NY, 282p., 2019.

DIEZ-RODRIGUEZ, G. I.; OMOTO, C. Herança da resistência de *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) a lambda-cialotrina. **Neotropical Entomology**, v.30, p. 311-316, 2001.

EPA - Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos. Disponível em: <<https://www.epa.gov/pesticides/biopesticides#what>>. Acesso em 30 de outubro de 2023.

FAZOLIN, M. *et al.* Amazon Piperaceae with potential insecticide use. **Medicinal plants: phytochemistry, pharmacology and therapeutics**, v. 3, p. 423-440, 2014.

GONÇALVES, D. C. *et al.* Manejo da lagarta-do-cartucho do milho (*Spodoptera frugiperda*): panorama geral das atualizações no controle alternativo. 2021.

KNAAK, N.; FIUZA, L. M. Potencial dos óleos essenciais de plantas no controle de insetos e microrganismos. **Neotropical Biology and Conservation**, v.5, n. 2, p. 120-132, 2010.

LUCAS, P. W. *et al.* Mechanical defences to herbivory. **Annals of Botany**, v. 86, n. 5, p. 913-920, 2000.

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

IBGE. **Em 2022, Sorriso (MT) manteve a liderança na produção agrícola**. 2023. Disponível em: < https://agenciadenoticias.ibge.gov.br/agencia_noticias/2012-agencia-de-noticias/noticias/37894-em-2022-sorriso-mt-manteve-a-lideranca-na-producao-agricola#:~:text=Com%20alta%20de%2019%2C6,38%2C3%20milh%C3%B5es%20de%20toneladas>. Acesso em 30 de outubro de 2023.

MURARO, D. S. *et al.* Inheritance patterns, cross-resistance and synergism in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) resistant to emamectin benzoate. **Pest Management Science**, v. 77, n. 11, p. 5049-5057, 2021.

NASCIMENTO, A. R. B. *et al.* Genetic basis of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) resistance to the chitin synthesis inhibitor lufenuron. **Pest Management Science**, v. 72, n. 4, p. 810-815, 2016.

OKUMA, D. M. *et al.* Custos de herança e aptidão da resistência de *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) ao spinosad no Brasil. **Ciência do Manejo de Pragas**, v. 6, p. 1441-1448, 2018.

OMOTO, C. *et al.* Field-evolved resistance to Cry1Ab maize by *Spodoptera frugiperda* in Brazil. **Pest management science**, v. 72, n. 9, p. 1727-1736, 2016.

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

PENTEADO, S. R. **Agricultura orgânica**. Piracicaba: ESALQ, 2001.

PEDLOWSKI, M. A. *et al.* Modes of pesticides utilization by Brazilian smallholders and their implications for human health and the environment. **Crop Protection**, v. 31, n. 1, p. 113-118, 2012.

SANTOS-AMAYA, O. F. *et al.* Resistência ao milho *Bt* duplo gene em *Spodoptera frugiperda*: Seleção, herança e resistência cruzada a outros eventos transgênicos. **Relatórios científicos**, v. 5, n. 1, p. 18243, 2015.

SIMÕES, CM.; SPITZER, V. Óleos essenciais. **Farmacognosia: Da planta ao medicamento**. Porto Alegre/ Florianópolis: Editora UFRGS/ Editora UFSC, 1999. p. 387-415.

SCOTT, I. M. *et al.* A review of *Piper* spp. (Piperaceae) phytochemistry, insecticidal activity and mode of action. **Phytochemistry Reviews**, v. 7, n. 1, p. 65-75, 2008.

YAZDANI, E.; SENDI, J. J.; HAJIZADEH, J. Efeito dos óleos essenciais de *Thymus vulgaris* L. e *Origanum vulgare* L. na toxicidade, consumo de alimentos e propriedades bioquímicas da amoreira-menor pirálídeo *Glyphodes pyloalis* Walker (Lepidoptera: Pyralidae). **Journal of Plant Protection Research**, v. 54, n. 1, 2014.

Capítulo I – Bioprospecção de óleos essenciais no controle de *Spodoptera frugiperda*: uma análise bibliográfica e bibliométrica

Resumo: Nos últimos anos, a busca por alternativas no controle de pragas agrícolas tem ganhado destaque, com foco especial nos óleos essenciais (OEs) de diversas famílias botânicas, devido ao seu potencial bioinseticida e ao baixo impacto ambiental. O objetivo deste estudo é apresentar um panorama abrangente de pesquisas, as quais exploram o uso de OEs como uma alternativa eficaz para o manejo da praga agrícola *Spodoptera frugiperda*. Portanto, foi realizada uma análise bibliográfica e bibliométrica, sendo selecionados 43 artigos na base de dados Scopus, através do descritor “Essential oils” AND “*Spodoptera frugiperda*” abrangendo o período de 2009 a 2022. A revisão bibliográfica destacou que as famílias botânicas Piperaceae, Lamiaceae e Myrtaceae foram as mais proeminentes nos artigos filtrados. Além disso, os estudos frequentemente envolveram bioensaios com foco na fase larval da praga, utilizando principalmente as metodologias de contato tópico e acetona como solvente dos OEs. A análise bibliométrica revelou um aumento notável no interesse por alternativas de controle de pragas usando OEs, com uma taxa de crescimento anual de 8,82%. A Universidade Federal Rural de Pernambuco destacou-se como a instituição com o maior número de publicações nesse campo, com um total de 27 artigos publicados no período de 2009 a 2022. Já, com relação aos principais países envolvidos em pesquisas nessa área, o Brasil liderou com 74% publicações, seguido pelo México com 9% e Argentina com 4% publicações. Através das análises, também foi possível evidenciar a necessidade de mais estudos relacionados à citotoxicidade dos OEs, isolamento de moléculas e à realização de ensaios práticos em campo, ampliando as perspectivas para demais pesquisas além do aprimoramento de metodologias para isolamento das moléculas e até formulação comercial.

Palavras-Chave: Revisão, Scopus, Bioinseticida, Lagarta-do-cartucho.

Chapter I – Bioprospecting of essential oils in the control of *Spodoptera frugiperda*: a bibliographic and bibliometric analysis

Abstract: In recent years, the search for alternatives in the control of agricultural pests has gained prominence, with a special focus on essential oils (EOs) from several botanical families, due to their bioinsecticidal potential and low environmental impact. The objective of this study is to present a comprehensive overview of research exploring the use of EOs as an effective alternative for the management of the agricultural pest *Spodoptera frugiperda*. To this end, a bibliographic and bibliometric analysis was carried out, selecting 43 articles from the Scopus database, using the descriptor “Essential oils” AND “*Spodoptera frugiperda*” covering the period from 2009 to 2022. The bibliographic review highlighted that the botanical families Piperaceae, Lamiaceae and Myrtaceae were the most prominent in the filtered articles. In addition, the studies frequently involved bioassays focusing on the larval stage of the pest, mainly using topical contact methodologies and acetone as a solvent for EOs. The bibliometric analysis revealed a notable increase in interest in pest control alternatives using EOs, with an annual growth rate of 8.82%. The Federal Rural University of Pernambuco stood out as the institution with the highest number of publications in this area, with a total of 27 articles published between 2009 and 2022. Regarding the main countries involved in research in this area, Brazil led with 74% of the publications, followed by Mexico with 9% and Argentina with 4% of the publications. Through the analyses, it was also possible to highlight the need for more studies related to the cytotoxicity of EOs, isolation of molecules and practical field tests, expanding the perspectives for other research beyond the improvement of methodologies for isolation of molecules and even commercial formulation.

Keywords: Review, Scopus, Bioinsecticide, Fall armyworm.

1 INTRODUÇÃO

Os óleos essenciais (OEs) são aleloquímicos voláteis e hidrofóbicos derivados de metabólitos secundários produzidos pelas plantas e extraídos geralmente por arraste de vapor (Miranda *et al.*, 2016). Podem ser obtidos das folhas, raízes, caules, cascas, frutos e flores. Sua utilização está relacionada às propriedades químicas de interesse científico, tecnológico e aplicações comerciais, como no ramo farmacêutico, em aditivos alimentares, cosméticos, aromaterapia, entre outros (Silveira *et al.*, 2012). Quimicamente, os OEs possuem uma composição variável, que depende de diversos fatores, como espécie, região geográfica, clima, solo, incidência solar e precipitação (Polatoglu, 2013).

Na natureza, os OEs têm funções ecofisiológicas, atuando na atração de polinizadores, no controle hídrico, na regeneração e no sistema de defesa contra predadores (Fumagali *et al.*, 2008). Portanto, as plantas são conhecidas como fontes naturais de diversas substâncias, entre elas, há algumas com propriedades inseticidas e antimicrobianas, já que a produção das mesmas ocorre em resposta a um ataque patogênico no vegetal. Diante disso, nos últimos 50 anos, substâncias biologicamente ativas como os OEs extraídos de várias espécies vegetais têm sido alvo de diversas pesquisas como princípio alternativo para o controle de pragas (De Moraes, 2009). Em relação aos artrópodes-praga, os OEs são promissores devido ao amplo espectro de ação, pois atuam como repelentes, antialimentares, fumigantes e inibidores de oviposição (Guedes *et al.*, 2020; Souza *et al.*, 2020; Gomes da Camara, 2022).

Abordagens biorracionais englobando OEs como pesticidas verdes trazem benefícios, como a diminuição dos riscos residuais em alimentos, maior segurança para organismos não-alvo e baixa contaminação da água, ar e solo (Campanhola *et al.*, 2003). Estas especificidades dos OEs têm levado ao interesse crescente dos pesquisadores e de periódicos científicos, sendo que o número de artigos publicados com produtos biopesticidas à base de plantas aumentou de 1,43% em 1980 para 21,38% em 2012 (Isman; Gieneisen, 2014). E essa busca pelo controle alternativo, visando o uso de OEs se deve também pelo aumento da resistência que muitos insetos-pragas adquiriram, ao longo do tempo, às moléculas comercialmente utilizadas.

Dentre os insetos praga alvos de pesquisas, com relação a sua resistência e danos na agricultura, está *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae),

apresentando resistência a piretróides, organofosforados, carbamatos e inclusive a tecnologia Bt (*Bacillus thuringiensis*) (Scott, 2008; Jing, 2021). Aliado a isto, há outros fatores que favorecem sua permanência no ambiente, como disponibilidade de alimento, condições climáticas e ser uma espécie polífaga de hábito generalista (Pogue, 1995).

Levando em consideração os fatores apresentados, é de suma importância entender a dinâmica das pesquisas desenvolvidas ao longo dos anos com OEs em *S. frugiperda*, além das famílias botânicas, universidades e países que demonstram interesse no assunto. A análise bibliométrica, que faz uso da estatística, matemática e outras ciências de mensuração, é uma metodologia válida para compilar estas informações acadêmicas quantitativas, contribuindo para diversas pesquisas (Mattos, 2019).

Portanto, o objetivo deste trabalho consiste em apresentar, por meio de uma análise bibliográfica e bibliométrica, o cenário global de pesquisas que envolveram a busca pelo controle alternativo da praga agrícola *S. frugiperda*, através da utilização de OEs, bem como, analisar a tendência de publicação na área, incluindo produção científica anual, principais países que desenvolveram pesquisas com essa temática, principais periódicos, universidades e os termos mais empregados. Por fim, sintetizar as principais lacunas nesta área de conhecimento e sugerir perspectivas para novas pesquisas.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para as análises bibliográfica e bibliométrica, foi selecionada a base de dados Scopus, disponível no Portal da Capes-CAFe, por se tratar de uma fonte de natureza multidisciplinar, apresentar um maior volume de periódicos indexados, quando comparada a outras bases de dados, além de dispor de funcionalidades de apoio à análise de resultados.

Como estratégia de busca, foi utilizada a palavra descritora “Essential oils” AND “*Spodoptera frugiperda*”, com o objetivo de filtrar os trabalhos que envolveram o estudo do potencial de óleos essenciais no manejo de *S. frugiperda* e os termos em inglês, como forma de ampliar as buscas, já que a maioria dos trabalhos da base encontra-se nesse idioma. A busca foi realizada no primeiro semestre de 2023,

utilizando os campos título, resumo e palavra-chave, em nível global, no período de 2009 a 2022.

Na base de dados Scopus para o descritor “Essential oils” AND “*Spodoptera frugiperda*”, inicialmente, foram encontrados 53 documentos, distribuídos em: 48 Artigos, 2 Análises, 1 Conferência, 1 Errata e 1 Capítulo de livro. Foram selecionadas para análise somente aqueles documentos classificados como artigo, dado as características de originalidade e o processo de *peer review* de avaliação.

Os 48 artigos foram revisados um a um para garantir a relação com o uso de óleos essenciais no controle de *S. frugiperda*, sendo selecionados 43 artigos e desconsiderados cinco artigos, os quais não possuem relação direta com o objetivo do trabalho. Os artigos selecionados foram analisados de acordo com a família botânica utilizada para extração dos OEs, forma de contaminação, aplicação do OEs, fase da vida do inseto, concentração do OEs, solvente e o autor responsável pela pesquisa.

Os dados utilizados para a revisão bibliométrica foram exportados da base no formato BibTeX, posteriormente, foram analisados no software R DEVELOPMENT CORE TEAM VERSÃO 4.2.2 (2022), com auxílio do pacote Bibliometrix e extensão biblioshiny. É importante destacar que a análise bibliométrica envolve o cruzamento de dados das informações extraídas de cada uma das publicações filtradas, criando um banco de dados a partir de indicadores bibliométricos.

Os indicadores bibliométricos referentes aos artigos identificados incluíram produção anual, principais países que contribuíram com a produção científica, principais universidades dos artigos selecionados, principais periódicos, nuvem de palavras com os termos mais utilizados como palavras-chave e a frequência da utilização desses termos ao longo dos anos de 2009-2022.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Revisão bibliográfica

Os OEs são substâncias que apresentam potencial de integrar, substituir ou até serem utilizados de forma sinérgica com outros compostos. Os artigos selecionados na base de dados Scopus evidenciaram essa diversidade metodológica com relação ao seu estudo (Tabela 1).

Tabela 1. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em *Spodoptera frugiperda*.

FAMÍLIA	FORMA DE CONTAMINAÇÃO	APLICAÇÃO	FASE DE TESTE	CONCENTRAÇÃO	SOLVENTE	REFERÊNCIAS
Composto benzoato de metila (MB)	Contato/alimentar	Imersão/incorporado a dieta	Ovicida/larvicida	Ovicida: (0,005%, 0,01%, 0,02; %, 0,04% e 0,08%, Larvicida: 0,05 %, 0,10 %, 0,25 %, 0,50 %, 1 % e 2 %.	Acetona	(Zhao <i>et al.</i> , 2022)
Acoraceae	Citotóxico	Inserção em culturas celulares	Celular	0,558 mg/ml, e 0,253 mg/ml	-	(Yoooon <i>et al.</i> , 2019)
Apiaceae	Contato	Tópico	Larvicida	10, 20 e 40mg	Acetona	(Cruz <i>et al.</i> , 2016)
Apiaceae	Contato	Tópico	Larvicida	12 mg/g	Acetona	(Cruz <i>et al.</i> , 2017)
Asteraceae	Teste de escolha	Incorporado na dieta	Larvicida	250 µg	Acetona	(Alva <i>et al.</i> , 2012)
Asteraceae	Repelência	Gotejamento em papel filtro impregnado	Larvicida	1000, 2000 e 3000 ppm	N-hexano pró análise (PA)	(Alif e Wahidah, 2021)
Asteraceae	Contato	Imersão de folha de milho	Larvicida	0,1;0,5; 1,0; 2,0 e 3,0%	Acetona	(Lima <i>et al.</i> , 2010)
Asteraceae	Contato	Teste de escolha Imersão de folha	Larvicida	100, 50, 10, 5 e 1 lg/cm	Etanol	(Napal <i>et al.</i> , 2009)
Annonaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	1000 mg kg ⁻¹	Etanol	(Ansante <i>et al.</i> , 2015)
Costaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0 e 1,5%	Tween® 80	(Silvestre <i>et al.</i> , 2021)

Tabela 2. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em *Spodoptera frugiperda*.
(Continuação)

FAMÍLIA	FORMA DE CONTAMINAÇÃO	APLICAÇÃO	FASE DE TESTE	CONCENTRAÇÃO	SOLVENTE	REFERÊNCIAS
Geraniaceae	Contato	Tópica	Larvicida	24, 48, 96 e 192 µg/µL	Acetona	(Niculaul et al., 2013)
Lamiaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	80 µg·mL	Éter etílico	(Cárdenas-Ortega, et al., 2015)
Lamiaceae	Contato	Tópico	Larvicida	1%	Acetona	(Silva et al., 2020)
Lamiaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	80, 120, 400, 600 e 1.000 mg litro ⁻¹	-	(Zavala-Gómez et al., 2021)
Lamiaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	1, 2 e 4 mg mL ⁻¹	Tween® 80	(De Menezes et al., 2020)
Lamiaceae	Citotóxico	Inserção em culturas celulares	Celular	10 ⁻¹⁰ , 10 ⁻⁹ , 10 ⁻⁸ , 10 ⁻⁷ , 10 ⁻⁶ , 10 ⁻⁵ , 10 ⁻⁴ e 10 ⁻³ ng/µL	Etanol	(Zahirnia et al., 2019)
Lamiaceae	Contato	Tópico	Larvicida	5 mg/g e 6 mg/g	Acetona	(Cruz et al., 2017)
Lamiaceae	Contato	Tópico	Larvicida	10,20 e 40mg	Acetona	(Cruz et al., 2016)
Meliaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	10.000–250.000 mg L ⁻¹	Acetona	(Lemus De La Cruz et al., 2022)
Monimiaceae	Contato/Alimentar	Imersão/Papel filtro impregnado/Inibição alimentar	Ovicida/larvicida	3,34 µL/mL/300 µL, 15 mL	Dimetilsufóxido 2%	(Lourenço et al., 2018)
Myrtaceae	Repelência	Imersão folhas	Larvicida	0,01% e 0,001%	Etanol	(Lima et al., 2009)

Tabela 3. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em *Spodoptera frugiperda*.
(Continuação)

FAMÍLIA	FORMA DE CONTAMINAÇÃO	APLICAÇÃO	FASE DE TESTE	CONCENTRAÇÃO	SOLVENTE	REFERÊNCIAS
Lamiaceae	Contato	Tópico	Larvicida	10,20 e 40mg	Acetona	(Cruz <i>et al.</i> , 2016)
Meliaceae	Alimentar	Incorporado na dieta	Larvicida	10.000–250.000 mg L ⁻¹	Acetona	(Lemus De La Cruz <i>et al.</i> , 2022)
Monimiaceae	Contato/Alimentar	Imersão/Papel filtro impregnado/Inibição alimentar	Ovicida/larvicida	3,34 µL/mL/300 µL, 15 mL	Dimetilsulfóxido 2%	(Lourenço <i>et al.</i> , 2018)
Myrtaceae	Repelência	Imersão folhas	Larvicida	0,01% e 0,001%	Etanol	(Lima <i>et al.</i> , 2009)
Myrtaceae	Contato	Tópico	Larvicida	7 mg/g, 9 mg/g of insect	Acetona	(Cruz <i>et al.</i> , 2017)
Myrtaceae	Contato	Tópico	Larvicida	10,20 e 40mg	Acetona	(Cruz <i>et al.</i> , 2016)
Myrtaceae	Alimentar	Imersão folhas	Larvicida	30 ou 50 mg/L	Dimetilsulfóxido 2%	(Cruz <i>et al.</i> , 2015)
Myrtaceae	Citotóxico	Inserção em culturas bidimensionais celulares	Celular	100 µg/mL	-	(Fernandes <i>et al.</i> , 2020)
Myrtaceae	Contato	Residual/tópico	Ovicida/larvicida	0,09 a 85,9 mg mL ⁻¹ , 0,031 a 0,37 mg	Álcool metílico	(Gomes Da Camara, <i>et al.</i> , 2022)
Piperaceae	Fumigação	Papel filtro Impregnado	Larvicida	500 - 1 µg	-	(Murillo; Suarez, Salamanca, 2014)
Piperaceae	Contato	Papel filtro Impregnado	Larvicida	0,2 mL	Acetona	(Fazolin <i>et al.</i> , 2016)

Tabela 4. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em *Spodoptera frugiperda*.
(Continuação)

FAMÍLIA	FORMA DE CONTAMINAÇÃO	APLICAÇÃO	FASE DE TESTE	CONCENTRAÇÃO	SOLVENTE	REFERÊNCIAS
Piperaceae	Contato	Residual/tópico	Larvicida	0,2 mL, 1 µL	Diclorometano 1%	(Fazolin <i>et al.</i> , 2016)
Piperaceae	Contato	Tópico e residual	Larvicida	0,2 mL	Acetona	(Fazolin <i>et al.</i> , 2022)
Piperaceae	Contato	Residual/tópico	Ovicida/larvicida	0,01 a 62,5 mg mL ⁻¹ , 2,0 × 10 ⁻⁰⁴ a 0,37 mg	Álcool metílico	(Gomes Da Camara <i>et al.</i> , 2022)
Piperaceae	Contato	Imersão	Ovicida	1, 50, 500, 8.000 e 1.700 ppm	Acetona	(Guedes <i>et al.</i> , 2020)
Piperaceae	Contato/Citotóxico	Tópico	Larvicida /estudo histoquímico	3,58 mg/g, 4,18 mg/ge 10,91 mg/g	Acetona	(Dutra <i>et al.</i> , 2019)
Piperaceae	Contato	Tópico	Larvicida	1;2;3; 4; 6; 8; 10; 12; 14;15; 20; 25 mg/g	Acetona	(Dutra <i>et al.</i> , 2020)
Piperaceae	Alimentar/citotóxico	Imersão de folha de milho	Larvicida	30 ou 50 mg/ml	Solução de DMSO	(Alves <i>et al.</i> , 2014)
Piperaceae	Alimentar	Imersão de folha de milho	Larvicida	30 e 50 mg/litro	Solução de DMSO	(Cruz <i>et al.</i> , 2014)

Tabela 5. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em *Spodoptera frugiperda*.
(Continuação)

FAMÍLIA	FORMA DE CONTAMINAÇÃO	APLICAÇÃO	FASE DE TESTE	CONCENTRAÇÃO	SOLVENTE	REFERÊNCIAS
Piperaceae	Contato/Alimentar	Tópico/Imersão de folha de milho	Larvicida	625, 500, 375, 250, 125, 50 e 25 mg/mL, mersão: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 e 50,0 mg/	Acetona	(Lima <i>et al.</i> , 2009)
Poaceae	Alimentar	Imersão de folha de milho	Larvicida	50 mg/ml	-	(Silva <i>et al.</i> , 2018)
Poaceae	Contato	Pulverização/Papel filtro Impregnado,	Ovicida/larvicida/Pupicida	0,1%, 0,5%, 1,0%, 2,5% e 5,0% / m 0,8 mL	-	(Sombra <i>et al.</i> , 2020)
Poaceae	Alimentar	Incorporado à dieta	Larvicida	0,5 a 4,0 mg mL ⁻¹	Tween® 80	(Oliveira <i>et al.</i> , 2018)
Poaceae	Contato	Papel filtro Impregnado	Larvicida	0,19 µL	Acetona	(Knaak <i>et al.</i> , 2013)
Rutaceae	Contato	Residual/tópico	Ovicida/larvicida	0,10 a 100 mg mL ⁻¹ , 2,0 × 10 ⁻⁴ a 0,5 mg	Álcool metílico	(Gomes Da Camara, <i>et al.</i> , 2022)
Rutaceae	Alimentar	OES encapsulado incorporado à dieta	Larvicida	1,0 e 10 mg g ⁻¹	Acetona, óleo mineral e água ultrapura	(Aguiar, <i>et al.</i> , 2022)

Tabela 6. Relação dos artigos que envolveram potencial de ação inseticida de óleos essenciais em *Spodoptera frugiperda*.
(Continuação)

FAMÍLIA	FORMA DE CONTAMINAÇÃO	APLICAÇÃO	FASE DE TESTE	CONCENTRAÇÃO	SOLVENTE	REFERÊNCIAS
Rutaceae	Alimentar	Incorporado à dieta	Larvicida	100/250 µg	Acetona	(Villafañe <i>et al.</i> , 2011)
Rutaceae	Contato	Tópico	Larvicida /estudo histoquímico	17,11; 28.38; 41,01 e 55,00 mg/g d	Acetona	(Cruz <i>et al.</i> , 2017)
Verbenaceae	Contato	Tópica/superfície contaminada	Larvicida	0,067, 0,091, 0,123, 0,166 e 0,224 µL/inseto, 0,3 mL	Acetona	(Monteiro <i>et al.</i> , 2021)
Verbenaceae	Contato	Pulverização/Papel filtro Impregnado	Ovicida/larvicida/Pupicida	0,1%, 0,5%, 1,0%, 2,5% e 5,0% / m 0,8 mL	-	(Sombra <i>et al.</i> , 2020)
Verbenaceae	Contato	Tópico	Larvicida	0,5 µL	Acetona	(Lima <i>et al.</i> , 2020)
Zingiberaceae	Contato	Papel filtro Impregnado	Larvicida	0,55 µL	Acetona	(Knaak <i>et al.</i> , 2013)

Fonte: Rezende, 2023.

Através das publicações observou-se que as famílias botânicas que mais se destacaram dentre os artigos foram Piperaceae (11 artigos), Lamiaceae (9 artigos) e Myrtaceae (6 artigos) (Tabela 1). Assim, algumas breves explicações obtidas por diferentes autores para aplicações de OEs contra *S. frugiperda* são apresentadas a seguir.

Dentre os trabalhos realizados com espécies da família Piperaceae destacaram-se Gomes da Camara *et al.* (2022), os quais realizaram ensaios com as espécies *Piper divaricatum* e *Piper aduncum* L (Piperaceae) comparadas com as espécies *Melaleuca* sp., *Eucalyptus globulus* Labill (Myrtaceae), *Eucalyptus citriodora* Hook (Myrtaceae) e *Citrus* sp., avaliando seus efeitos ovicida e larvicida em *S. frugiperda*, concluíram que *P. aduncum* foi a mais tóxica por contato residual, tópico e no ensaio ovicida, além de considerarem os óleos dessas duas *Piper* mais promissores comparados às outras espécies estudadas.

Outros autores, como Murillo *et al.* (2014), destacaram o canfeno e γ -pineno como principais compostos das espécies *Piper septuplinervium* (Miq.) e *Piper subtomentosum* (Piperaceae), por demonstraem ação tóxica a *S. frugiperda*, sendo a espécie *P. septuplinervium* mais significativa contra o inseto-praga (CL_{50} = 9,4 μ L/L), ocasionando 75% de redução do crescimento larval.

Já para o OE de *Piper marginatum*, os principais compostos foram monoterpenos e sesquiterpenos testados nos ovos de *S. frugiperda*. Guedes *et al.* (2020), concluíram que este OE foi eficiente, resultando em danos embrionários, mesmo nas menores concentrações, causando malformação, desintegração do córion, desintegração da membrana da gema e formação de vacúolos.

Com relação ao potencial dos OEs das espécies da família Lamiaceae, autores como Cardenas-Ortegas *et al.* (2015), concluíram que o OE da espécie *Salvia ballotiflora* apresentou atividade inseticida contra *S. frugiperda*, sendo os principais componentes γ -cariofileno e óxido de cariofileno, observando que, na concentração de 80 μ g·mL, houve apenas 20% de viabilidade larval e 10% de viabilidade pupal, além de aumentar a duração da fase larval em 5,5 dias e reduzir o peso das pupas em 29,2%, em relação ao controle.

Outras espécies da família que também tiveram ação inseticida para *S. frugiperda* foram *Hyptis marrubioides* Epl (Lamiaceae), sendo o principal composto identificado no OE γ -tujona, enquanto para *Ocimum basilicum* L. (Lamiaceae), linalol e 1,8-cineol, sendo que *H. marrubioides* apresentou probabilidade de sobrevivência

larval de 9,5% e *O. basilicum* 2,1% (Bibiano *et al.*, 2022).

Tratando-se da família Myrtaceae, Fernandes *et al.* (2020) destacaram derivados do eugenol, como principal composto encontrado no OE no cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum* L.), além de revelaram ação citotóxica, desencadeando processo de morte celular programada (apoptose). Estudos com OE de folhas de goiaba (*Psidium guajava* L.) (Myrtaceae) também demonstraram ação de repelência na concentração de 0,01%, associando este efeito a monoterpenos 1,8-cineol e α -terpineol (Lima *et al.*, 2009).

Em relação ao sinergismo, artigos como o de Fanzollin *et al.* (2016), foram publicados. Estes autores analisaram o uso do OE de *P. aduncum*, rico em dilapiol, como um composto de potencial sinergista, o qual pode ser utilizado em conjunto com piretróides, de onde obteve resultados promissores, demonstrando ser uma possibilidade para o manejo da resistência à inseticidas. Os autores destacam ainda, que se espera uma pressão de seleção reduzida para a resistência da população larval de *S. frugiperda* para as combinações sinérgicas.

Silva *et al.* (2020) obtiveram bons resultados com relação ao uso de OEs em sinergismo com piretróides, sendo que o OE proveniente da espécie *O. basilicum*, com alto teor de linalol (80%), ocasionou efeitos neurotóxicos após a aplicação, atingindo mais de 90% de mortalidade larval.

A revisão evidenciou estudos citotóxicos dos efeitos dos OEs compreendendo 11,62% dos artigos analisados, além disso, são estudos recentes (2019-2020), fato que demonstra a necessidade de mais pesquisas para diagnosticar as mudanças celulares que as substâncias presentes nos OEs podem causar em *S. frugiperda*. Muitos deles revelam a capacidade de provocar danos subletais, deletérios e esterilidade, efeitos de grande importância e contribuição para formulações futuras.

Dutra *et al.* (2020), analisaram os efeitos citotóxicos das espécies *Piper corcovadensis* (Miq.), *P. marginatum* e *Piper arboreum* no intestino médio de *S. frugiperda*, através de aplicação tópica protorácica do inseto. Os resultados revelaram que as três espécies foram capazes de ocasionar alterações deletérias no intestino médio das lagartas, além de alongamento das células colunares, formação de saliências citoplasmáticas, aumento do índice apoptótico e diminuição da proliferação celular.

Observou-se ainda ação citotóxica do OE de *Piper hispidinervum* C.DC. (Piperaceae), nas células do sistema reprodutivo de *S. frugiperda*, através da ingestão

de folhas de milho imersas no OE. Os autores concluíram que os compostos safrol, butóxido de piperonilo e monoterpenos presentes podem ter contribuído para as alterações na espermatogênese, influenciando na fertilidade pela degeneração das células reprodutoras, redução do número de ovos e da eclosão (Alves *et al.*, 2014).

Zahirnia *et al.* (2019), utilizando OE de *Nepeta crispa* Wild (Lamiaceae), em linhagens celulares derivadas das glândulas ovarianas de *S. frugiperda*, também constataram efeito citotóxico, observando tal ação com o aumento das concentrações, causando diminuição do crescimento das linhagens celulares.

A fase de vida do inseto de maior interesse nos testes que envolvem o controle alternativo de *S. frugiperda* com OEs é a larval. O interesse por esta fase de desenvolvimento deve-se principalmente por ser o estágio de maior potencial de danos produtivos e econômicos às culturas. As lagartas de *S. frugiperda* alimentam-se de folhas, brotações, hastes, vagens e grãos verdes na fase inicial da cultura, atacando também a base do caule das plântulas (Da Costa Moreira; Aragão, 2009). Logo, o controle nessa fase do ciclo de vida é primordial para minimizar os danos na produção.

Essa revisão permitiu identificar diversas metodologias de testes para a utilização de OEs. Um dos trabalhos analisados consistiu no encapsulamento por meio do método spray-drying do OE de laranja, rico em D-limoneno, observando-se a redução na oviposição média de fêmeas alimentadas com dietas com formulações de 1,0 e 10 mg g⁻¹ de OEs, sendo que a diminuição do número de ovos é um fator que contribui para a redução populacional do inseto-praga (Aguiar *et al.*, 2022).

Menossi *et al.* (2021) afirmam que o microencapsulamento é uma técnica que pode viabilizar o uso comercial de OEs no mercado, por promover um efeito residual mais significativo em sistemas de liberação controlada, bem como, por prevenir sua degradação e volatilização.

Com relação à situação atual do mercado de OEs no Brasil, Bizzo e Rezende (2022) destacam que há uma expectativa de crescimento estável do mercado ao longo da década de 2020, salientam a necessidade de lembrar que as aplicações de OEs devem seguir os princípios de eficácia e segurança. Os autores também ressaltaram que ainda são poucas as espécies nativas exploradas comercialmente, uma situação que não mudou na década anterior.

Se tratando das formas de contaminação ou aplicação dos OEs nos bioensaios dos artigos selecionados, podemos verificar que os três principais métodos foram

contato tópico, em seguida, o método de incorporação na dieta e a Imersão de folha de milho. Sendo assim, a escolha da metodologia de sua importância para a viabilidade dos testes, ainda mais se tratando de uma praga agrícola de alta resistência e dos fatores ambientais de exposição.

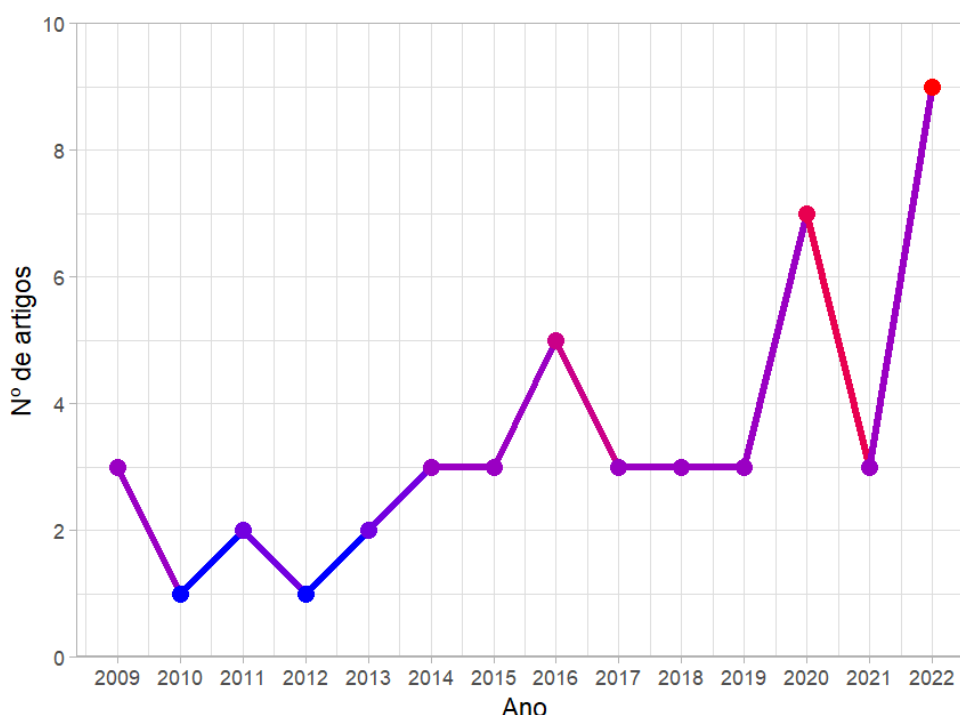
Yu (2014), afirma que estudos com aplicação direta ou indireta simulam as condições nas quais os insetos podem se contaminar pelo contato direto do inseticida com o corpo, ou indireto, quando o inseto entra em contato com partículas de inseticidas em superfícies como a da planta, caminhando ou se alimentando. Todos os testes dos artigos foram desenvolvidos em laboratório, na forma de bioensaios servindo de base para futuras pesquisas que envolvam testes em semicampo e campo, visando o desenvolvimento de formulações comerciais.

Portanto, os modos de ação e entrada de inseticidas nos insetos são indispensáveis para maximizar a eficiência do uso de inseticidas, além disso, a eficácia dos inseticidas depende principalmente da transferência do princípio ativo para o inseto, atravessando a barreira do tegumento e penetrando na hemolinfa, sendo distribuídos ao restante do corpo (Yu, 2014; Sumita *et al.*, 2016).

3.2 Análise Bibliométrica

De acordo com a análise bibliométrica, a taxa de crescimento sobre a temática nos períodos de 2009 - 2022 foi de 8,82%, mostrando a evolução das publicações científicas ao longo dos anos. Neste sentido, a produção anual de artigos teve aumento considerável após 2009 e atingiu três picos, em 2016 (5 artigos), 2020 (7 artigos) e 2022 (9 artigos) (Figura 1).

Figura 1. Produção Científica anual relacionada a pesquisas que envolveram o uso de óleos essenciais no controle de *Spodoptera frugiperda* (2009 - 2022).

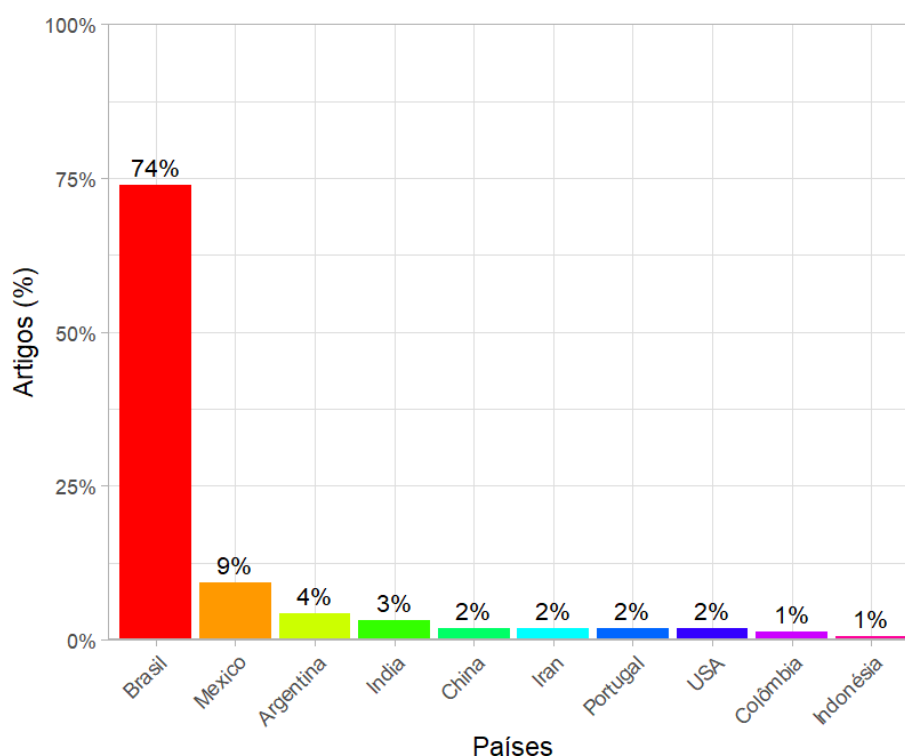


Fonte: Scopus (2023).

Estas informações corroboram com outras revisões de literatura conduzidas de maneira semelhante, um número crescente de artigos descreve o potencial dos OEs no manejo de pragas (Isman; Grieneisen, 2014). Teoricamente, isto se deve ao fato de que, nas últimas décadas, presenciamos uma constante pressão da sociedade para aumentar a sustentabilidade de atividades produtivas, o que requer a criação de inovações e tecnologias menos agressivas ao meio ambiente e à saúde humana, despertando o interesse de pesquisadores e levando ao crescimento no número de publicações.

Com relação aos 10 principais países responsáveis pelas publicações e referências dos artigos, o Brasil encontra-se na liderança com 74% das publicações, seguido pelo México com 9% das publicações, Argentina com 4% das publicações e Índia com 3%. Outras participações da publicação global incluem China, Irã e Portugal (2%), Estados Unidos (USA), Colômbia e Indonésia (1%) (Figura 2).

Figura 2. Produção científica dos 10 países com maior número de documentos publicados, relacionados às referências dos artigos selecionados de 2009-2022 na base de dados Scopus.

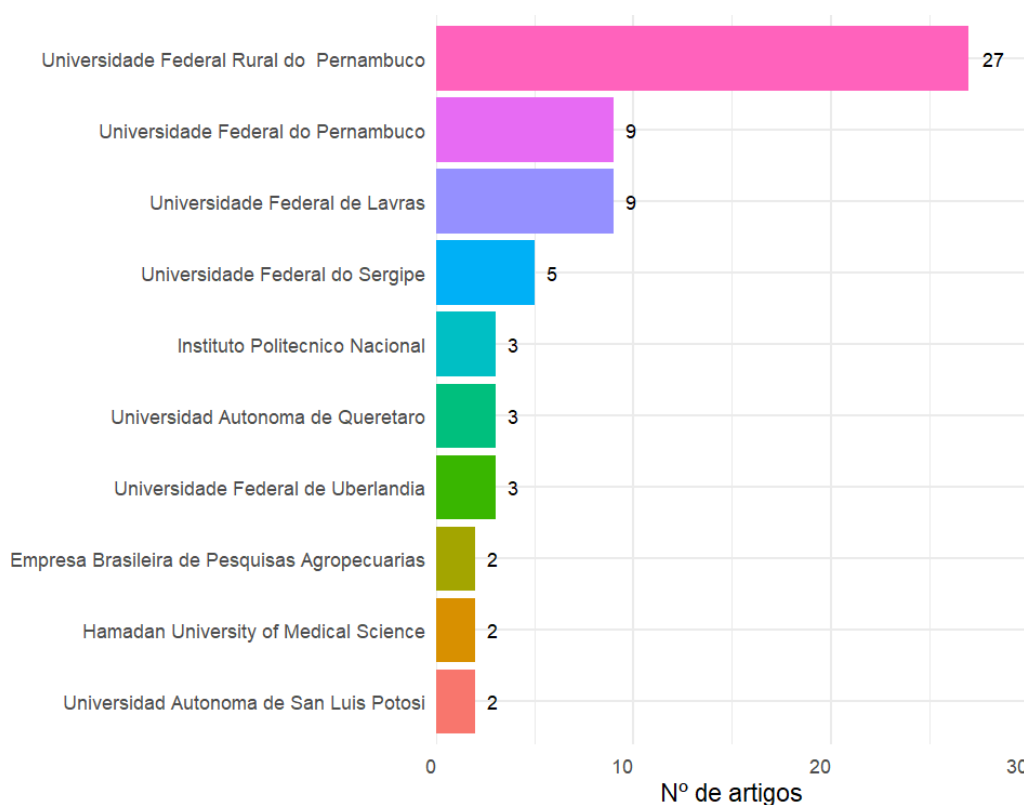


Fonte: Scopus (2023).

Dados oficiais da Organização das Nações Unidas para a Alimentação e Agricultura (FAO) indicam que, nos últimos anos, o Brasil manteve-se como o quarto maior produtor mundial de grãos e o segundo maior exportador, no entanto, com relação a soja, o país é o maior produtor e exportador, ocupando 50% do comércio mundial (FAO, 2021; EMBRAPA, 2022).

A análise demonstrou que entre as 10 instituições que mais publicaram estão Universidades do Nordeste (63,07% dos artigos) e do Sudeste (18,46% dos artigos) do país, 3,09% dos artigos foram produzidos por pesquisadores da Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias (EMBRAPA) e 15,38% por pesquisadores de instituições internacionais (Figura 3).

Figura 3. Relação das 10 instituições com maior produção de artigos no período de 2009-2022 base Scopus.



Fonte: Scopus (2023).

Ademais, o que chamou a atenção na pesquisa foi que as instituições brasileiras com maior número de publicações, sobre OEs visando o controle da lagarta-do-cartucho do milho, não se localizam em estados de grande relevância para a produção agrícola nacional.

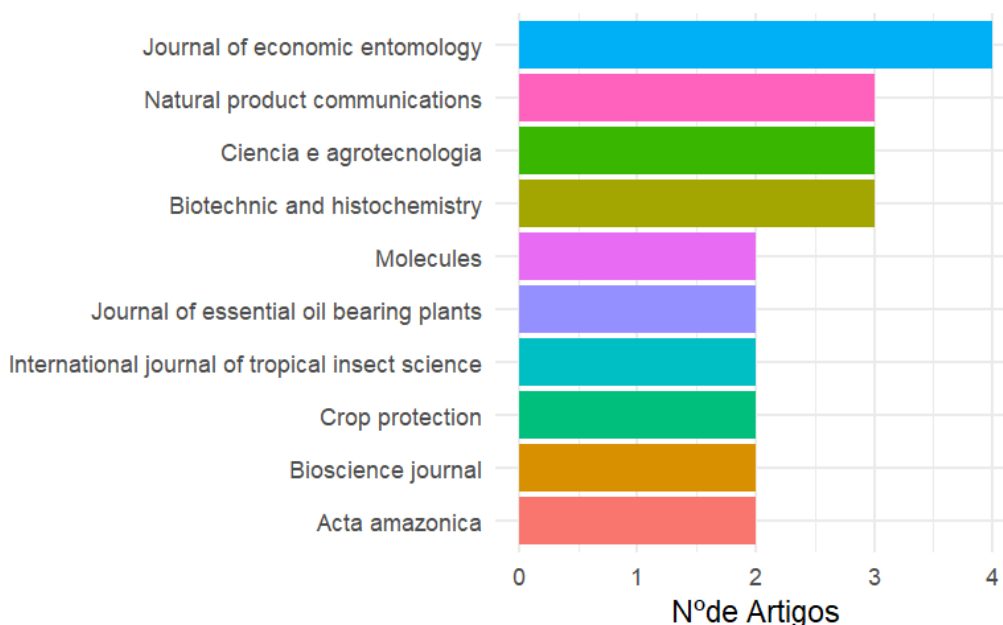
Cruz *et al.* (1999), destacam que *S. frugiperda* apresenta alta resistência a inseticidas e afeta culturas de grande importância econômica como soja, algodão e milho, ocasionando danos econômicos e perdas de produtividade que podem chegar a 60%, dependendo do genótipo, estágio de desenvolvimento da planta e época de cultivo. Portanto, é um inseto-praga de grande relevância para essas culturas e estados cujo a economia é baseada no cultivo delas.

Com base no levantamento de produção de commodities feito pela Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB), no período de 2022/2023, o estado de Mato Grosso foi considerado o maior produtor de soja, milho e algodão do país, com produção de 48.058 mil kg e produtividade de 3.773 kg/ha para soja, produção de 48.058 mil kg e produtividade de 6.469 kg/ha para milho e, para o algodão, produção

de 2.0978 mil kg e 1.805,65 kg/ha de produtividade.

Com relação aos principais periódicos filtrados que publicaram documentos no campo de OEs no manejo de *S. frugiperda*, o Journal Economic Entomology liderou o número de artigos aceitos com quatro publicações, seguidos dos periódicos Natural Product Communications, Ciência e Agrotecnologia, Biotechnic and Histochemistry, com três publicações cada, por fim, Molecules, Journal of Essential Oil-Bearing Plants, International Journal of Tropical insect Science, Crop Protection, Bioscience Journal, Acta Amazônica, com duas publicações cada (Figura 4).

Figura 4. Principais periódicos onde os artigos de referência foram publicados.



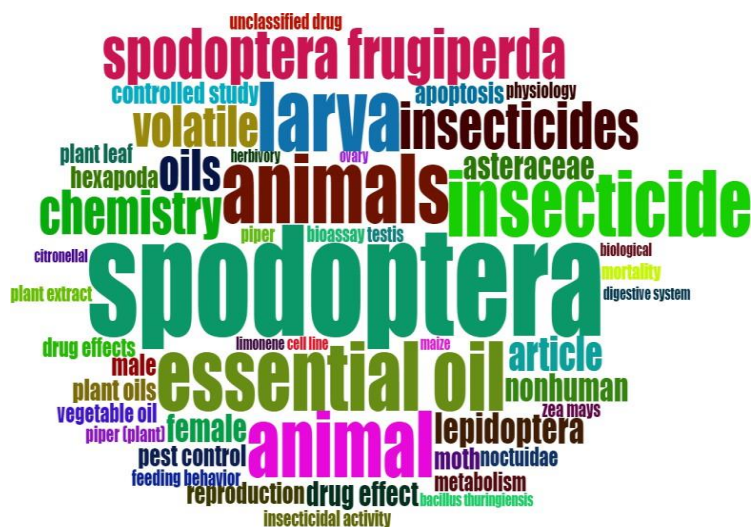
Fonte: Scopus (2023).

Atualmente, o fator de impacto da revista Journal Economic Entomology é de 2.447, Biotechnic and Histochemistry de 1.834, Ciência e Agrotecnologia de 1.39, Natural Product Communications 1.496 (CLARIVATE ANALYTICS JCR, 2023). Logo, esse fator é um critério de relevância para a qualidade e confiabilidade da pesquisa realizada, além de ser um dos critérios para os pesquisadores na escolha do periódico para publicação do artigo, proporcionando maior credibilidade ao trabalho.

Entre as 50 palavras-chave mais utilizadas nos artigos selecionados, as principais foram: *Spodoptera*, animais, óleos essenciais, larva, inseticida, *Spodoptera frugiperda*, química e óleos (Figura 5), ou seja, elas são as que mais sintetizam os termos centrais contidos nos trabalhos como, por exemplo, “larva”, evidenciando que

a maior parte das pesquisas são focadas na fase larval, como mencionado anteriormente.

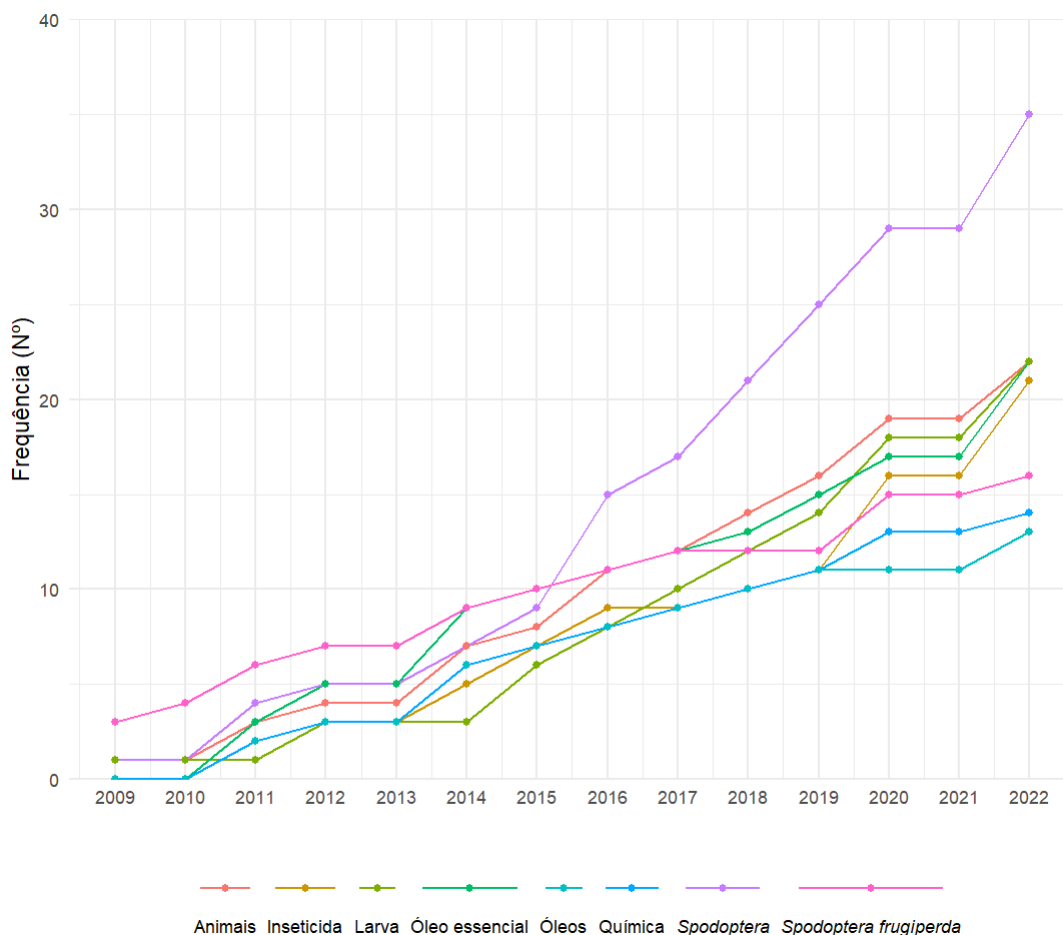
Figura 5. Nuvem de palavras-chaves mais utilizadas nos artigos selecionados nos períodos de 2009-2022 na base de dados Scopus.



Fonte: Scopus (2023).

A frequência da utilização desses termos indica a relação da intensificação das pesquisas envolvendo OEs no manejo de *S. frugiperda* nos últimos anos, sendo a palavra de maior destaque “*Spodoptera*”, com 35 menções, seguida das palavras “*Larva*” com 22 menções e “*Inseticida*” com 21 menções (Figura 6).

Figura 6. Frequência das palavras-chave mais utilizadas ao longo dos anos de 2009-2022 na base de dados Scopus.



Fonte: Scopus (2023).

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Através dos estudos de revisão bibliográfica podemos evidenciar que a fase de maior interesse dos testes de ação inseticida dos OEs em *S. frugiperda* é a larval, fato justificável por ser a fase responsável diretamente pelo dano ao cultivo. Com relação às metodologias mais utilizadas, está o contato tópico, seguido do alimentar envolvendo incorporação do OEs na dieta.

As famílias botânicas que mais se destacaram nos artigos filtrados foram: Piperaceae, Lamiaceae e Myrtaceae. Sendo os compostos principais que apresentam ação inseticida na família Piperaceae: canfeno e γ -pineno, dilapiol, monoterpenos e sesquiterpenos, Lamiaceae: γ -cariofileno, óxido de cariofileno, γ -tujona, linalol e 1,8-cineol e Myrtaceae: eugenol e timol.

Os resultados obtidos através do desempenho das famílias botânicas, espécies e concentrações dos OEs, já testados em *S. frugiperda*, contribuem para sua aplicabilidade em campo, aprimorando as metodologias para isolamento e encapsulamento das moléculas, assim na formulação comercial.

A análise bibliométrica permitiu verificar, através da nuvem de palavras, a frequência de palavras e produções, ao longo dos anos, e também que o interesse pelo controle alternativo com uso de OEs para *S. frugiperda* está em alta, com taxa de crescimento anual de 8,82%. A universidade que mais se destacou com pesquisas no período de 2009-2022 foi a Universidade Federal Rural de Pernambuco com 27 publicações e com relação aos países que desenvolveram pesquisas nessa área temos o Brasil com 74% das publicações, seguido do México com 9% das publicações e Argentina com 4% das publicações.

Dessa forma, observou-se a necessidade de mais estudos na área de citotoxicidade, isolamentos das moléculas presentes nos OEs e ensaios de aplicação em campo, além de que as universidades com mais pesquisas, com relação à temática, são de regiões que não possuem relação direta com o setor agrícola e culturas na qual o inseto não é considerado a praga chave.

5 REFERÊNCIAS

- AGUIAR, M. C. S. *et al.* Quality Control for Lignin and Gelatin Microcapsules Loaded with Orange Essential Oil. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 33, p. 85-95, 2022.
- ALIF, T.; WAHIDAH, F. F. Repelência de óleos essenciais de Aipo (*Apium graveolens* L.) contra *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) em laboratório. **Jurnal Hama dan Penyakit Tumbuhan Tropika**, v. 21, n. 2, p. 91-96, 2021.
- ALVA, M. *et al.* Bioactivity of the essential oil of an argentine collection of *Acanthospermum hispidum* (Asteraceae). **Natural Product Communications**, v. 7, n. 2, p. 1934578X1200700235, 2012.
- ALVES, T. J. S. *et al.* Effects of *Piper hispidinervum* on spermatogenesis and histochemistry of ovarioles of *Spodoptera frugiperda*. **Biotechnic & Histochemistry**, v. 89, n. 4, p. 245-255, 2014.
- ANSANTE, T. F. *et al.* Secondary metabolites from Neotropical Annonaceae: Screening, bioguided fractionation, and toxicity to *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Industrial Crops and Products**, v. 74, p. 969-976, 2015.
- BIZZO, H. R.; REZENDE, C. M. O mercado de óleos essenciais no Brasil e no mundo na última década. **Química Nova**, v. 45, p. 949-958, 2022.
- BIBIANO, C. S. *et al.* Toxicity of essential oils and pure compounds of Lamiaceae species against *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) and their safety for the nontarget organism *Trichogramma pretiosum* (Hymenoptera: Trichogrammatidae). **Crop Protection**, v. 158, p. 106011, 2022.
- CAMPANHOLA, C. *et al.* **Métodos alternativos de controle fitossanitário**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2003.
- CÁRDENAS-ORTEGA, N. C. *et al.* Composition of the essential oil of *Salvia ballotiflora* (Lamiaceae) and its insecticidal activity. **Molecules**, v. 20, n. 5, p. 8048-8059, 2015.
- CLARIVATE ANALYTICS JCR**. (2023). Relatórios de Citação de Periódicos. [Internet]. Clarivate Analytics. <https://clarivate.com/products/journal-citation-reports/>
- CONAB**. Portal de Informações Agropecuárias, 2023. Disponível em: <https://portaldeinformações.OES.conab.gov.br/produtos-360.html>.
- CRUZ, I. *et al.* Damage of *Spodoptera frugiperda* (Smith) in different maize genotypes cultivated in soil under three levels of aluminium saturation. **International Journal of Pest Management**, v. 45, n. 4, p. 293-296, 1999.
- CRUZ, G. S. *et al.* Histological and histochemical changes by clove essential oil upon the gonads of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **International Journal of Morphology**, v. 33, p. 1393-1400, 2015.

CRUZ, G. S. *et al.* Sublethal effects of essential oils from *Eucalyptus staigeriana* (Myrtales: Myrtaceae), *Ocimum gratissimum* (Lamiales: Lamiaceae), and *Foeniculum vulgare* (Apiaceae: Apiaceae) on the biology of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Economic Entomology**, v. 109, n. 2, p. 660-666, 2016.

CRUZ, G. S. *et al.* Chemical composition and insecticidal activity of the essential oils of *Foeniculum vulgare* Mill., *Ocimum basilicum* L., *Eucalyptus staigeriana* F. Muell. ex Bailey, *Eucalyptus citriodora* Hook and *Ocimum gratissimum* L. and their major components on *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 20, n. 5, p. 1360-1369, 2017.

CRUZ, G. S. *et al.* Effect of trans-anethole, limonene and your combination in nutritional components and their reflection on reproductive parameters and testicular apoptosis in *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Chemico-Biological Interactions**, v. 263, p. 74-80, 2017.

DA COSTA MOREIRA, H. E.; ARAGÃO, F. D. Manual de pragas da soja. 2009.

DE MORAIS, L. A. S. Óleos essenciais no controle fitossanitário. 2009.

DE MENEZES, C. W. G. *et al.* Biocontrol potential of methyl chavicol for managing *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae), an important corn pest. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, p. 5030-5041, 2020.

DUTRA, K. A. *et al.* Morphological and immunohistochemical study of the midgut and fat body of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith). (Lepidoptera: Noctuidae) treated with essential oils of the genus *Piper*. **Biotechnic & Histochemistry**, v. 94, n. 7, p. 498-513, 2019.

DUTRA, K. *et al.* Toxicity of essential oils of leaves of plants from the genus *Piper* with influence on the nutritional parameters of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 23, n. 2, p. 213-229, 2020.

EMBRAPA. Brasil pode superar a Índia em 2023 na produção de grãos, 2022. Disponível: <<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/73611968/brasil-pode-superar-a-india-em-2023-na-producao-de-graos#:~:text=9%25%2C%20respectivamente,-,Recorde%20na%20produ%C3%A7%C3%A3o%20de%20a%C3%A7%C3%BAcar%20e%20caf%C3%A9%20em%202021,a%20metade%20da%20produ%C3%A7%C3%A3o%20mundial>>. Acessado em: 04 de junho de 2023.

FAO-FAOSTAT. Commodities by country. Disponível em: <https://www.fao.org/faostat/en/#rankings/commodities_by_country>. Acessado em: 04 de junho de 2023.

FAZOLIN, M. *et al.* Synergistic potential of dillapiole-rich essential oil with synthetic pyrethroid insecticides against fall armyworm. **Ciência Rural**, v. 46, p. 382-388, 2016.

FAZOLIN, M. *et al.* Combining the essential oil of *Piper aduncum* L. with commercial insecticides. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 37, n. 6, p. 3903-3914, 2016.

FAZOLIN, M. *et al.* Insecticidal activity of *Piper aduncum* oil: variation in dillapiole content and chemical and toxicological stability during storage. **Acta Amazonica**, v. 52, p. 179-188, 2022.

FERNANDES, M. J. G. *et al.* New eugenol derivatives with enhanced insecticidal activity. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 21, n. 23, p. 9257, 2020.

FUMAGALI, E. *et al.* Produção de metabólitos secundários em cultura de células e tecidos de plantas: O exemplo dos gêneros *Tabernaemontana* e *Aspidosperma*. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 18, p. 627-641, 2008.

GUEDES, C. A. *et al.* Evaluation of *Piper marginatum* (Piperales: Piperaceae) oil and geraniol on the embryonic development of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in comparison to formulated products. **Journal of economic entomology**, v. 113, n. 1, p. 239-248, 2020.

GOMES DA CAMARA, C. A. *et al.* Larvicidal, ovicidal and antifeedant activities of essential oils and constituents against *Spodoptera frugiperda*. **Archives of Phytopathology and Plant Protection**, v. 55, n. 7, p. 851-873, 2022.

ISMAN, M. B.; GRIENEISEN, M. L. Botanical insecticide research: many publications, limited useful data. **Trends in plant science**, v. 19, n. 3, p. 140-145, 2014.

JING, W. A. N. *et al.* Biology, invasion and management of the agricultural invader: Fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Integrative Agriculture**, v. 20, n. 3, p. 646-663, 2021.

KNAAK, N. *et al.* Toxicity of essential oils to the larvae of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Biopesticides**, v. 6, n. 1, p. 49, 2013.

LEMUS DE LA CRUZ, A. S. *et al.* Nanoemulsified Formulation of *Cedrela odorata* Essential Oil and Its Larvicidal Effect against *Spodoptera frugiperda* (JE Smith). **Molecules**, v. 27, n. 9, p. 2975, 2022.

LIMA, R. K. *et al.* Insecticidal activity of long-pepper essential oil (*Piper hispidinervum* C. DC.) on fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (JE Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae). **Acta Amazonica**, v. 39, p. 377-382, 2009.

LIMA, R. K. *et al.* Essential oil chemical composition from leaves of guava (*Psidium guajava* L.) and its effects on the fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (JE Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) behavior. **Ciência e agrotecnologia**, v. 33, p. 1777-1781, 2009.

LIMA, R. K. *et al.* Chemical characterization and inseticidal activity of the essential oil leaves of *Ageratum conyzoides* L. on fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae). **Bioscience Journal**, v. 26, n. 1, p. 1-5, 2010.

LIMA, A. OS. *et al.* Insecticide activity of botanical compounds against *Spodoptera frugiperda* and selectivity to the predatory bug *Podisus nigrispinus*. **Crop protection**, v. 136, p. 105230, 2020.

LOURENÇO, A. M. *et al.* Óleo essencial de *Siparuna guianensis* como ferramenta alternativa para melhorar o controle de lepidópteros e práticas de manejo de resistência. **Relatórios científicos**, v. 8, n. 1, p. 7215, 2018.

MATTOS, M. C. C. M. Estudos métricos da informação. **Indaial: Uniasselvi**, 2019.

MENOSSEI, M. *et al.* Essential oil-loaded bio-nanomaterials for sustainable agricultural applications. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 96, n. 8, p. 2109-2122, 2021.

MONTEIRO, I. N. *et al.* Toxicity of the *Lippia gracilis* essential oil chemotype, pinene-cineole-limonene, on *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **International Journal of Tropical Insect Science**, v. 41, p. 181-187, 2021.

MURILLO, M.C.V; SUAREZ, L. E. C; SALAMANCA, J. A. C. Chemical composition and insecticidal properties of essential oils from *Piper septuplinervium* and *P. subtomentosum* (Piperaceae). **Natural Product Communications**, v. 9, no. 10, p. 1934578X1400901031, 2014.

MIRANDA, C. A. S. F. *et al.* Óleos essenciais de folhas de diversas espécies: propriedades antioxidantes e antibacterianas no crescimento de espécies patogênicas. **Revista Ciência Agronômica**, 2016.

NAPAL, G. N. D.; CARPINELLA, M. C.; PALACIOS, S. M. Atividade antialimentar do extrato etanólico de *Flourensia oolepis* e isolamento da pinocembrina como princípio ativo. **Tecnologia de biorrecursos**, v. 100, n. 14, p. 3669-3673, 2009.

NICULAU, E. S. *et al.* Insecticidal activity of essential oils of *Pelargonium graveolens* l'Herit and *Lippia alba* (Mill) NE Brown against *Spodoptera frugiperda* (JE Smith). **Química Nova**, v. 36, p. 1391-1394, 2013.

OLIVEIRA, E. R. *et al.* Toxicidade do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* e citral para *Spodoptera frugiperda*. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 42, p. 408-419, 2018.

POGUE, M.G. **World Spodoptera Database (Lepidoptera: Noctuidae)**, 1995. Disponível em: <http://www.sel.barc.usda.gov/lep/spodoptera/spodoptera.html>. Acesso em 2023.

POLATOGLU, K. "Chemotypes"—a fact that should not be ignored in natural product studies. **The Natural Products Journal**, v. 3, n. 1, p. 10-14, 2013.

R Core Team (2022). R: A language and environment for statistical computing. **R Foundation for Statistical Computing**, Vienna, Austria. Disponível em: <<https://www.R-project.org/>>. Acessado em: 04 de junho de 2023.

SCOTT, I. M. *et al.* A review of *Piper* spp. (Piperaceae) phytochemistry, insecticidal activity and mode of action. **Phytochemistry Reviews**, v. 7, n. 1, p. 65-75, 2008.

SOMBRA, K. ES. *et al.* Potencial pesticida de três óleos essenciais contra *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Revista chilena de pesquisas agropecuárias**, v. 80, n. 4, p. 617-628, 2020.

SILVA, C. T. *et al.* Biochemical parameters of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) treated with citronella oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt ex Bor) and its influence on reproduction. **Acta Histochemica**, v. 118, n. 4, p. 347-352, 2016.

SILVA, S. M. *et al.* *Ocimum basilicum* essential oil combined with deltamethrin to improve the management of *Spodoptera frugiperda*. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 41, p. 665-675, 2017.

SILVA, S. M. *et al.* Synergistic effects of binary mixtures of linalool with pyrethroids against fall armyworm. **Bioscience Journal**, p. 228-237, 2020.

SILVEIRA, J. C. *et al.* Levantamento e análise de métodos de extração de óleos essenciais. **Enciclopédia Biosfera**, Centro Científico Conhecer:Goiânia, v.8, n.15; p.2038, 2012.

SILVESTRE, W. I. P. *et al.* Insecticidal activity of *Callistemon speciosus* essential oil on *Anticarsia gemmatilis* and *Spodoptera frugiperda*. **International Journal of Tropical Insect Science**, p. 1-8, 2021.

SOUZA, M. T. *et al.* Composição química de óleos essenciais de espécies selecionadas de *Piper* e sua atividade inseticida contra *Drosophila suzukii* e *Trichopria anastrephae*. **Ciência Ambiental e Pesquisa em Poluição**, v. 27, p. 13056-13065, 2020.

SUMITA, Y.; KAWADA, H.; MINAKAWA, N. Mode of entry of a vaporized pyrethroid 72 knockdown agent into the body of the housefly, *Musca domestica* (Diptera: Muscidae). **Applied Entomology and Zoology**, v. 51, n. 4, p. 653-659, 2016.

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

YU, S. J. **A toxicologia e bioquímica dos inseticidas**. Imprensa CRC, 2011.

YOOBOON, T. *et al.* Efeitos citotóxicos da β -asarona em células de insetos Sf9. **Archives of insect biochemistry and physiology**, v. 102, n. 1, pág. e21596, 2019.

ZHAO, R. *et al.* Plant volatile compound methyl benzoate is highly effective against *Spodoptera frugiperda* and safe to non-target organisms as an eco-friendly botanical-insecticide. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 245, p. 114101, 2022.

ZAVALA-GÓMEZ, C. E. *et al.* Bioactivity of 1, 8-Cineole and essential oil of *Salvia keelii* (Lamiaceae) against *Spodoptera frugiperda*. **Southwestern Entomologist**, v.

46, n. 2, p. 385-396, 2021.

ZAHIRNIA, A. *et al.* Comparing cytotoxicity of propoxur and *Nepeta crispa* (Lamiales: Lamiaceae) essential oil against invertebrate (Sf9) and vertebrate (L929) cell lines. **Veterinary World**, v. 12, n. 11, p. 1698, 2019.

Capítulo II - Potencial fitoinseticida de óleos essenciais da família Piperaceae em *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797)

Resumo: O manejo da lagarta-do-cartucho *Spodoptera frugiperda* é dificultado pela evolução da resistência adquirida pelo uso indiscriminado de inseticidas sintéticos e plantas geneticamente modificadas. Diante disso, a busca por estratégias biorracionais de manejo desta praga torna-se fundamental, podendo-se prospectar novas moléculas inseticidas a partir de óleos essenciais (OEs) extraídos de plantas da família Piperaceae. Neste estudo, objetivou-se caracterizar quimicamente os OEs de *Piper aff. divaricatum*, *Piper fuliginum*, *Piper arboreum*, *Piper hispidum* e *Piper marginatum*, bem como avaliar sua toxicidade na fase embrionária e larval de *S. frugiperda*. Adicionalmente, analisamos os efeitos subletais nas lagartas sobreviventes aos tratamentos. Para obtenção dos OEs, foram utilizadas folhas frescas trituradas submetidas à hidrodestilação e, posteriormente, estes foram diluídos em acetona PA nas concentrações 0,25%, 0,50%, 1%, 2% e 4%. Os controles negativos foram acetona e água e os positivos dois princípios ativos de inseticidas comerciais (espinetoram e chlorantraniliprole). Para o bioensaio ovicida, foram usados ovos de *S. frugiperda* de até 24 horas após a postura nos quais houve a aplicação dos tratamentos, avaliando-se a eclosão larval. Para o bioensaio em superfície contaminada, utilizou-se lagartas de 3º ínstar expostas a papel filtro previamente pulverizado com cada tratamento, sendo avaliada a toxicidade aguda pela contagem de lagartas mortas após 3, 6, 12, 24, 48 e 96 horas de exposição. Os dados foram submetidos a análise GLM e as médias comparadas pelo teste de Tukey, além da sobrevivência estimada pela análise de Kaplan-Meier no software estatístico “R studio”. Os principais constituintes detectados foram germacreno D e miristicina em *P. aff. divaricatum*; (E)-cariofileno, germacreno D e biciclogermacreno em *P. arboreum*; neo-intermedeol em *P. fuliginum*; α -cadinol em *P. hispidum*; 3,4-metilenodioxipropiofenona em *P. marginatum*. Evidenciou-se que no bioensaio ovicida, *P. marginatum* se destacou nas concentrações 0,25% e 0,50%, com inviabilização de 72% e 99,33%, respectivamente. No bioensaio larvicida, todas as espécies de *Piper* atingiram níveis efetivos no controle da praga agrícola ($\leq 1\%$), sendo que *P. aff. divaricatum* e *P. arboreum* apresentaram a maior mortalidade (86%) em até 3 horas, a 0,25% e 0,50%. Os OEs das espécies de *Piper* nas concentrações 1%, 2% e 4% apresentaram similaridade em seu desempenho comparado com os controles positivos espinetoram e chlorantraniliprole. Essa pesquisa destaca os OEs de *Piper* como uma alternativa promissora para o controle de *S. frugiperda*, visando um manejo eficiente e de baixo impacto ambiental.

Palavras-Chave: Bioprospecção, Metabólitos secundários, Lagarta-do-cartucho.

Chapter II - Phytoinsecticidal potential of essential oils of the Piperaceae family in *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797)

Abstract: The management of the fall armyworm *Spodoptera frugiperda* is hampered by the evolution of resistance acquired through the indiscriminate use of synthetic insecticides and genetically modified plants. Therefore, the search for biorational strategies to manage this pest becomes essential, and new insecticide molecules can be prospected from essential oils (EOs) extracted from plants of the Piperaceae family. This study aimed to chemically characterize the EOs of *Piper aff. divaricatum*, *Piper fuliginum*, *Piper arboreum*, *Piper hispidum* and *Piper marginatum*, as well as to evaluate their toxicity in the embryonic and larval stages of *S. frugiperda*. Additionally, we analyzed the sublethal effects on the caterpillars that survived the treatments. To obtain the EOs, crushed fresh leaves were subjected to hydrodistillation and subsequently diluted in acetone PA at concentrations of 0.25%, 0.50%, 1%, 2% and 4%. The negative controls were acetone and water and the positive controls were two active ingredients of commercial insecticides (espinetoram and chlorantraniliprole). For the ovicidal bioassay, *S. frugiperda* eggs up to 24 hours after laying were used, to which the treatments were applied, and larval hatching was evaluated. For the bioassay on a contaminated surface, third-instar caterpillars exposed to filter paper previously sprayed with each treatment were used, and acute toxicity was evaluated by counting dead caterpillars after 3, 6, 12, 24, 48 and 96 hours of exposure. The data were subjected to GLM analysis and the means compared by the Tukey test, in addition to the survival estimated by the Kaplan-Meier analysis in the statistical software "R studio". The main constituents detected were germacrene D and myristicin in *P. aff. divaricatum*; (E)-caryophyllene, germacrene D and bicyclogermacrene in *P. arboreum*; neo-intermedeol in *P. fuliginum*; α -cadinol in *P. hispidum*; 3,4-methylenedioxypropiophenone in *P. marginatum*. It was evident that in the ovicidal bioassay, *P. marginatum* stood out at concentrations of 0.25% and 0.50%, with unviability of 72% and 99.33%, respectively. In the larvicidal bioassay, all *Piper* species reached effective levels in the control of the agricultural pest ($\leq 1\%$), and *P. aff. divaricatum* and *P. arboreum* showed the highest mortality (86%) within 3 hours, at 0.25% and 0.50%. The EOs of *Piper* species at concentrations of 1%, 2% and 4% showed similar performance compared to the positive controls spinetoram and chlorantraniliprole. This research highlights *Piper* EOs as a promising alternative for the control of *S. frugiperda*, aiming at efficient management with low environmental impact.

Keywords: Bioprospecting, Secondary metabolites, Fall armyworm.

1 INTRODUÇÃO

A lagarta-do-cartucho *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) é uma espécie migratória nativa das regiões tropicais e subtropicais da América do Norte, Central e do Sul, sendo a praga mais importante no cultivo do milho nas Américas (Valicente, 2015; Bateman *et al.*, 2018). Encontra-se amplamente distribuída em todo território nacional devido à diversidade de alimentos disponíveis anualmente, além das condições climáticas favoráveis ao seu desenvolvimento (Cruz *et al.*, 1995). *S. frugiperda* é um inseto políforo de hábito generalista, alimentando-se de 353 espécies vegetais registradas (Jing, 2021). Em geral, os ataques podem provocar perdas de 17% a 38,7% na produção, dependendo do ambiente, da cultivar e do estágio de desenvolvimento das plantas atacadas, comprometendo tanto o rendimento, quanto a comercialização (Gonçalves, 2021).

O controle é realizado principalmente com o plantio de lavouras geneticamente modificadas que expressam toxinas da bactéria *Bacillus thuringiensis* (Bt). No entanto, a resistência de *S. frugiperda* às tecnologias de milho Bt foi reportada no Brasil (Farias *et al.*, 2014; Santos-Amaya *et al.*, 2015; Omoto *et al.*, 2016), Estados Unidos da América e Porto Rico (Storer *et al.*, 2010; Huang *et al.*, 2014). Outro método de controle consolidado é a utilização de inseticidas químicos sintéticos, que, devido a sua utilização contínua e inadequada, aliada à plasticidade genética da praga, sua alta fecundidade e a pressão de seleção intensiva, também tem selecionado populações resistentes desse inseto às principais classes de inseticidas disponíveis no mercado, tais como lambdacialotrina, lufenuron, spinosad e organofosforados (Figueiredo *et al.*, 2019; Zhao *et al.*, 2020).

Spodoptera frugiperda é considerada uma espécie altamente adaptável, o que torna seu controle desafiador (Jing, 2021). Diante disso, o manejo desta praga vem provocando problemas relacionados aos custos de produção, os quais têm se tornado cada vez mais elevados, além dos riscos residuais e bioacumulativos em diferentes níveis tróficos, impactando o ambiente e a saúde humana (Akutse *et al.*, 2020). A fim de minimizar tais problemas, são necessárias medidas alternativas, que alcancem resultados satisfatórios e reduzam os impactos negativos, logo, pesquisas acerca de métodos de controle alternativos são vistas como primordiais (Harrison *et al.*, 2019).

Entre os métodos de controle alternativo, destaca-se o uso de metabólitos secundários de plantas (aleloquímicos). Os produtos desenvolvidos a partir desses

metabólitos, tais como extratos e óleos essenciais (OEs), vem ao longo dos anos demonstrando serem significativos para o manejo fitossanitário (Isman, 2000). Entre as plantas, o gênero *Piper* L. (Piperaceae) demonstra propriedades químicas interessantes, com potencial de ação inseticida sobre lepidópteros praga (Krinski *et al.*, 2018; De Oliveira, 2020; Rodrigues de Oliveira, 2021). Este gênero contém mais de 2.000 espécies, ocorrendo em regiões tropicais e subtropicais da África, América e Ásia. Seus maiores centros de biodiversidade estão localizados na América do Sul, especificamente no Brasil, que contém 290 espécies catalogadas (Dhifi *et al.*, 2016).

A maioria das Piperaceae produz quantidades expressivas de metabólitos secundários com propriedades inseticidas, como alcalóides, flavonóides e terpenos, que são identificados como principais princípios ativos (Mgbeahuruike *et al.*, 2017; Souza *et al.*, 2020), como é o caso da *Piper fuligineum* Kunth, *Piper marginatum* Jacq. *Piper arboreum* Aubl, *Piper divaricatum* G. Mey e *Piper hispidum* Sw (Krinski *et al.*, 2018; Vasconcelos, 2019).

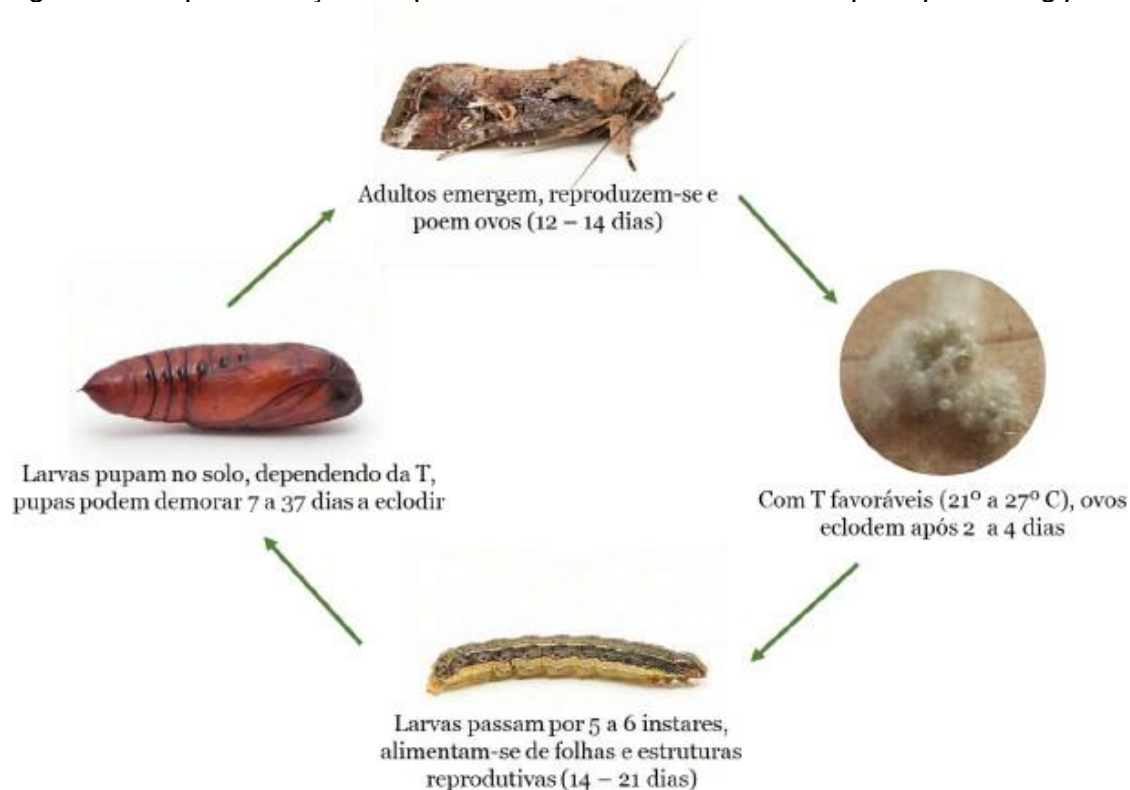
No entanto, há poucos estudos relacionados ao potencial fitoinseticida dos OEs dessas cinco espécies. Neste contexto, o objetivo deste trabalho consiste em avaliar o potencial fitoinseticida dos óleos essenciais extraídos de folhas das espécies: *Piper fuligineum*, *Piper marginatum*, *Piper arboreum*, *Piper aff. divaricatum* e *Piper hispidum* testadas nos ovos e lagartas de 3º ínstar de *S. frugiperda*.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 *Spodoptera frugiperda*

A espécie *S. frugiperda* é uma mariposa pertencente à ordem Lepidoptera, família Noctuidae e ao gênero *Spodoptera* (J.E. Smith, 1797). Seu ciclo de vida dura em média 30 dias (Figura 1), podendo variar conforme a temperatura do ambiente. Além disso, a espécie apresenta um número de gerações anuais variável, podendo chegar a seis gerações em condições de sobrevivência favoráveis (Rosa; Barcelos, 2012).

Figura 1. Representação esquemática do ciclo de vida de *Spodoptera frugiperda*.



Fonte: Direção Geral de Alimentação e Veterinária (DGAV), 2022.

O desenvolvimento de *S. frugiperda* é do tipo holometabólico, ou seja, o inseto, passa pelas fases de ovo, larva, pupa e adulto. Os adultos são mariposas de hábito noturno, coloração cinza-escuro e dimorfismo sexual, sendo as asas anteriores das fêmeas marrom acinzentado uniforme com manchas orbiculares e dos machos mais escuras com manchas brancas no seu ápice, além das manchas orbiculares e reniformes (Cruz *et al.*, 1995; Teodoro *et al.*, 2015).

Cada fêmea é capaz de ovipositar cerca de 1.500 a 2.000 ovos, sendo esses depositados na face superior das folhas, geralmente em camadas, formando uma massa, posteriormente são recobertos por pelos e escamas que se desprendem do corpo da fêmea (Cruz *et al.*, 1995; Moreira; Aragão *et al.*, 2009).

Cruz *et al.* (1995) descrevem que, após a postura, os ovos apresentam coloração verde-clara e entre 12-15 horas vão se tornando amarelados, escurecendo próximo à eclosão devido à coloração da cabeça da lagarta (Rosa; Barcelos, 2012).

As lagartas, ao eclodirem, alimentam-se do córion do ovo e, a partir do segundo ínstar, podem apresentar canibalismo. Ao atingirem o 3º ínstar com a maturação do aparelho mastigador, estas consomem inicialmente tecidos foliares e posteriormente,

se alimentam das partes reprodutivas, como o cartucho do milho (Rosa; Barcelos, 2012; Valicente, 2009). A fase larval varia de seis a sete ínstaes, sendo que a duração de cada um depende das condições de temperatura e disponibilidade de alimento.

Após completar o desenvolvimento larval, a lagarta dirige-se ao solo ou até mesmo, dentro do cartucho, pendão das espigas de milho ou palha, transformando-se em uma pupa de coloração marrom-avermelhada, por fim eclodindo a mariposa/adulto (Cruz *et al.*, 1995).

2.2 *Piper marginatum*

Piper marginatum é uma planta de origem Amazônica, com ampla distribuição no território nacional, popularmente conhecida como Caapeba, Caapeba-cheirosa, Masvaíscio, Pimenta-do-mato (Nascimento, 2011; Bezerra e Ramos, 2021).

É uma espécie arbustiva que pode atingir até cinco metros de altura, suas folhas possuem lâmina ovalada, as quais variam de 10 a 20 cm de largura e sete a 15 cm de comprimento (Figura 2). O pecíolo possui cerca de dois a seis centímetros de comprimento, sua base é cordada com um ápice acuminado e glabras em ambas as faces. As espigas florais possuem tamanho médio de 15 cm de comprimento, bractéolas triangulares-peltadas compostas de quatro a cinco estames e estigmas sésseis (Guimarães; Giordano, 2004).

Figura 2. Espécie *Piper marginatum* coletada nas proximidades do campus da Universidade do Estado de Mato Grosso, Tangará da Serra - MT.



Fonte: Rezende (2023).

Estudos químicos realizados com o OE dessa espécie revelaram a presença de propiofenona, alcalóides, flavonóides, lignóides e fenilpropanóides, os quais contribuem para sua ação antifúngica, antioxidante e ação inseticida natural (Nascimento, 2011; Camargo, 2018). De acordo com Andrade *et al.* (2009), o OE desta espécie é polimórfico e varia intraespecificamente, sendo marcado pela presença de sesquiterpenos, fenilpropanóides e safrol.

2.3 *Piper arboreum*

Piper arboreum encontra-se distribuída nas Américas Central e do Sul, com ampla distribuição em todo território nacional brasileiro, é popularmente conhecida como Pimenta-do-mato e Fruto-de-morcego (Ruschel, 2004; Guimarães *et al.*, 2015). Essa espécie consiste em um arbusto ereto de um a cinco metros de altura, apresenta

folhas com pecíolo glabros de 1,5 - 2,5 cm de comprimento, canaliculado com bainha alada não sobrepondo a base da folha. A lâmina foliar possui nervuras secundárias que se curvam, denominadas venação brochidódromo, as folhas apresentam base assimétrica arredondada, um lado mais curto do que o outro, além de um ápice agudo acuminado (Figura 3). O pedúnculo floral possui de três a oito milímetros de comprimento, sendo a flor não pedicelar, com bráctea floral triangular, subpeltada, com quatro estames e três estigmas sésseis (Melo; Guimarães; Alves, 2014; Monteiro, 2018).

Figura 3. Espécie *Piper arboreum* coletada próximo ao Córrego Figueira no município de Tangará da Serra-MT.



Fonte: Rezende (2023).

A espécie possui em sua composição química substâncias da classe amida e prenilado de ácido benzóico (Vasques *et al.*, 2002; Ramos; Kato, 2009). Essas substâncias têm atividades anti-inflamatória, adstringente, diurética, anti-hemorrágica, inseticida, fungicida e bactericida (Silva *et al.*, 2007; Silva *et al.*, 2016).

2.4 *Piper fuliginineum*

Piper fuliginineum encontra-se distribuída nos três principais biomas brasileiros: Caatinga, Cerrado e Mata Atlântica, são encontradas em regiões úmidas, como brejos, podendo estar isoladas ou em touceiras (Figura 4) (Mazzeu *et al.*, 2018).

Figura 4. Espécie *Piper fuliginineum* coletada em propriedade particular próximo a área rural do município de Tangará da Serra - MT.



Fonte: Rezende (2023).

Essa espécie consiste em um arbusto estriado denso-viloso a glabrescente, com tricomas de 0,5 a um milímetro de comprimento, pecíolo de cinco milímetros de comprimento com bainha na base. A lâmina foliar apresenta base subsimétrica, cordada, escabra em ambas as faces, hispida na face adaxial especialmente ao longo das nervuras, face abaxial com nervuras providas de tricomas alvos, nervuras secundárias com pares de nervuras próximos à base, pedúnculo hispido com dois a quatro centímetros de comprimento, espiga com cinco a seis centímetros de comprimento, bráctea floral com pedicelo esparso-piloso, fruto provido de glândulas no ápice (Guimarães *et al.*, 2015). É uma espécie que possui cinco tipos de

substâncias diferentes em seu metabólito secundário nas folhas: duas kavalactonas, uma cromanona e dois derivados prenilados do ácido benzóico, que possuem ação antifúngica, antiviral e tripanocida diante de algumas espécies (Mazzeu, 2014).

2.5 *Piper* aff. *divaricatum*

Piper aff. *divaricatum* (Figura 5) é popularmente conhecida como Pau-de-angola, Jaborandi-manso e é espécie endêmica do Brasil, presente nas regiões Norte, Nordeste, Centro-Oeste, Sudeste (Silva, 2014; Guimarães *et al.*, 2015). De acordo com Guimarães *et al.* (2015), a espécie apresenta porte arbustivo grabo, com glândulas amareladas, o pecíolo varia de 1 - 3 cm e geralmente sua consistência é rígida, as folhas são longas eciliadas, com seis a sete nervuras secundárias, pedúnculo com 1 - 1,5 cm comprimento, espiga com 5 - 8 cm comprimento, obtusa ou apiculada, tem fruto geralmente glandular, o qual encontra-se localizado no ápice. Estudos realizados por Santos (2020), demonstram que o OE de *Piper divaricatum* possui como principais compostos químicos o eugenol e metileugenol, além disso, seu OE apresenta propriedades antioxidantes, anti-fúngicas (Silva *et al.*, 2010), tendo como metabólitos secundários os terpenoides e fenilpropanoides (Silva *et al.*, 2016; Oliveira *et al.*, 2019).

Figura 5. Espécie *Piper* aff. *divaricatum* coletada em propriedade particular próximo a área rural do município de Tangará da Serra - MT.



Fonte: Rezende (2023.)

2.6 *Piper hispidum*

Piper hispidum (Figura 6) é conhecida popularmente como matico, aperta-João e matico-falso, possuindo uso medicinal como diurético e estimulante (Guimarães; Giordano, 2004). De acordo com Albieiro *et al.* (2006), possui porte arbustivo, medindo cerca de 1,8 a 2,0 m de altura, apresenta caule cilíndrico, nodoso, áspero, com lenticelas e ramos mais jovens pubescentes. Suas folhas são alternas, simples, curtamente pecioladas, inteiras, de formato ovalado, apresentando limbo assimétrico com 15 - 17 cm de comprimento e 10 - 12 cm de largura, coloração verde-escura na face adaxial e verde-clara abaxialmente, ápice acuminado e base obtusa.

Piper hispidum apresenta em sua composição química os compostos amidas, dilapiol, benzenos, ácidos benzoicos, flavonoides, elemicina, apiol, chaconas e seu OE é constituído de b-pineno, α -pineno, d-3-careno, α -cadinol e espatulenol, onde as substâncias bioativas são estudadas no controle de bactérias, insetos e fungos (Facundo *et al.*, 2008; Parmar *et al.*, 1997; Santos, 2010; Nascimento *et al.*, 2012).

Figura 6. *Piper hispidum* coletada próximo ao Córrego Figueira no município de Tangará da Serra - MT.



Fonte: Rezende (2023.)

2.7 Chlorantraniliprole (Premio®)

Chlorantraniliprole pertence ao grupo antralinamida ou diamidas antranilicas e, entre as principais características, está a alta atividade inseticida. Essa molécula pertence a classe toxicológica III, considerada mediamente tóxica com periculosidade ambiental classificada como classe II (Dupont, 2016).

A ação desta molécula ocorre por meio da ligação aos receptores de rianodina dos insetos, em células musculares, o que descontrola o fluxo de cálcio pela abertura do canal, resultando em esgotamento das reservas de cálcio intracelular, fator que provoca paralisia muscular e morte (Cordova *et al.* 2006).

Ademais, é considerado um inseticida de contato e ingestão registrado para mais de 17 culturas no Brasil, dentre elas, as de maior relevância econômica como: milho, soja e algodão, sendo indicado para insetos-pragas da ordem lepidoptera (MAPA, 2026). Na cultura do milho, para *S. frugiperda*, o chlorantraniliprole tem como dosagem recomendada 100 a 150 mLha¹ (MAPA, 2024).

2.8 Espinetoram (Exalt®)

Espinetoram é um inseticida semi-sintético pertence ao grupo químico das espinosinas, resultante da fermentação de uma linhagem mutante da actinobactéria *Saccharopolyspora spinosa* (Huang *et al.*, 2009). Sua descoberta foi a partir da intenção de selecionar produtos naturais com potencial de utilização na agricultura e indústria farmacêutica, através de testes com extratos de solo fermentado (Thompson; Dutton; Sparks, 2000).

O espinetoram tem sido amplamente utilizado nas culturas de soja e milho para o controle de lagartas do gênero *Helicoverpa*, *Spodoptera*, *Chrysodeixis* e *Heliothis* (Marques, 2018). As espinosinas atuam nos receptores nicotínicos de acetilcolina, provocam excitação no sistema nervoso dos insetos, ocasionando contrações musculares involuntárias, seguidas de paralisia e morte (IRAC, 2018). Na cultura do milho, a dosagem recomendada de espinetoram para o controle de *S. frugiperda* é de 100 mL/ha⁻¹ (MAPA, 2024).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Criação e manutenção de *S. frugiperda*

As linhagens de *S. frugiperda* utilizadas para a criação foram obtidas através de coletas em culturas de milho não Bt, durante a safra de 2021/2022, em pequenas propriedades rurais do município. A criação foi estabelecida no Laboratório de Entomologia do Centro de Pesquisas, Estudos e Desenvolvimento Agroambientais (CPEDA), situado na Universidade do Estado de Mato Grosso, localizada no município de Tangará da Serra - MT.

No laboratório, os adultos foram alimentados por meio de algodão hidrófilo embebido em solução aquosa de mel a 10% e acondicionados em gaiola de PVC (20,0 cm diâmetro × 20,0 cm altura), fechada na parte superior com tecido de malha fina (voile) preso com elástico e colocada sobre um prato plástico (23,5 cm diâmetro × 3,0 cm altura). As gaiolas eram revestidas internamente com folhas sulfite para a oviposição das mariposas, sendo retiradas a cada dois dias para a remoção dos ovos, os quais eram mantidos em potes plásticos transparentes (10 cm x 10 cm x 7 cm).

Após a eclosão, lagartas de 2º ínstar oriundas das posturas eram individualizadas em tubos de ensaio (8,5 cm X 2,5 diâmetros) contendo aproximadamente 2 mL de dieta artificial estabelecida por Greene *et al.* (1976) com adaptações (Quadro 1). Posteriormente, os tubos eram vedados com algodão hidrófilo esterilizado por 40 minutos, sendo acondicionados em sala climatizada com fotofase de 12 horas e temperatura média de 25 °C até a fase de pupa.

As pupas foram submetidas a higienização com sulfato de cobre 1% diluído em 100 mL de água destilada pelo período de 2 minutos, em seguida, realizava-se o processo de sexagem, com intuito de formar casais acasalantes ao se tornarem adultos.

Quadro 1. Dieta artificial utilizada para criação de *Spodoptera frugiperda*

INGREDIENTES	QUANTIDADE
Água destilada	1 L
Feijão Carioca	62,5 g
Germe de Trigo	50 g
Proteína de Soja	25 g
Caseína (fosfoproteína)	25 g
Levedo (fermento inativo)	31,25 g
Tetraciclina (Antibiótico)	125 mg
Formol (40%) = Formaldeído	3 mL
Ácido Ascórbico (Vitamina C)	3 g
Ágar ou Caragenina (solidificante)	13 g
Nipagim (Metil-p-hidroxibenzoato)	5 g
Mistura de Vanderzant (com vitamina B12)	1 cápsula
Ácido Sórbico (Conservante e Inibidor de microrganismos)	1,5 g

Fonte: Greene *et al.* 1976 com adaptações de Cesar Augusto Marchioro (2007).

3.2 Material vegetal

Para obtenção dos OEs foram utilizadas folhas de *P. hispidum*, *P. arboreum*, *P. marginatum*, *P. fuligineum*, *P. aff. divaricatum*, coletadas de exemplares em área de transição entre o cerrado e floresta Amazônica, no município de Tangará da Serra – MT (14°33'40" S - 57°27'41" W - 317 m). As informações sobre os locais de coleta das espécies encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1. Coordenadas geográficas das espécies de *Piper* coletadas.

Espécies de <i>Piper</i>	Coordenadas geográficas	Nº registro no Herbário TANG
<i>Piper hispidum</i>	14°38'07.9"S 57°29'54.4"W	TANG 6869
<i>Piper arboreum</i>	14°38'08.3"S 57°29'54.8"W	TANG 6849
<i>Piper marginatum</i>	14°39'04.5"S 57°26'09.2"W	TANG 4644
<i>Piper fuligineum</i>	14°33'40.7"S 57°27'40.7"W	TANG- 1017
<i>Piper aff divaricatum</i>	14°33'39.5"S 59°27'36.8"W	TANG 1584

Fonte: Rezende (2023).

As espécies foram identificadas pelas especialistas na área de Botânica Dra. Micheline Carvalho Silva da Universidade de Brasília (UnB) Distrito Federal e Dra. Celice Alexandre Silva da Universidade do Estado de Mato Grosso (UNEMAT). As exsiccatas das espécies foram armazenadas no Herbário TANG pertencente à Universidade do Estado de Mato Grosso no *campus* de Tangará da Serra. *Piper aff. divaricatum* é uma espécie que se encontra em processo de identificação e descrição taxonômica, sendo próxima a *Piper divaricatum*, portanto as discussões de *Piper aff. divaricatum* serão baseadas nessa espécie mais próxima.

3.2 Extração dos óleos essenciais

Para extrair os OEs das espécies de *Piper*, pesou-se 100g de folhas frescas em triplicata para cada espécie, posteriormente as folhas foram trituradas com auxílio de um liquidificador e colocadas em um balão volumétrico (2 L) contendo 1 L de água destilada, para serem submetidas à hidrodestilação em aparelho tipo Clevenger.

Os balões volumétricos com o material vegetal foram acondicionados em mantas aquecedoras, onde permaneceram durante quatro horas para a extração dos OEs. Subsequentemente, os OEs obtidos foram acondicionados em microtubos de 1,5 µL e guardados em congelador (-18 °C) até o momento das análises químicas e posterior utilização nos bioensaios.

3.3 Análise cromatográfica

A composição química dos OEs foi avaliada em triplicata, usando um cromatógrafo a gás Shimadzu 2030, acoplado a um detector de massa sequencial

Shimadzu TQ8040 (CG-MS/MS). Em seguida, realizou-se a separação dos constituintes foi realizada usando uma coluna capilar HP-5MS fundida (espessura do filme $30\text{ m} \times 0,25\text{ mm} \times 0,25\text{ }\mu\text{m}$), revestida com uma fase estacionária de 5% fenil-95% dimetilpolissiloxano. O hélio foi usado como gás de arraste a uma taxa de fluxo de $1,0\text{ mL min}^{-1}$. A temperatura do forno do GC foi programada para aumentar de 60 a $240\text{ }^{\circ}\text{C}$, a uma taxa de $3\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ e mantida a $240\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 10 min, e a do injetor foi mantida a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Para a quantificação, foram injetados OEs (solução de hexano a 1%) e o Shimadzu GC 2030, equipado com um detector de ionização de chama (FID), foi operado a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. O ar sintético foi usado como gás de arraste a uma vazão de $1,5\text{ mL min}^{-1}$, usando a mesma coluna e condições descritas acima.

A identificação dos constituintes químicos dos OEs foi realizada comparando os espectros de massa com os de bibliotecas comerciais (Van Den Dool e Kratz, 1963), bem como, pelas suas taxas de retenção linear (Adams, 2017), após a injeção de uma série homóloga de alcanos ($\text{C}_8\text{--C}_{26}$) nas mesmas condições experimentais.

3.4 Potencial ovicida de OEs de *Piper* sobre ovos de *S. frugiperda*

O bioensaio ovicida foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado com 29 tratamentos (5 espécies de *Piper* X 5 concentrações + 2 controles positivos + 2 negativos). Cada tratamento foi composto por 10 repetições contendo 15 ovos de até 24h de *S. frugiperda*. Os ovos foram colados com goma arábica, com auxílio de um pincel de cerdas finas (nº 1), em cartelas de papel azul ($1,0 \times 2,5\text{ cm}$) e deixados secar à temperatura ambiente (aproximadamente 30 minutos).

Após esse período, os OEs de cada espécie de *Piper* (*P. hispidum*, *P. arboreum*, *P. marginatum*, *P. fuligineum*, *P. aff. divaricatum*) foram solubilizados em acetona P.A. min. 99,5% Dinâmica®, nas seguintes concentrações: 0,25%, 0,50%, 1,0%, 2,0% e 4,0%. Os controles negativos foram acetona e água destilada e os controles positivos foram os inseticidas espinetoram (100 mL/ha^{-1}) e clorantraniliprole (150 mL/ha^{-1}), nas maiores dosagens recomendadas pelo fabricante, utilizando-se 2 mL de cada calda para a pulverização. Em seguida, 10 cartelas contendo os ovos de *S. frugiperda* foram pulverizadas com cada tratamento, utilizando um aerógrafo Steula BC64, acoplado a um compressor Wimpel Comp⁻¹, calibrado a uma pressão de 20 psi, que possibilitou a deposição de $1,5\text{ mg cm}^{-2}$ de cada concentração.

Decorrida a aplicação, as cartelas foram mantidas sobre a bancada a temperatura ambiente, por aproximadamente 30 minutos, para secagem e total volatilização da acetona. Cada repetição foi individualizada em tubos de ensaio de vidro (10 cm × 1 cm), sendo estes mantidos em sala climatizada a $25 \pm 1,0$ °C (SD), $70 \pm 10\%$ UR (SD) e fotoperíodo de 12h L:D. Foi avaliado a eclosão larval no quarto dia, tendo como parâmetro o tratamento controle com água destilada.

3.5 Teste por contato em superfície contaminada

No teste por contato em superfície contaminada foram usadas lagartas de 3º ínstar, sendo a determinação do estágio larval feita de acordo com Parra Carvalho (1984). Os tratamentos foram os mesmos do bioensaio anterior, no entanto, realizou-se 15 repetições por tratamento.

Cada tratamento foi pulverizado na superfície de papéis-filtro (9 cm) com auxílio do aerógrafo Steula BC64 acoplado a um compressor Wimpel Comp-1, calibrado a uma pressão de 20 psi, que possibilitou a deposição de 1,5 mg cm⁻² de cada tratamento/concentração. Depois da evaporação total do solvente, os papéis-filtro foram colocados em placas de petri (90 x 15 mm), que em seguida receberam 15 lagartas por placa, as quais permaneceram por 30 minutos.

Após a exposição ao papel filtro contaminado, as lagartas foram individualizadas em novas placas de petri contendo a mesma dieta artificial da criação. As lagartas foram mantidas em sala climatizada com temperatura de 25 ± 20 °C, umidade relativa de 70% e fotófase de 12 horas. Todas as lagartas sobreviventes de cada tratamento foram observadas até a fase de pupa e emergência do adulto. Avaliou-se a toxicidade, pela contagem de lagartas mortas após 3, 6, 12, 24, 48 e 96 horas (Hummelburnner; Isman, 2001).

Para avaliação dos critérios de mortalidade, foi considerado morto o inseto que não respondeu ao toque de um pincel, também foram avaliados o número de indivíduos que conseguiram empupar, o peso das pupas, o número de dias até a pupação das lagartas, o número de dias até emergência dos adultos, o número de adultos emergidos e a ocorrência de deformidades nos insetos adultos.

3.6 Análise estatística

Os dados dos bioensaios foram submetidos à homogeneidade de variância analisada pelo teste de Bartlett, após verificada a distribuição, foi utilizada a Análise de Modelo Linear Generalizado (GLM), sendo as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5%. Todas as análises foram realizadas no software estatístico “R studio” (R DEVELOPMENT CORE TEAM, 2022).

Para estimar a sobrevivência das lagartas de *S. frugiperda* em função do tempo, concentração e espécie, foi utilizada a análise de Kaplan-Meier, a qual é uma técnica não paramétrica, por meio do pacote Survival do software R. A sobrevivência do inseto, ao longo do tempo, foi usada para obtenção de curvas de tempo-resposta.

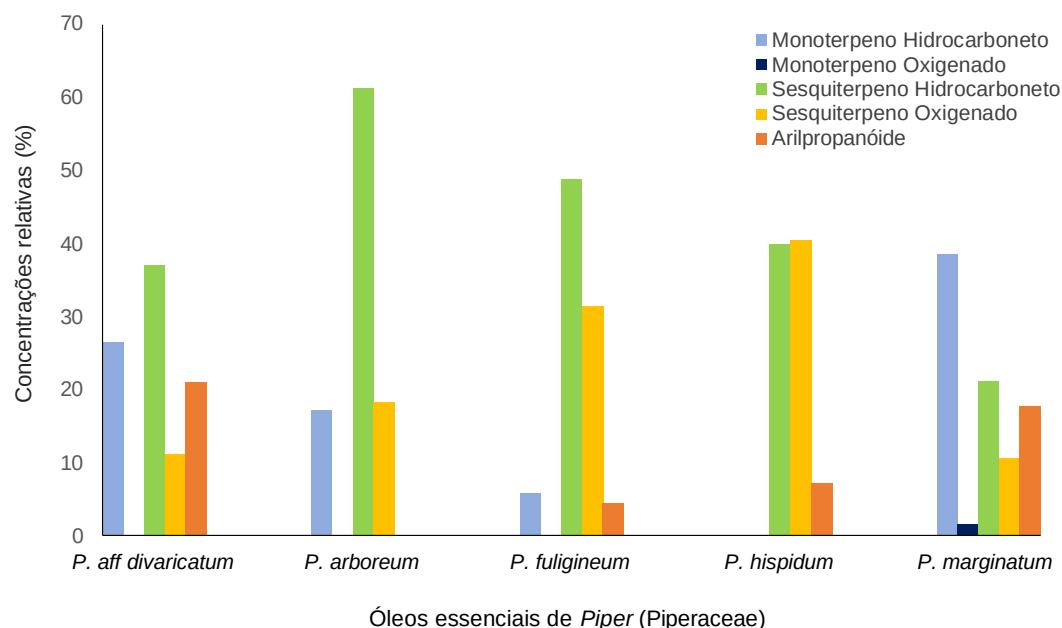
Para avaliar a toxicidade dos OEs e estimar a CL₅₀ e CL₉₀, os dados de mortalidade e concentração resposta foram submetidos à análise de Probit (software “R studio”). A concentração letal média (CL₅₀) refere-se à concentração de um produto químico no ar ou na água que leva à morte 50% dos indivíduos num tempo pré-estabelecido (Queiroz, 2015) e a CL₉₀ refere-se à concentração que leva à morte 90% dos indivíduos.

4 RESULTADOS

4.1 Análise cromatográfica

No total, 68 constituintes químicos foram identificados nos OEs das amostras de *Piper* spp. (Tabela 2). Estes constituintes incluíram as classes de monoterpenos hidrocarbonetos (5,84 – 38,60%), monoterpenos oxigenados (1,54%), sesquiterpenos hidrocarbonetos (21,10 – 61,33%), sesquiterpenos oxigenados (10,57 – 40,39%) e arilpropanóides (4,37 – 20,94%) (Figura 7). Os principais constituintes nos OEs de *Piper* analisados incluíram germacreno D (26,87%) e miristicina (20,94%) em *P. aff. divaricatum*; (E)-cariofileno (10,62%), germacreno D (10,55%) e biciclogermacreno (10,31%) em *P. arboreum*; neo-intermedeol (10,0%) em *P. fuligineum*; α -cadinol (14,12%) em *P. hispidum*; 3,4- metilenodioxipropiofenona (8,79%) em *P. marginatum* (Tabela 2).

Figura 7. Concentrações relativas (%) às classes de constituintes presentes no óleo essencial de *Piper* spp. (Piperaceae) coletadas em Tangará da Serra – Mato Grosso.



Fonte: Rezende (2023).

Tabela 2. Porcentagem de constituintes químicos dos OEs obtidos por hidrodestilação das folhas secas de cinco espécies de *Piper* (Piperaceae) coletadas em Tangará da Serra – Mato Grosso.

Constituintes	IA ^A	IA ^B	Espécies de <i>Piper</i> (% da área de pico)				
			E1	E2	E3	E4	E5
α -tujeno	924		0,35	0,47	—	—	0,39
α -pineno	932		7,43	4,04	1,21	—	2,09
β -pineno	974		1,26	2,57	2,33	—	1,55
mirreno	988		0,89	0,96	—	—	1,24
α -felandreno	1002		7,92	2,98	—	—	4,49
α -terpineno	1014		—	—	—	—	2,97
p-cimeno	1020		0,84	1,55	—	—	3,39
limoneno	1024		3,93	1,73	1,19	—	1,85
β -felandreno	1025		2,06	—	—	—	—
(Z)- β -ocimeno	1032		0,11	0,57	1,11	—	4,29
(E)- β -ocimeno	1044		1,64	2,32	—	—	6,13
γ -terpineno	1054		—	—	—	—	6,39
terpinoleno	1086		—	—	—	—	3,82
linalol	1095		—	—	—	—	1,54
δ -elemeno	1335		—	3,34	—	—	—
α -cubebeno	1348		0,72	—	—	1,78	—
ciclosativeno	1369		—	—	—	1,36	1,17
α -ylangeno	1373		—	1,65	—	—	—
4-Metoxibenzoato de metila	1371		—	—	2,23	—	—
α -copaeno	1374		—	—	3,15	1,31	—
β -cubebeno	1387		0,71	0,32	1,12	1,13	—
β -elemeno	1389		0,42	0,9	—	2,36	0,39
7-epi-sesquitujeno	1390		—	—	—	—	3,37
(Z)-cariofileno	1408		2,42	—	—	1,65	—
(E)-cariofileno	1417		—	10,62	6,48	6,40	6,6
β -copaeno	1430		—	2,32	—	—	—

α -trans-bergamoteno	1432	1,24	1,31	3,21	1,47	—
γ -elemeno	1434	—	—	1,62	2,54	—
aromadendreno	1439	—	1,72	1,03	—	—
α -humuleno	1452	0,31	1,79	1,42	1,63	1,76
allo-aromadendreno	1458	0,73	0,38	—	—	—
γ -muuroleno	1478	0,28	2,29	1,06	—	—
germacreno D	1480	26,87	10,55	6,62	4,83	—
β -selineno	1489	—	—	6,18	—	0,98
cis- β -guaieno	1492	—	—	2,55	—	—
δ -selineno	1492	—	—	—	—	—
γ -amorfenol	1495	—	—	—	4,20	—
α -selineno	1498	—	—	8,02	—	—
biciclogermacreno	1500	—	19,31	—	—	4,92
α -muuroleno	1500	1,36	1,43	—	—	0,43
β -bisaboleno	1505	0,44	0,74	—	—	—
α -farneseno	1505	—	—	—	4,53	—
δ -amorfenol	1511	1,43	1,36	—	—	—
γ -cadineno	1513	—	0,32	2,95	—	—
cubenol	1514	1,35	1,93	—	3,16	—
miristicina	1517	20,94	—	4,37	7,17	4,19
δ -cadineno	1522	—	—	—	—	1,48
cis-calameneno	1528	—	—	1,06	4,8	—
α -cadineno	1537	—	—	—	—	—
3,4- metilenodioxipropiofenona	1545	—	—	—	—	8,79
elemicina	1555	—	—	—	—	4,78
germacreno B	1559	—	0,98	—	—	—
(E)-nerolidol	1561	—	1,15	1,66	5,87	1,95
espatulenol	1577	3,34	7,89	2,09	4,67	4,7
óxido cariofileno	1582	—	1,34	1,99	6,78	2,26
globulol	1590	—	1,22	1,88	—	—
ledol	1602	—	0,84	—	—	—
selina-6-en-4-ol	1615	—	—	4,06	3,95	—
epi- α -cadinol	1638	—	0,33	1,44	1,39	—
epi- α -muurolol	1640	—	1,39	—	—	—
α -muurolol	1644	—	0,94	—	—	—
β -eudesmol	1649	—	—	—	3,61	0,59
α -cadinol	1652	3,74	—	2,44	14,12	—
α -eudesmol	1652	2,72	3,2	—	—	—
neo-intermedeol	1658	—	—	10,00	—	—
bulnesol	1670	—	—	—	—	1,07
apiol	1677	—	—	4,19	—	—
Eudesm-7(11)-en-4-ol	1700	—	—	1,52	—	—
Total da composição (%)		95,45	98,75	90,18	90,71	89,57

IA^A Índice Aritmético de Literatura; IA^B Índice Aritmético Experimental – Ausentes

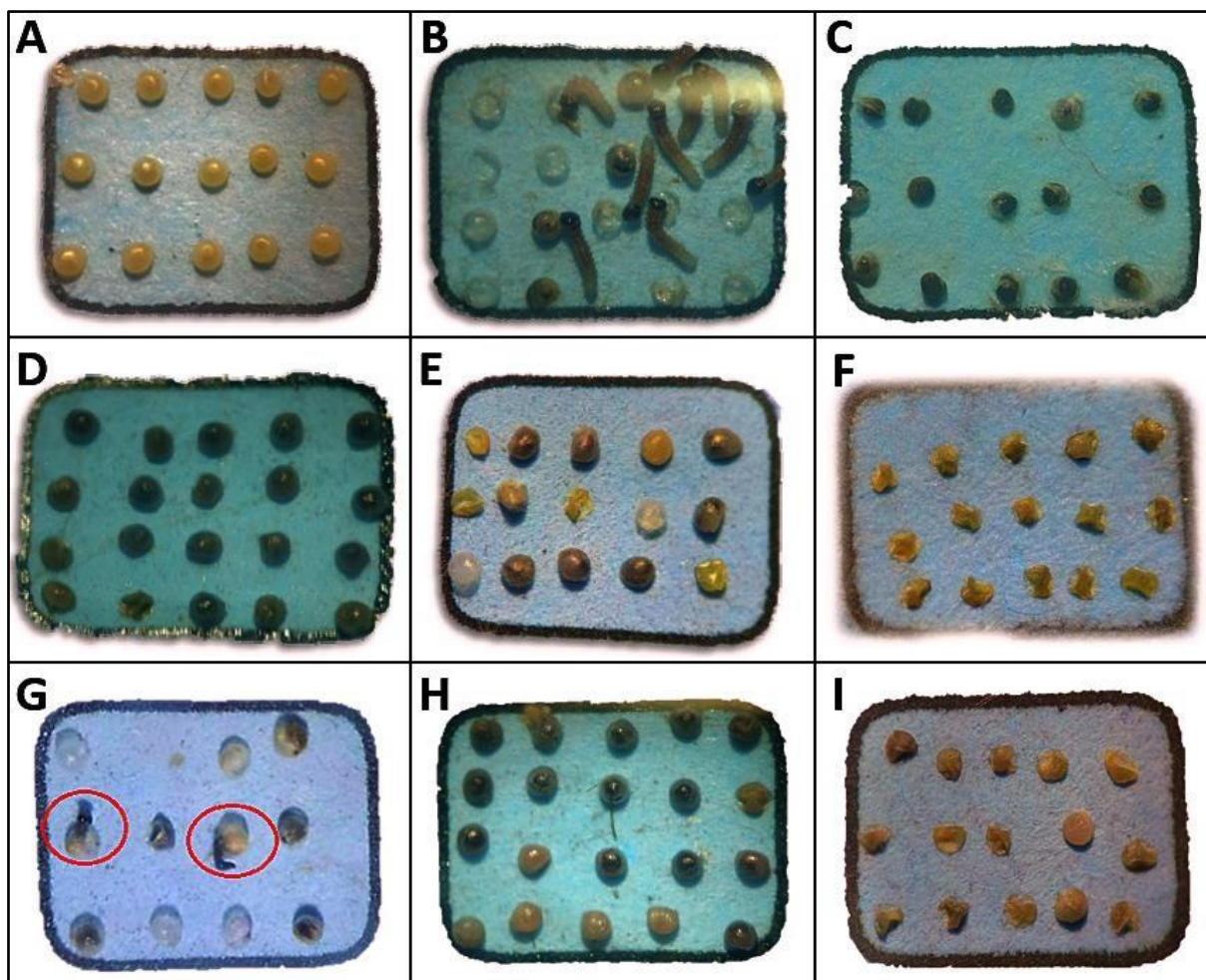
Espécie: E1 *Piper aff. divaricatum*; E2 *Piper arboreum*; E3 *Piper fuliginum*; E4 *Piper hispidum*; E5 *Piper marginatum*.

4.2 Potencial ovicida de OEs de *Piper* sobre ovos de *S. frugiperda*

Com relação a integridade dos ovos e embriões, visualmente todas as espécies de *Piper* acarretaram danos, cujas características eram ovos de formato irregular e escurecidos/amarelados (Figura 8-E), ovos desidratados (Figura 8-F), lagartas mortas sem rompimento do córion (Figura 8-H) e lagartas mortas presas ao sair dos ovos

(Figura 8-G).

Figura 8. Características dos ovos de *Spodoptera frugiperda* tratados com óleos essenciais de *Piper* spp. (Piperaceae), água e acetona e inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.



Ovos pulverizados com: A: Acetona (ovos viáveis); B: Água (eclosão larval); C: Espinetoram; D: Chlorantraniliprole; E: *Piper marginatum* 1%; F: *Piper hispidum* 4%; G: *Piper fuliginum* 2%; H: *Piper arboreum* 1% e I: *Piper* aff. *divaricatum* 2%.

De acordo com o Modelo Linear Generalizado (GLM), as espécies *P. hispidum*, *P. marginatum*, *P. fuliginum*, *P. arboreum* e *P. aff. divaricatum* apresentaram efeito significativo em sua ação ovicida ($P= 3.014e-05^*$), assim como as diferentes concentrações ($P= 2.2e-16^*$) (Tabela 3).

Tabela 3. Análise de modelo linear generalizado (GLM) para média de ovos de *Spodoptera frugiperda* inviabilizados após pulverização do OEs das espécies de *Piper* analisadas.

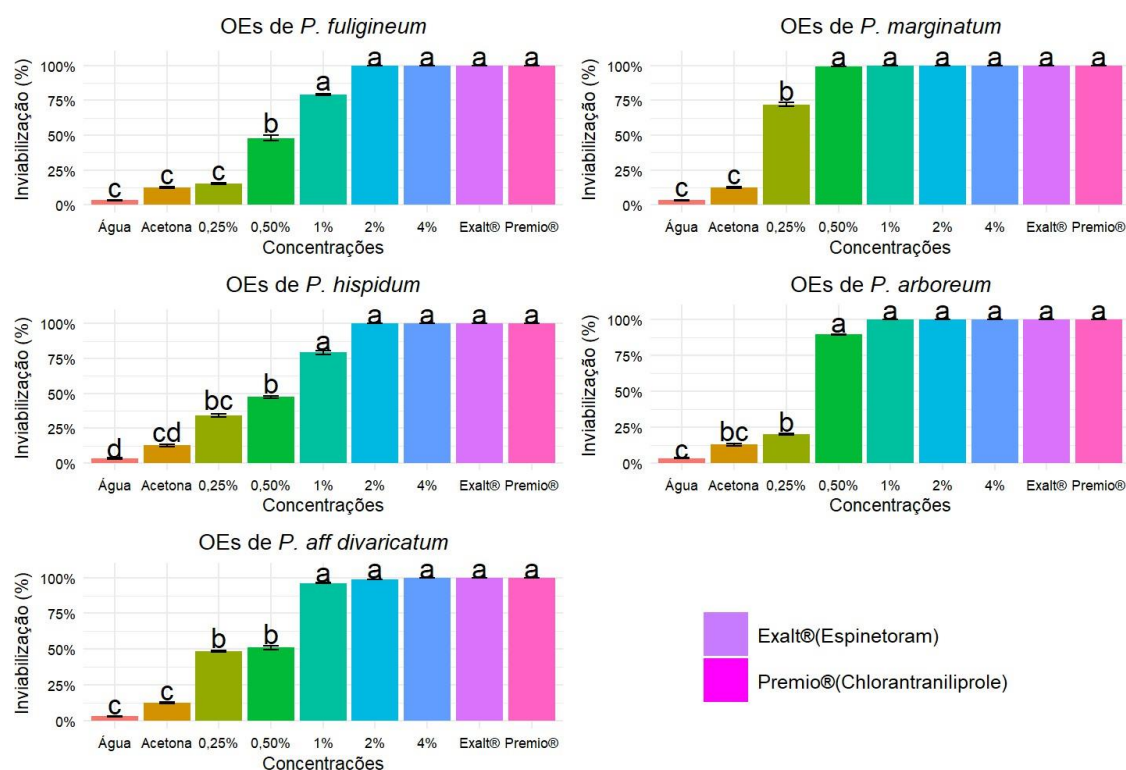
Fonte de variação	G. L.	Valor de F	Deviance	Valor de P
Fator 1 (Espécies)	349	6.7820	2142.49	3.014e-05 *
Fator 2 (Concentrações)	345	206.3670	514.53	2.2e-16 *
Espécies X Concentrações	339	3.4753	404.87	2.167e-07 *

*significativo a $p < 0,5\%$. G.L: Graus de liberdade.

Observou-se que os óleos essenciais de *P. marginatum* e *P. arboreum* obtiveram os melhores resultados de inviabilização, mesmo em concentrações mais baixas (Figura 9). Na concentração 0,25%, *P. marginatum* atingiu 72% de ovos inviabilizados e 99,33% de inviabilização na concentração 0,50%, já *P. arboreum* 89,33% de inviabilização na concentração 0,50% (Figura 9). Na concentração 1%, a atividade ovicida foi superior a 75% em todas os OEs testados e nas concentrações de 2% e 4%, a taxa de inviabilização foi de 100% (Figura 9).

Na espécie *P. marginatum*, as concentrações que estatisticamente desempenharam ação ovicida semelhante aos controles positivos foram 0,50%, 1%, 2% e 4%, diferindo significativamente de 0,25% e dos controles negativos (Figura 9). Em *P. aff. divaricatum*, as concentrações com maior ação ovicida foram 1%, 2% e 4%, sendo igual aos controles positivos, seguindo-se as concentrações menores 0,25% e 50%, que também diferiram dos controles positivos (Figura 9). Para *P. arboreum*, as concentrações entre 0,50% a 4% foram iguais aos controles positivos, diferindo de 0,25% e dos controles negativos (Figura 9). Já *P. hispidum* só apresentou ação ovicida semelhante aos controles positivos nas maiores concentrações (Figura 9). Por fim, *P. fuligineum* foi inócuo na menor concentração, a concentração 0,50% diferiu dos quatro controles e as concentrações 1%, 2% e 4% foram iguais aos controles positivos com maior ação ovicida (Figura 9). Os inseticidas espinetoram e chlorantraniliprole (controles positivos) ocasionaram 100% de inviabilização dos ovos de *S. frugiperda*.

Figura 9. Inviabilização dos ovos de *Spodoptera frugiperda* após pulverização de óleo essencial de *Piper* spp. (Piperaceae) e dos inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.

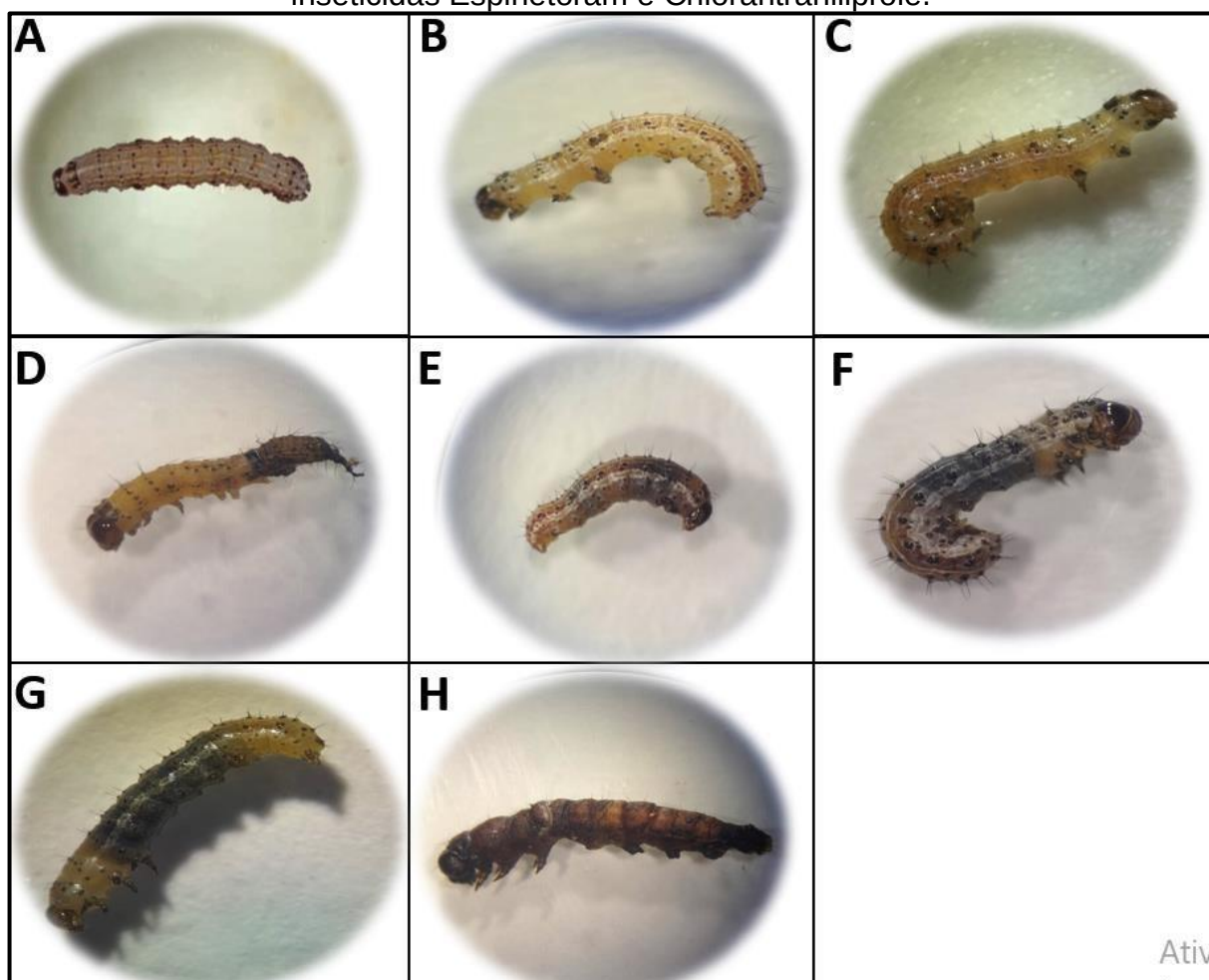


*Médias seguidas por letras diferentes significativamente entre si pelo teste de Tukey ($P \leq 0,05$).

4.3 Teste por contato em superfície contaminada

Com relação ao bioensaio em superfície contaminada, durante os primeiros 30 minutos de exposição às concentrações mais altas, observou-se uma maior agitação no comportamento das lagartas, possivelmente devido a alguma ação neurotóxica. Em todos os OEs de *Piper*, as lagartas mortas apresentaram aumento do volume corporal (Figura 10-E), escurecimento na região do abdômen (Figura 10- F e G) e, em alguns casos, a morte aconteceu se deu durante a troca de muda (Figura 10-D) ou por não conseguirem concluir o processo de pupação (Figura 10-H).

Figura 10. Lagartas de 3º ínstar de *Spodoptera frugiperda* submetidas ao contato em superfície contaminada com óleos essenciais de cinco espécies de *Piper* spp. e inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.



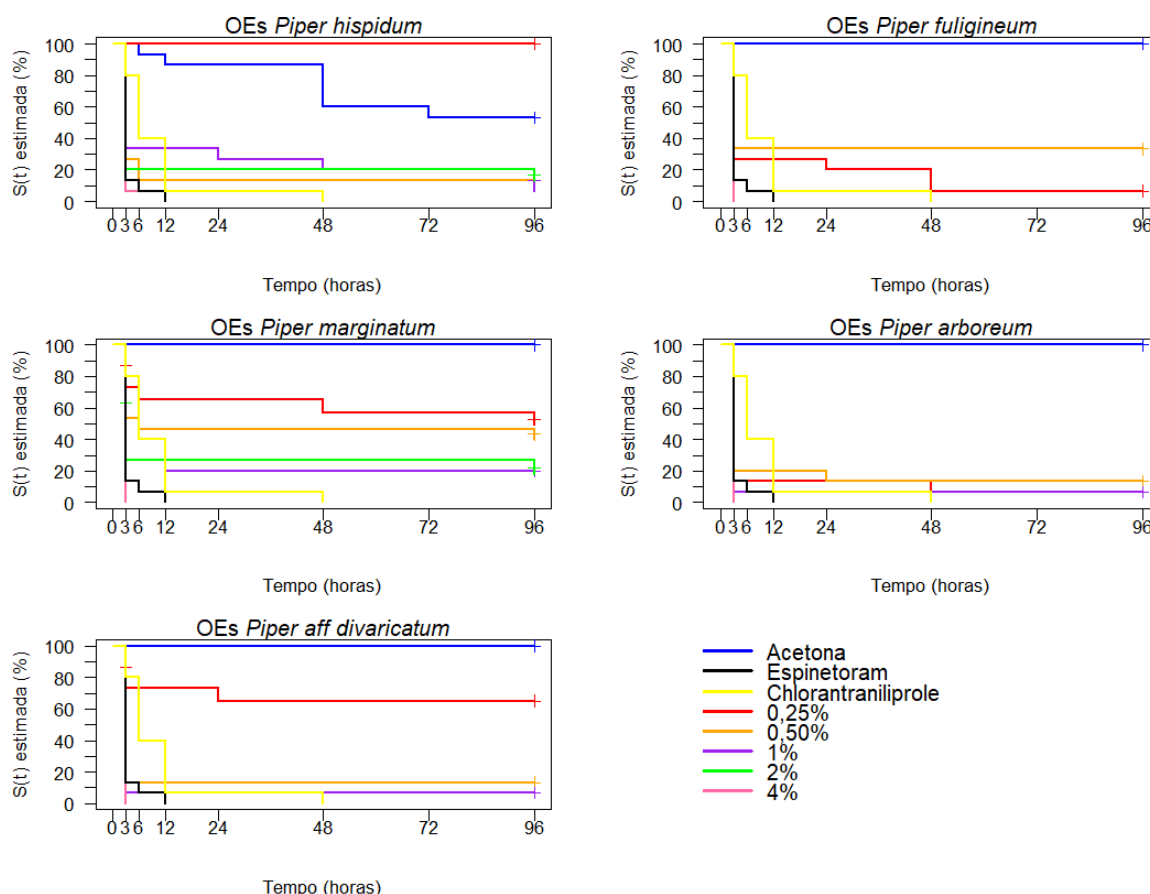
A: Tratamento controle água; B: Espinetoram, C: Chlorantraniliprole, D: OEs de *P. hispidum* 2%; E: OEs de *P. fuligineum* 0,50%; F: OEs de *P. aff. divaricatum* 1%, G: OEs *P. marginatum* 4%, H: OEs *P. arboreum* 0,25%. Fonte: Rezende (2023).

Tendo em vista que não houve diferença significativa entre a água e acetona, optamos por utilizar apenas a água como controle negativo na análise de sobrevivência larval. De acordo com a curva de sobrevivência das lagartas, *P. hispidum* nas concentrações 0,50%, 1%, 2%, 4% e os controles positivos espinetoram e chlorantraniliprole foram estatisticamente semelhantes, diferindo apenas de 0,25% e do controle negativo (Figura 11). Tanto *P. fuligineum* quanto *P. marginatum*, nas concentrações 0,25% e 50%, apresentaram ação larvicida semelhante, porém menor que nas concentrações 1%, 2%, 4% e nos controles positivos (Figura 11).

Em *P. arboreum*, os OEs, em todas as concentrações, apresentaram mortalidade larval igual aos controles positivos (Figura 11). Para o OEs de *P. aff.*

divaricatum, as concentrações semelhantes foram 0,50%, 1%, 2%, 4%, espinetoram e chlorantraniliprole, diferindo de 0,25% e da água (Figura 11).

Figura 11. Análise de sobrevivência das lagartas de *Spodoptera frugiperda* ao contato de superfície contaminada com óleos essenciais de *Piper* spp dos inseticidas Espinetoram e Chlorantraniliprole.



Fonte: Rezende (2023).

Os OEs que causaram mortalidade significativa na menor concentração e tempo (até três horas) foram das espécies *P. arboreum*, *P. aff. divaricatum* e *P. fuligineum*, sendo as duas primeiras com 86% de mortalidade nas concentrações 0,25% e 0,50%, respectivamente e *P. fuligineum* com 80% de mortalidade na concentração 0,50%. Nota-se também a relação direta entre o aumento das concentrações de OEs e a probabilidade de mortalidade larval (Figura 11). Cabe ressaltar que, após o último período de avaliação da mortalidade (96 horas), mais indivíduos morrerem durante as próximas horas, no entanto, não foram contabilizados na mortalidade em relação ao tempo de avaliação, e obviamente, por não

prossegurem no seu desenvolvimento, foram desconsiderados nas análises dos parâmetros biológicos dos sobreviventes.

Pode-se afirmar que, embora algumas lagartas tenham empupado e atingido a fase adulta, efeitos subletais dos OEs foram observados, pois, diferentes concentrações dos OEs e as espécies de *Piper* afetaram o período até a pupação, o peso das pupas e a emergência dos adultos (Tabela 4).

Tabela 4. Análise de modelo linear generalizado (GLM) aplicado aos parâmetros biológicos das lagartas de *Spodoptera frugiperda*, em função das concentrações e OEs das espécies de *Piper* analisadas.

Variável explicativa	Variável resposta	G.L	Deviance	p value
Concentração	Dias para empupar	389	145.97	5.765e-12*
Concentração	Emergência do adultos (dias)	389	122.98	2.741e-12 *
Concentração	Peso das pupas	389	34.521	0.003112 *
OEs das espécies de <i>Piper</i>	Dias para empupar	384	148.27	0.007083 *
OEs das espécies de <i>Piper</i>	Emergência do adultos (dias)	384	122.98	2.741e-12*
OEs das espécies de <i>Piper</i>	Peso das pupas	384	40.656	0.03858 *

*significativo a $p < 0,5\%$

No que tange aos parâmetros biológicos das lagartas de 3º ínstar sobreviventes, verificou-se que as concentrações dos OEs das espécies de *Piper* apresentaram efeito significativo no período que as lagartas levaram até se tornarem pupa, peso das pupas e emergência das mariposas, quando comparadas aos controles negativos.

Logo, na concentração 0,25%, todos os OEs apresentaram diferença significativa com relação aos dias para empupar, assim como, no peso, com exceção de *P. fuligineum*. Entretanto, em relação à emergência dos adultos, apenas *P. fuligineum* e *P. aff. divaricatum* diferiram da água e acetona. Na concentração 0,50%, todos OEs apresentaram diferença significativa dos controles nos dias para empupar, e, com relação ao peso, *P. hispidum*, *P. marginatum*, *P. fuligineum* apresentaram diferença quando comparadas ao controle negativo e aos demais OEs das espécies

de *Piper*, mas apresentaram semelhança com relação à emergência dos adultos, diferindo apenas dos controles. Na concentração 1%, *P. hispidum* e *P. marginatum* diferiram nos dias para empupar, mas foram semelhantes nos demais critérios se diferenciando-se apenas dos controles (Tabela 5).

Tabela 5. Parâmetros biológicos de *Spodoptera frugiperda* sobreviventes após a aplicação dos óleos essenciais de *Piper* durante a fase larval.

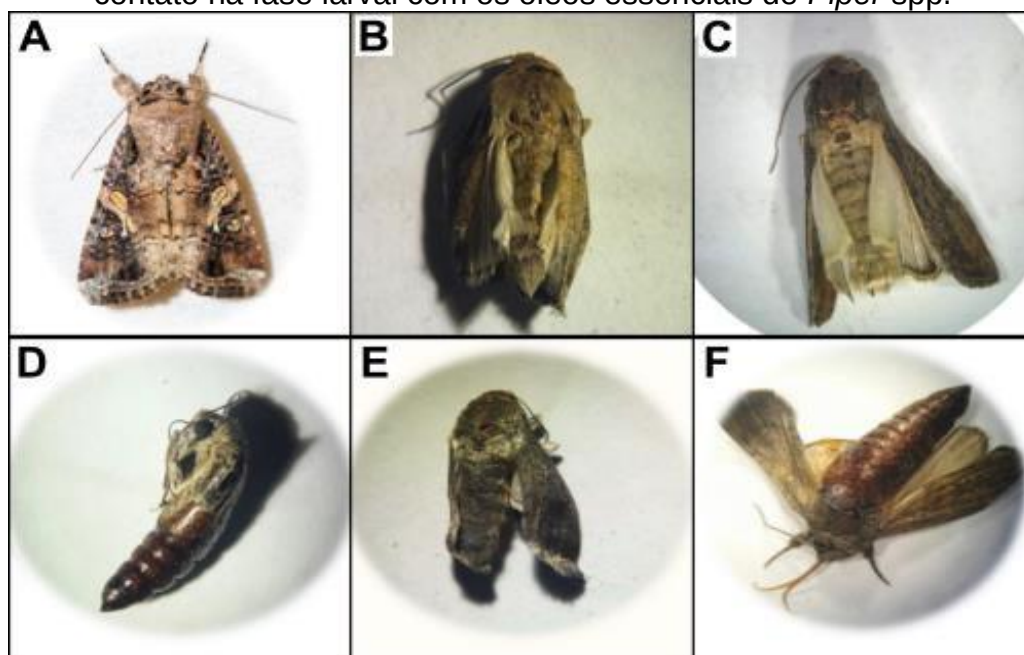
Espécies de <i>Piper spp</i>	Concentração OEs	Pupas (n°)	Período para empupar (dias)	Peso das pupas (g)	Adultos (n°)	Emergência adultos (dias)
Água	Controle -	15	19±0,00a	0,24±0,01a	15	10±0,00b
Acetona	Controle -	11	18±0,50a	0,24±0,02a	9	10±0,70b
Espinetoram	Controle +	-	-	-	-	-
Chlorantraniliprole	Controle +	-	-	-	-	-
<i>P. hispidum</i>	0,25%	7	14±0,00b	0,22±0,04ab	6	10±1,78b
<i>P. marginatum</i>	0,25%	7	13±1,41b	0,20±0,01ab	5	10±0,95b
<i>P. fuligineum</i>	0,25%	1	11±0,00bc	0,25±0,00a	1	13±0,00a
<i>P. arboreum</i>	0,25%	1	12±0,00bc	0,18±0,00ab	-	-
<i>P. aff. divaricatum</i>	0,25%	8	13±2,10b	0,20±0,02ab	7	13±3,15a
<i>P. hispidum</i>	0,50%	2	15±1,05b	0,17±0,02b	-	-
<i>P. marginatum</i>	0,50%	6	14±1,96b	0,19±0,03b	6	11±1,86a
<i>P. fuligineum</i>	0,50%	5	14±2,62b	0,17±0,02b	4	11±0,50a
<i>P. arboreum</i>	0,50%	1	12±0,00bc	0,24±0,00a	1	12±0,00a
<i>P. aff. divaricatum</i>	0,50%	2	12±0,00bc	0,24±0,02a	2	11±0,00a
<i>P. hispidum</i>	1%	1	17±0,00b	0,20±0,00b	1	11±0,00a
<i>P. marginatum</i>	1%	3	14±0,44c	0,20±0,01b	1	11±0,00a

*Médias seguidas por letras diferentes significativamente entre si pelo teste de Tukey ($P \leq 0,05$). Nota: Os parâmetros dos indivíduos submetidos a concentração 1% de *P. fuligineum*, *P. marginatum*, *P. arboreum*, *P. aff. divaricatum*, concentrações 2% e 4% não foram avaliados pois os indivíduos sobreviventes até 96 horas, vieram a óbito posteriormente não conseguiram empupar nem completar seu desenvolvimento.

Das 375 lagartas expostas aos OEs de *Piper*, cerca de 11,73% (n=44) empuparam e apenas 9,06% (n=34) conseguiram completar seu desenvolvimento, tornando-se adultos. No entanto, os indivíduos expostos aos controles positivos não conseguiram completar seu desenvolvimento após a fase larval.

Foi evidenciado que 33,33% (n=2) dos adultos sobreviventes de *P. hispidum* nas concentrações 0,25% e 0,50% apresentavam algum tipo de deformidade. As deformidades observadas incluíram mariposas parcialmente aderidas ao tegumento da pupa (Figura 12-A e C) e formato irregular das asas (Figura 12-B).

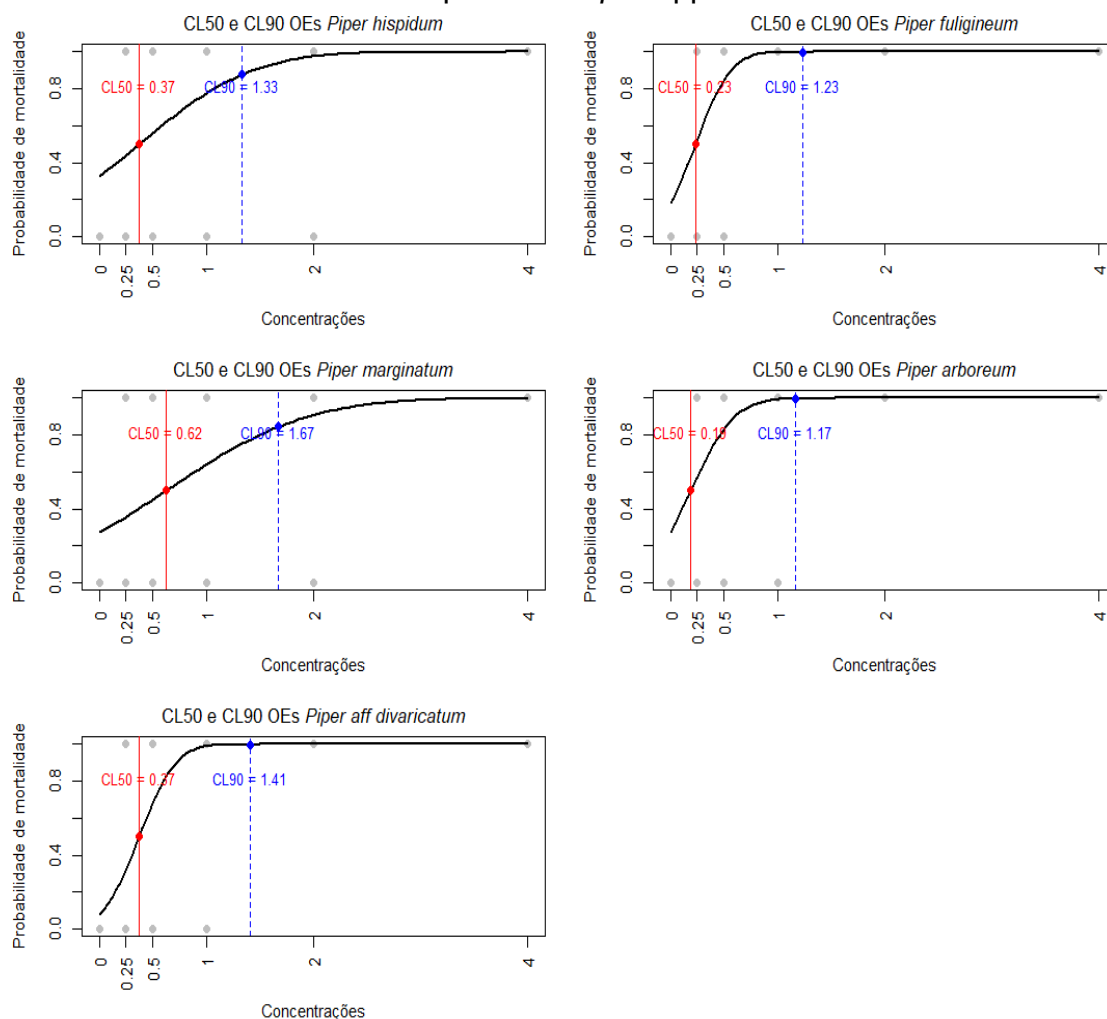
Figura 12. Deformidades observadas nos adultos de *Spodoptera frugiperda* após contato na fase larval com os óleos essenciais de *Piper* spp.



A: Adulto submetido na fase larval ao tratamento controle; B: Adulto submetido na fase larval ao OEs de *P. hispidum* 0,25%; C: Adulto submetido na fase larval ao OEs de *P. arboreum* 0,50; D: Adulto submetido na fase larval ao OEs de *P. aff. divaricatum* 0,25%, E: Adulto submetido na fase larval ao OEs de *P. fuligineum* 0,50%, F: Adulto submetido na fase larval ao OEs de *P. marginatum* 1%.
Fonte: Rezende (2023).

A CL_{50} variou entre os OEs de 0,19% (*P. arboreum*) a 0,62% (*P. marginatum*), já a CL_{90} variou de 1,17% para *P. arboreum* a 1,67% para *P. marginatum*, representando um aumento superior a 6 vezes e 2,7 vezes, respectivamente, em comparação com a CL_{50} (Figura 13). Essas medidas são cruciais para entender o grau de toxicidade de uma substância e determinar os níveis seguros de exposição em ambientes naturais, industriais ou agrícolas. No caso dos inseticidas espinetoram e chlorantraniliprole, as dosagens máxima e mínima já estão preestabelecidas em bula, cujos efeitos já foram testados e avaliados em diferentes condições e organismos.

Figura 13. Análise Probit para estimativa de CL₅₀ e CL₉₀ dos óleos essenciais das cinco espécie de *Piper* spp.



Fonte: Rezende (2023).

5 DISCUSSÃO

Os OEs configuram como opções de manejo biorracional interessantes por geralmente serem produtos mais baratos, ambientalmente amigáveis e substitutos ou adjuvantes de inseticidas sintéticos (Isman, 2000). Aqui, demonstramos evidências de que aplicações de OEs de *Piper* spp. não apenas afetam negativamente o desenvolvimento embrionário e larval de *S. frugiperda*, mas também foram capazes de causarem efeitos subletais em lagartas sobreviventes aos tratamentos.

Os OEs de *Piper* spp. são misturas naturais complexas que contêm dezenas de constituintes com dois ou três componentes principais (Krinski *et al.*, 2016; Mgbeahuruike *et al.*, 2017; Souza *et al.*, 2020; Ayres *et al.*, 2021). Neste estudo, o perfil químico destes OEs foi determinado qualitativa e quantitativamente pela

aplicação da técnica de GC-MS e FID, respectivamente.

As análises fitoquímicas detectaram 68 constituintes, onde nos quais, os majoritários encontrados pertencem às classes de sesquiterpênicos hidrocarbonetos (germacreno D, (*E*)-*cariofileno*, biciclogermacreno), sesquiterpenos oxigenados (neo-intermedeol, α -cadinol) e arilpropanóides (miristicina e 3,4-metilenodioxipropiofenona). Essas classes representam a maioria dos constituintes publicados na literatura para plantas do gênero *Piper* (Ferraz *et al.*, 2010; Silva *et al.*, 2016; Paz *et al.*, 2017; Ayres *et al.*, 2021). No entanto, diferenças quantitativas nos já reportados, como germacreno D, (*E*)-*cariofileno*, biciclogermacreno, neo-intermedeol, α -cadinol, miristicina e 3,4-metilenodioxipropiofenona (Camargo, 2018; Krinski *et al.*, 2018; Souza *et al.*, 2020; Ayres *et al.*, 2021), foram verificadas. Provavelmente, as modificações na composição química dos OEs de *Piper* spp. analisados justificam-se pela sazonalidade, ontogenia, atividade dos polinizadores, condições edafoclimáticas e genéticas das plantas (Afshar *et al.*, 2017).

É consenso que a bioatividade dos OEs depende dos constituintes químicos encontrados nas amostras e de suas proporções. Alguns sesquiterpenos, como germacreno D, (*E*)-*cariofileno* e biciclogermacreno são relatados com ação inseticida em diferentes ordens de artrópodes-praga (Sobrinho *et al.*, 2021; Ayres *et al.*, 2021). Enquanto que a miristicina é um arilpropanóide que demonstrou toxicidade de contato em lagartas de lepidópteros desfolhadores como *Amyelois transitella* (Lepidoptera: Pyralidae) (Niu *et al.*, 2012), *Pseudaletia unipuncta* (Lepidoptera: Noctuidae) (Passreiter *et al.*, 2005), *Spilarctia obliqua* (Lepidoptera: Erebidae) (Srivastava *et al.*, 2001) e *Trichoplusia ni* (Lepidoptera: Noctuidae) (Afshar *et al.*, 2017). Da mesma forma, foi demonstrado que os OEs exibem interações dos constituintes de maneira sinérgica ou aditiva, proporcionando aumento na eficácia das formulações (Akhtar *et al.*, 2012; Tak *et al.* 2015, 2016; Afshar *et al.*, 2017).

A toxicidade dos OEs de *Piper* spp. contra lepidópteros de importância agrícola já foi relatada, inclusive para *S. frugiperda* (Lima *et al.*, 2009; Dutra 2019; Dutra *et al.*, 2020), porém, tais estudos focaram somente em indivíduos adultos, quase sempre desconsiderando os estágios imaturos. Assim, é extremamente importante para o MIP de *S. frugiperda* suprimir os insetos antes que causem danos às lavouras, nos primeiros ínstares e se possível, durante a fase embrionária. Nesse sentido, os OEs de *Piper*, utilizados nesse trabalho, comprometem a integridade dos ovos de *S. frugiperda*.

Considerando que essas espécies vegetais compartilham constituintes químicos comuns, isto pode ter auxiliado no desencadeamento de alterações morfológicas parecidas nos ovos. É relatado que a ação ovicida está relacionada à capacidade de penetração das substâncias presentes nos OEs pelas micrópilas, interferindo na oxigenação e no desenvolvimento do embrião (Beament, 1949). Outra característica observada foram as lagartas mortas após rompimento do córion, haja vista que ao saírem dos ovos e se alimentarem da fina camada proteica podem ser contaminadas com os resíduos dos OEs (Cruz, 1995).

Os OEs de *P. aff. divaricatum* (1%), *P. arboreum* e *P. marginatum* na concentração 0,50% destacaram-se, causando entre 89,33 - 99,33% de ovos inviáveis. Vale ressaltar que, tais resultados são promissores, pois é indicado que para os produtos atingirem a eficácia como ovicidas devem inibir a eclosão de pelo menos 75% dos ovos dos insetos (Picollo e Zerba, 1997). Até então há poucos trabalhos relacionados ao efeito ovicida de OEs de Piperáceas (Krinski *et al.*, 2018). Porém, semelhantes resultados em relação ao potencial ovicida, larvicida e antialimentar do OE de *P. divaricatum*, sobre *S. frugiperda*, foram publicados, sendo o safrol a principal substância associada à sua toxicidade (Gomes da Camara, 2022). Este arilpropanóide também presente em *P. aduncum* foi tóxico à fase embrionária de *S. frugiperda* (Nascimento, 2016), interrompendo o desenvolvimento do embrião e reduzindo tanto a sobrevivência como a eclosão de lagartas dos ovos (Santos *et al.*, 2012).

Neste estudo, as amostras analisadas não possuíam safrol, mas outros derivados de arilpropanóide majoritários, como a miristicina e 3,4-metilenodioxipropiofenona. Isto indica que a estereoquímica das subfamílias dos arilpropanóides que contém anel aromático e cadeia lateral de grupo propil pode ser muito importante, no que diz respeito à sua atividade inseticida em lepidópteros praga (Srivastava *et al.*, 2001; Afshar *et al.*, 2017; Pengsook *et al.*, 2020). No gênero *Piper* também se verifica a abundância de substâncias terpênicas (Mgbeahurike *et al.*, 2017; Krinski *et al.*, 2018; Souza *et al.*, 2020). Desse modo, a toxicidade do OE de *P. marginatum* rico em sesquiterpenos a *S. frugiperda* foi evidenciada nas concentrações 1, 50, 500, 8.000 e 1.700 ppm, revelando através de microscopia eletrônica a malformação dos ovos, desintegração do córion e da membrana da gema (Guedes *et al.*, 2020).

Com relação ao bioensaio de contato em superfície contaminada, verificamos que as lagartas de 3º ínstar absorveram os compostos pelo tegumento. Mossa *et al.*

(2016) e Stamm *et al.*, (2021) relatam que devido a natureza apolar da cutícula do inseto, composta principalmente de hidrocarbonetos alifáticos, quitina e ceras, esta pode favorecer a entrada de compostos lipofílicos presentes nos OEs, ocasionando essa intoxicação. Além disso, de acordo com Simon (2011), geralmente as fases de ovo e pupa podem ser menos suscetíveis do que os estágios ativos (lagartas e adultos). Esse comportamento se deve ao maior contato direto entre o produto e o tegumento do inseto (Gomes da Camara *et al.*, 2022).

Quanto a agitação das lagartas após a exposição aos OEs, tal comportamento também foi evidenciado por Nascimento (2016), nas maiores concentrações dos óleos de *P. aduncum* e *P. divaricatum*, em que além da agitação, apresentaram convulsões e em seguida, efeito *knock-down*, remetendo a prováveis alterações no sistema nervoso.

Lees e Burt (1988) destacam que os compostos presentes nas Piperaceae apresentam ação neurotóxica causada pelas piperamidas, além disso, as amidas lipídicas são capazes de desempenhar mecanismo semelhante à ação dos piretróides. Pitta (2010), destaca o composto monoterpene como um inibidor competitivo da acetilcolinesterase, portanto, ocasiona acúmulo da acetilcolina na sinapse, causando hiperexcitabilidade devido à transmissão descontrolada dos impulsos nervosos (síndrome colinérgica), ocasionando a paralisação dos músculos, impedindo a respiração e provocando a morte.

Já o escurecimento e inchaço das lagartas expostas se devem ao processo de necrose das células, e, de acordo com Brown (1982), neste processo, as células perdem a capacidade de regulação osmótica, então a membrana plasmática se rompe ocorrendo extravasamento do conteúdo citoplasmático.

Outra evidência da toxicidade dos OEs das espécies de *Piper* testadas foi a mortalidade durante a ecdise, onde a maioria das lagartas não conseguiu liberar totalmente a exúvia e a cápsula cefálica. Essa limitação se deve a aleloquímicos presentes nos OEs, os quais promovem a redução dos níveis de ecdisona, hormônio que atua na liberação do exoesqueleto na muda. Situações semelhantes foram evidenciadas por Mordue e Nisbet (2000) em insetos intoxicados por azadiractina.

Observamos lagartas sobreviventes que não empuparam, como representado na Figura 10-H, possivelmente isso ocorreu devido a alguns compostos inseticidas agirem como regulador de crescimento, inibindo a síntese bioquímica da quitina, que é o principal componente do exoesqueleto (cutícula) do inseto. Soares (2018),

destaca que essa exigência de quitina é maior durante o processo de muda e quando as lagartas entram neste processo, ficam incapazes de sintetizar a cutícula e morrem em poucos dias.

Ribeiro, Assante e Vendramim (2016), ao avaliarem o efeito do extrato etanólico de sementes de *Annona mucosa* no desenvolvimento e comportamento alimentar de *S. frugiperda*, também verificaram a retenção da carapaça frontal da pupa e malformações das asas anteriores e posteriores dos adultos, associando esses efeitos a compostos que interferem na atividade hormonal.

Apesar da troca de ínstares ser um processo fisiológico da lagarta, além de contribuir para seu desenvolvimento e crescimento, proporciona a desintoxicação do organismo, o qual pode ter absorvido alguma substância nociva. Segundo Gallo *et al.*

(2002), alguns inseticidas fisiológicos conhecidos como agonistas de ecdisteroides utilizam da estratégia de sobrecarregar a síntese de quitina, levando o inseto à morte.

Processo semelhante a ação agonista pode ter acontecido com as lagartas sobreviventes submetidas a concentrações 0,25% dos OEs de *P. aff. divaricatum* e *P. arboreum*, os quais acarretaram elevados índices de mortalidade, no entanto, as lagartas sobreviventes, comparadas ao controle, apresentaram menor tempo médio para empupar, possivelmente acelerando sua troca de ínstares.

Os insetos quando submetidos a um tipo de estresse, seja por variação de temperatura, subdoses de inseticidas, dentre outros, têm processos fisiológicos ativados para conseguir superar essa adversidade, de forma que o metabolismo energético compense o estresse sofrido (Almirzaee; Khajehali; Van Leeuwen, 2023). Esse processo pode estar relacionado com a indução de enzimas de detoxificação, como exemplo o citocromo P450, uma enzima importante nas vias de biossíntese e degradação de compostos, onde em lepidópteros, essa desintoxicação é tão ativa que o inseticida não alcança seu alvo molecular pois é metabolizado e degradado por estas enzimas (Cutler *et al.*, 2022; Gong *et al.*, 2023).

Já Silva (2018), constatou que o extrato de *P. hispidum* ao ser adicionado a dieta de *S. frugiperda* ocasionou aumento da fase larval e pupal, além da redução do peso das pupas e também do número de ovos viáveis ovipositados pelas fêmeas. Mesmo não obtendo os mesmos resultados que Silva (2018), os autores Simões e Spitzer (2002) e Andrade *et al.* (2010) destacam que a composição química do OEs extraídos de uma mesma espécie e parte vegetal, pode variar significativamente de acordo com a região, época de coleta, condições climáticas e de solo, interferindo no

seu modo de ação.

Os danos causados por exposição a extratos botânicos e derivados envolvem modificações fisiológicas nos insetos, alterando a duração dos ínstaes, tamanho e peso das pupas, gerando adultos menores ou inférteis, interferindo na razão sexual, na longevidade dos adultos, no número de gerações e na oviposição (Milano *et al.*, 2010; Cruz *et al.*, 2016; Gorri, 2018), sendo possível a ocorrência de inúmeros efeitos sub-letais.

Segundo Silva *et al.* (2005), plantas com potencial bioinseticida devem causar uma mortalidade superior a 40%. Durante as 72 horas após a exposição das lagartas de 3º ínstar, todos os OEs das espécies de *Piper* testadas neste trabalho atingiram esse nível de controle.

O fato do OE de *P. fuligineum* ter ocasionado maior mortalidade na concentração 0,25% do que na 0,50% é descrito como efeito hormese. Esse efeito diz respeito a um comportamento bifásico de uma substância, no qual uma resposta do organismo é estimulada por baixas doses de um composto, mas inibida por altas doses desse mesmo composto (Jusselino Filho, 2002). Isso já foi evidenciado para essa espécie e outras espécies de *Piper*, como os OEs extraído de frutos de *P. fuligineum* (Pinheiro; Rezende; Krinski, 2022), *P. aduncum* e *P. tuberculatum* Jacq em ovos do percevejo-do-colmo do arroz *Tibraca limbativentris* Stal (Pentatomidae) (Krinski, 2014).

As concentrações de 0,25% e 0,50% que desempenharam mortalidades equivalentes as maiores concentrações 2% e 4% como nos OEs de *P. hispidum*, *P. arborem* e *P. aff. divaricatum* destacaram-se como um fator importante, pois futuras formulações podem ter como base a utilização de dosagens menores, gerando a redução de custos e mantendo a eficiência da ação inseticida.

De acordo com Gallo *et al.* (2002), entre as vantagens da utilização de inseticidas botânicos, deve-se ressaltar a menor probabilidade de desenvolvimento de resistência do inseto, devido a coevolução, já que a produção de substâncias de ação inseticida ocorre em resposta a um ataque patogênico no vegetal. Além do mais, substâncias extraídas de plantas com atividades inseticidas podem ser renováveis, facilmente degradáveis e de baixo impacto ao meio ambiente, além de serem mais seguras aos seus operadores e conterem baixo valor agregado, tornando-se uma perspectiva promissora para o setor agrícola (Oliveira *et al.*, 2007).

Com relação à extração de matéria prima para produção de OEs, Bizo e

Rezende (2022), destacam que o estabelecimento de sistemas de produção sustentáveis como fonte de matérias-primas para esse setor, forneceria geração de renda para as populações locais, sendo uma estratégia válida para a preservação da biodiversidade brasileira.

É importante salientar que, para garantir a manutenção e atuação de inimigos naturais em agroecossistemas, preconiza-se o uso de produtos inseticidas, o qual reduza entre 70 e 80% da população da praga, a fim de que esta não atinja o nível de dano econômico e que os serviços ecossistêmicos de controle biológico não sejam perdidos. Novas formulações com nanotecnologia podem oferecer inúmeras vantagens, através do encapsulamento de OEs, proporcionando sua ação em campo de forma controlada e mais estável, criando uma perspectiva considerável se comparadas às formulações de inseticidas sintéticos comerciais.

Os autores Belay *et al.* (2012), obtiveram resultados semelhantes a esta pesquisa, ao avaliarem os efeitos de diferentes inseticidas, realizando pulverização direta sobre lagartas de terceiro ínstar, obtendo 80% de mortalidade nos tratamentos com clorantianiliprole, flubendamide, espinosade, indoxacarbe e fenvalerato 96 horas após a aplicação.

Os inseticidas espinetoram e chlorantraniliprole, utilizados como tratamentos controle positivos, também foram eficazes contra *S. frugiperda* em experimentos realizados na Índia, sobre lagartas de segundo ínstar pelo método de imersão de folhas (Deshmukh *et al.*, 2020). Resultados de experimentos, conduzidos no Núcleo de Bioeficiência em Climas Temperados da Embrapa no Brasil, evidenciaram alta mortalidade de *S. frugiperda* contaminadas com estes inseticidas, independente dos instares larvais do inseto (Fernandes *et al.*, 2019).

As espécies que se destacaram com relação às concentrações letais CL_{50} e CL_{90} foram *P. arboreum* e *P. hispidum*. Autores como Siddiqui *et al.* (2022) e Mello (2022), destacam a importância da estimativa das concentrações letais devido à utilização de hiperdoses e subdoses de inseticidas, que podem propiciar uma pressão de seleção de populações de insetos resistentes, levando em consideração que se o produto não for usado em sua dose letal, não ocasionará a morte da praga, embora o ingrediente ativo do inseticida entrará em contato com o inseto, ativando enzimas de desintoxicação, que são capazes de degradar as moléculas ou modificar o sítio de ação no qual o ingrediente ativo deixará de atuar a exemplo as esterases.

6 CONCLUSÃO

Os OEs das espécies *P. arboreum*, *P. marginatum*, *P. hispidum*, *P. aff. divaricatum* e *P. fuligineum* são promissores para o controle de *S. frugiperda* com resultados equivalentes aos inseticidas comerciais espinetoram e chlorantraniliprole, sendo observadas, nos bioensaios em laboratório, a inviabilidade de ovos e mortalidade larval.

O óleo essencial da espécie *P. marginatum* apresentou os melhores resultados em concentrações mais baixas (0,25% e 0,50%), com inviabilização dos ovos variando entre 72% e 99,33. No bioensaio larvicida, os OEs de *P. arboreum* (0,25%) e *P. aff. divaricatum* (0,50%) foram os que se destacaram no quesito tempo, concentração e mortalidade, promovendo 86% de mortalidade em até três horas após a exposição.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando-se que o estado de Mato Grosso abriga três importantes Biomas (Pantanal, Cerrado e Amazônia) circunscritos em três bacias hidrográficas e que configura como um grande produtor agrícola, principalmente de *commodities*, pesquisas que favoreçam o controle de insetos praga, a preservação da fauna benéfica e reduzam os prejuízos econômicos e ambientais são de suma relevância. Além disso, nosso estudo amplia o conhecimento sobre as espécies de *Piper* da região e demonstra potencial para bioprospecção de novas moléculas inseticidas.

Para estudos futuros, sugere-se que pesquisas em semicampo e campo sejam realizadas com estes mesmos OEs para comprovar a efetividade observada em laboratório. Além disso, espera-se que essas espécies sirvam como base para novas formulações, seja de forma sinérgica ou *in natura*, a partir da implementação de sistemas de produção sustentáveis para extração dos compostos.

Por fim, pesquisadores da área de química e bioquímica, podem se embasar neste trabalho para realização de estudos que propiciem a utilização destes OEs com o intuito de síntese e produção de produtos seletivos para o controle de *S. frugiperda* e diversas outras pragas de importância econômica.

8 REFERÊNCIAS

- ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass Spectroscopy 5th edn. **Texensis Publishing**, New York, 2017).
- AFSHAR, F. H. *et al.* Comparative toxicity of *Helosciadium nodiflorum* essential oils and combinations of their main constituents against the cabbage looper, *Trichoplusia ni* (Lepidoptera). **Industrial Crops and Products**, v. 98, p. 46-52, 2017.
- AKHTAR, Y. *et al.* Effect of chemical complexity of essential oils on feeding deterrence in larvae of the cabbage looper. **Physiological Entomology**, v. 37, n. 1, p. 81-91, 2012.
- AKUTSE, K. S. *et al.* Combining insect pathogenic fungi and a pheromone trap for sustainable management of the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Invertebrate Pathology**, v. 177, 2020.
- ANDRADE, A. M. *et al.* Preliminary study on the anti-inflammatory and antioxidant activities of the leave extract of *Hyptis fruticosa* Salzm. ex Benth., Lamiaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, p. 962-968, 2010.
- ALBIERO, A. LM. *et al.* Morfoanatomia dos órgãos vegetativos de *Piper hispidum* Sw. (Piperaceae). **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16, p. 379-391, 2006.
- ALIMIRZAEI, S., KHAJEHALI, J., VAN LEEUWEN, T. Hormetic effects of neonicotinoid insecticides on *Rhizoglyphus robini* (Acari: Acaridae). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 192, p. 105396, 2023.
- AYRES, V. F. S. *et al.* Chemical composition and insecticidal activity of the essential oils of *Piper marginatum*, *Piper callosum* and *Vitex agnus-castus*. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 93, 2021.
- BATEMAN, M. L. *et al.* Assessment of potential biopesticide options for managing fall armyworm (*Spodoptera frugiperda*) in Africa. **Journal of applied entomology**, v. 142, n. 9, p. 805-819, 2018.
- BEAMENT, J. W. L. The Penetration of Insect Egg-shells: II. —The Properties and Permeability of Sub-chorial Membranes during Development of *Rhodnius prolixus*, Stål. **Bulletin of Entomological Research**, v. 39, n. 4, p. 467-488, 1949.
- BELAY, D., K.; HUCKABA, R., M.; FOSTER, J. E. Susceptibility of the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae), at Santa Isabel, Puerto Rico, to different insecticides. **Florida Entomologist**. v. 95, n. 2, p. 476 - 478, 2012.
- BEZERRA, G. B.; RAMOS, C. S. Perfil químico biomonitorado das folhas de *Piper marginatum* durante a ontogenia. **Revista Virtual de Química**, v. 13, n. 1, p. 260-9, 2021.

BIZZO, H. R.; HOVELL, A. M. C.; REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química nova**, v. 32, p. 588-594, 2009.

BROWN, B. E. The form and function of metal-containing 'granules' in invertebrate tissues. **Biological Reviews**, v. 57, n. 4, p. 621-667, 1982.

CAMARGO, R. G. **Variação sazonal e regional dos óleos essenciais de *Piper marginatum* Jacq (Piperaceae)**. 2018. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal do Paraná, 2018.

CORDOVA, D. *et al.* Anthranilic diamides: a new class of insecticides with a novel mode of action, ryanodine receptor activation. **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 84, n. 3, p. 196-214, 2006.

CRUZ, I. A lagarta-do-cartucho na cultura do milho. Sete Lagoas: EMBRAPA CNPMS, 1995. 45p (EMBRAPA-CNPMS: Circular Técnica, 21).

CRUZ, G. S. *et al.* Sublethal effects of essential oils from *Eucalyptus staigeriana* (Myrtales: Myrtaceae), *Ocimum gratissimum* (Lamiales: Lamiaceae), and *Foeniculum vulgare* (Apiales: Apiaceae) on the biology of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Economic Entomology**, v. 109, n. 2, p. 660-666, 2016.

CUTLER, G. C. *et al.* Hormesis and insects: Effects and interactions in agroecosystems. **Science of The Total Environment**, v. 825, p. 153899, 2022.

DE OLIVEIRA, M. L. B. *et al.* O gênero *Piper* no Brasil: o estado da arte da pesquisa. **Biodiversidade**, v. 19, n. 3, 2020.

DESHMUKH, S. *et al.* Field efficacy of insecticides for management of invasive fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) on maize in India. **Florida Entomologist**, v. 103, n. 2, p. 221-227, 2020.

Direção Geral de Alimentação e Veterinária (DGAV). **Spodoptera frugiperda Orientação Técnica**. Versão 01, Lisboa, 2022. Disponível em: <https://www.dgav.pt/wpcontent/uploads/2022/10/OT_S.frugiperda_compressed_compressed.pdf>. Acesso em 30 de outubro de 2023.

DUTRA, K. A. *et al.* Morphological and immunohistochemical study of the midgut and fat body of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: noctuidae) treated with essential oils of the genus *Piper*. **Biotechnic & Histochemistry**, v. 94, n. 7, p. 498-513, 2019.

DUTRA, K. *et al.* Toxicity of essential oils of leaves of plants from the genus *Piper* with influence on the nutritional parameters of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 23, n. 2, p. 213-229, 2020.

DHIFI, W. *et al.* Essential oils' chemical characterization and investigation of some

biological activities: A critical review. **Medicines**, v. 3, n. 4, p. 25, 2016.

FACUNDO, V. A. *et al.* Constituintes químicos fixos e voláteis dos talos e frutos de *Piper tuberculatum* Jacq. e das raízes de *P. hispidum* H. B. K. **Acta Amazônica**, v. 38, n. 4, p. 733 – 742, 2008.

FARIAS, J. R. *et al.* Resistência desenvolvida em campo ao milho Cry1F por *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) no Brasil. **Proteção de culturas**, v. 64, p. 150-158, 2014.

FERRAZ, A. B. F.B. *et al.* Acaricidal activity and chemical composition of the essential oil from three *Piper* species. **Parasitology Research**, v. 107, p. 243-248, 2010.

FERNANDES, F. O. *et al.* Efficacy of insecticides against *Spodoptera frugiperda* (Smith, 1797). **Journal of Agricultural Science**, v. 11, n. 1, p. 494-503, 2019.

FIGUEIREDO, C. S. *et al.* Synergism of the *Bacillus thuringiensis* Cry1, Cry2, and Vip3 proteins in *Spodoptera frugiperda* control. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 188, n. 3, p. 798-809, 2019.

JUSSELINO FILHO, P. **Hormese: um pouco de algo perigoso pode ser bom.** 2002. 60 f. Tese (Doutorado em Entomologia) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2002.

GALLO, D. *et al.* Entomologia agrícola. In: **Entomologia agrícola**. 2002. p. 920-920.

GUEDES, C. A. *et al.* Evaluation of *Piper marginatum* (Piperales: Piperaceae) oil and geraniol on the embryonic development of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in comparison to formulated products. **Journal of economic entomology**, v. 113, n. 1, p. 239-248, 2020.

GUIMARÃES, E. F.; GIORDANO, L. C. S. Piperaceae do nordeste brasileiro I: Estado do Ceará. **Rodriguésia**, v.55, p. 21-46, 2004.

GUIMARÃES, E. F. *et al.* **Piperaceae in lista de espécies da flora do Brasil.** Jardim Botânico do Rio de Janeiro, 2015. Disponível em: <<http://floradobrasil2015.jbrj.gov.br/FB12772>>. Acessado em: 30 de outubro de 2023.

GOMES DA CAMARA, C. A. *et al.* Larvicidal, ovicidal and antifeedant activities of essential oils and constituents against *Spodoptera frugiperda*. **Archives of Phytopathology and Plant Protection**, v. 55, n. 7, p. 851-873, 2022.

GONÇALVES, D. da C. *et al.* Manejo da lagarta-do-cartucho do milho (*Spodoptera frugiperda*): panorama geral das atualizações no controle alternativo. 2021.

GONG, Y. *et al.* Transgenerational hormesis effects of nitenpyram on fitness and insecticide tolerance/resistance of *Nilaparvata lugens*. **Journal of Pest Science**, v. 96, n. 1, p. 161-180, 2023.

GORRI, J. E. R. Prospecção de extratos botânicos no controle de *Spodoptera frugiperda*. 2018. 29 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia - Produção Vegetal) - Universidade Federal de Viçosa, Rio Paranaíba. 2018.

GREENE, G. L.; LEPLA, N. C.; DICKERSON, W. A. Velvetbean caterpillar: a rearing procedure and artificial medium. **Journal of Economic Entomology**, v.69, p.487-488, 1976.

HUANG, F. *et al.* Resistência a *Cry1F* na lagarta do funil do cartucho *Spodoptera frugiperda*: gene único versus milho Bt piramidado. **PloS um**, v. 11, p. e112958, 2014.

HARRISON, R. D. *et al.* Agro-ecological options for fall armyworm (*Spodoptera frugiperda* JE Smith) management: Providing low-cost, smallholder friendly solutions to an invasive pest. **Journal of Environmental Management**, v. 243, p. 318-330, 2019.

HUANG, K. *et al.* Recent advances in the biochemistry of spinosyns. **Applied microbiology and biotechnology**, v. 82, p. 13-23, 2009.

HUMMELBRUNNER, L. A.; ISMAN, M. B. Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpenoid essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). **Journal of Agricultural and food chemistry**, v. 49, n. 2, p. 715-720, 2001.

IRAC (Insecticide Resistance Action Committee). IRAC Mode of Action Classification Scheme. v. 8, n. 4, mai. 2018. Disponível em: <
<http://www.iraconline.org/documents/moa-classification/>>. Acesso em: 26 de fevereiro de 2024.

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

JING, W. A. N. *et al.* Biology, invasion and management of the agricultural invader: Fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Journal of Integrative Agriculture**, v. 20, n. 3, p. 646-663, 2021.

KRINSKI, D. **Artrópodes associados ao arroz de terras altas, *Oryza sativa*, em Novo Progresso, estado do Pará: níveis de danos e estratégias para manejo.** (Doutorado em Ciências -Zoologia, Universidade Federal do Paraná), 2014.

KRINSKI, D.; FOERSTER, L. A. Toxicity of essential oils from leaves of Piperaceae species in rice stalk stink bug eggs, *Tibraca limbativentris* (Hemiptera: Pentatomidae). **Ciência e Agrotecnologia**, v. 40, p. 676-687, 2016.

KRINSKI, D.; FOERSTER, L. A.; DESCHAMPS, C. Ovicidal effect of the essential oils from 18 Brazilian *Piper* species: controlling *Anticarsia gemmatalis* (Lepidoptera, Erebidiae) at the initial stage of development. **Acta Scientiarum. Agronomy**, v. 40, 2018.

LEES, G.; BURT, P. E. Neurotoxic actions of a lipid amide on the cockroach nerve cord and on locust somata maintained in Short-Term culture-a novel preparation for the study of Na^+ channel pharmacology. *In: Pesticide Science*. Baffins lane chichester, W Sussex, England PO19 1UD: John Wiley & Sons LTD, 1988. p. 189-191.

MGBEAHURUIKE, E. E. *et al.* Bioactive compounds from medicinal plants: Focus on *Piper* species. **South African Journal of Botany**, v. 112, p. 54-69, 2017.

MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento). Disponível em: <https://agrofit.agricultura.gov.br/agrofit_cons/principal_agrofit_cons> Acessado em: 26 de fevereiro de 2024.

MARQUES, L. **Espinosinas: mecanismo de ação e características**. 2018. Disponível em:< <https://elevagro.com/blog/espinosinas-mecanismo-de-acao-e-caracteristicas/> > Acessado em: 26 de fevereiro de 2024.

MAZZEU, B. F. **Estudo de aspectos químicos, biológicos e biossintéticos em *Piper fuliginum* Kunth (Piperaceae)**. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista, 2014.

MAZZEU, B. F. *et al.* Kavalactonas e derivados do ácido benzóico das folhas de *Piper fuliginum* Kunth (Piperaceae). **Revista da Sociedade Brasileira de Química**, v. 29, p. 1286-1290, 2018.

MELO, A.; GUIMARÃES, E. F.; ALVES, M. Piperaceae do Parque Nacional do Viruá, Caracaraí, Roraima, Brasil. **Rodriguésia**, v. 65, p. 455-470, 2014.

MORDUE, A. J.; NISBET, A. J. Azadirachtin from the neem tree *Azadirachta indica*: its action against insects. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, Jaboticabal, v. 29, n. 4, p. 615-632, dez. 2000.

MOREIRA, H. J. C.; ARAGÃO, F. D. Manual de pragas do milho, Campinas: FMC, 2009. 132 p.

MOSSA, A. T. H. Pesticidas verdes: óleos essenciais como biopesticidas no manejo de insetos-pragas. **Revista de Ciência e Tecnologia Ambiental**, v. 9, n. 5, pág. 354, 2016.

MONTEIRO, D. Flora of the canga of the Serra dos Carajás, Pará, Brazil: Piperaceae. **Rodriguésia**, v. 69, p. 1285-1309, 2018.

MILANO, P. *et al.* Efeito da alimentação da fase adulta na reprodução e longevidade de espécies de Noctuidae, Crambidae, Tortricidae e Elachistidae. **Neotropical Entomology**, v. 39, p. 172-180, 2010.

NASCIMENTO, K. M. **Composição química e atividade antifúngica dos óleos essenciais de espécies de *Piper* frente a cepas de *Candida* spp.** Dissertação de mestrado, Universidade Estadual do Ceará, 2011.

NASCIMENTO, J. C. *et al.* Occurrence, biological activities and ¹³C NMR data of amides from *Piper* (Piperaceae). **Química Nova**, v. 35, n. 11, p. 2288-2311, 2012.

NASCIMENTO, A. F. **Atividade de óleos essenciais e compostos majoritários de plantas das famílias Piperaceae, Myrtaceae e Rutaceae sobre *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae).** 2016. 118 f. Tese (Programa de Pós-Graduação em Entomologia Agrícola) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife.

OLIVEIRA, M. S. S. *et al.* Eficiência de produtos vegetais no controle da lagarta-do-cartucho-do-milho *Spodoptera frugiperda* (JE Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae). **Ciência e Agrotecnologia**, v. 31, p. 326-331, 2007.

OLIVEIRA, M. S. *et al.* Phytochemical profile, antioxidant activity, inhibition of acetylcholinesterase and interaction mechanism of the major components of the *Piper divaricatum* essential oil obtained by supercritical CO₂. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 145, p. 74-84, 2019.

OMOTO, C. *et al.* Field-evolved resistance to Cry1Ab maize by *Spodoptera frugiperda* in Brazil. **Pest management science**, v. 72, n. 9, p. 1727-1736, 2016.

PARRA, J. R. P.; DE CARVALHO, S. M. Biologia e nutrição quantitativa de *Spodoptera frugiperda* (JE Smith, 1797) em meios artificiais compostos de diferentes variedades de feijão. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, v. 13, n. 2, p. 305-319, 1984.

PARMAR, V.S. *et al.* Phytochemistry of the genus *Piper*. **Phytochemistry**, v.46(4), p.597-673, 1997.

PAZ, R. F.; GUIMARÃES, E. F.; RAMOS, C. S. La ocurrencia de fenilpropanoides en las savias de seis especies de *Piper* (Piperaceae) de Brasil. **Gayana. Botánica**, v. 74, n. 1, p. 236-239, 2017.

PICOLLO, M. I.; ZERBA, E. Embryogenesis. *In*: R. U. CARCAVALLO; G. L. GALÍNDEZ; J. JURBERG; H. LENT, **Atlas dos vetores da Doença de Chagas nas Américas**. Fiocruz, Rio de Janeiro, p. 265-270, 1997.

PINHEIRO, K. D.; REZENDE, K. F.; KRINSKI, D. Efeito ovicida de óleo essencial de folhas e frutos de *Piper fuliginum* (Piperaceae) sobre ovos de *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera). **Journal of Education Science and Health**, v. 2, n. 3, p. 1-10, 2022.

PITTA, R. M. **Bioatividade de extratos orgânicos de meliáceas e óleos essenciais de piperáceas sobre *Rhopalosiphum maidis* (Hemiptera: Afinidade).** 2010. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

9QUEIROZ, S. Tratado de toxicologia ocupacional. 2. ed. Rio de Janeiro: **Biblioteca 24 Horas**, 2015. 554 p.

R Core Team (2022). R: A language and environment for statistical computing. **R Foundation for Statistical Computing**, Vienna, Austria. Disponível em:<<https://www.R-project.org/>>. Acesso em: 26 de fevereiro de 2024.

RUSCHEL, D. O gênero *Piper* (Piperaceae) no Rio Grande do Sul. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2004.

RAMOS, C. S.; KATO, M. J. Hydrolysis of methyl benzoate from *Piper arboreum* by *Naupactus bipes* beetle. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, 2009.

RODRIGUES DE OLIVEIRA, M. *et al.* Chemical composition and biological activities of essential oils of *Piper* species from the Amazon. **Journal of Essential Oil Research**, v. 33, n. 6, p. 536-548, 2021.

RIBEIRO, L. P.; ANSANTE, T. F.; VENDRAMIM, J. D. Efeito do extrato etanólico de sementes de *Annona mucosa* no desenvolvimento e comportamento alimentar de *Spodoptera frugiperda*. **Bragantia**, v. 75, p. 322-330, 2016.

SANTOS-AMAYA, O. F. *et al.* Resistência ao milho *Bt* duplo gene em *Spodoptera frugiperda*: Seleção, herança e resistência cruzada a outros eventos transgênicos. **Relatórios científicos**, v. 5, n. 1, p. 18243, 2015.

SANTOS, N. D. L. *et al.* Oviposition-stimulant and ovicidal activities of *Moringa oleifera* Lectin on *Aedes aegypti*. **PLOS ONE**, v. 7, n. 9, 2012.

SANTOS, G. X. *et al.* **Óleo essencial das espécies *Piper divaricatum* e *Piper callosum* e estimativa de propriedades físicas dos constituintes majoritários usando métodos de contribuição de grupos**. Trabalho de conclusão de curso, Universidade Federal do Paraná, 2020.

SOARES, W. S. **Ação de diferentes grupos químicos de inseticidas sobre o desenvolvimento embrionário, emergência de *Spodoptera frugiperda* (Smith & Abbot, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) e seletividade à Vespidae predadores**. 2018. 57 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia/Fitotecnia), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2018.

ROSA, A. P. S. A.; BARCELOS, H. T. Bioecologia e controle de *Spodoptera frugiperda* em milho. 2012.

SANTOS, M. R. A. *et al.* Atividade inseticida do extrato das folhas de *Piper hispidum* (Piperaceae) sobre a broca-do-café (*Hypothenemus hampei*). **Brazilian Journal of Botany**, v. 33, p. 319-324, 2010.

SIDDIQUI, J. A. *et al.* Comprehensive detoxification mechanism assessment of red imported fire ant (*Solenopsis invicta*) against indoxacarb. **Molecules**, v. 27, n. 3, p. 870, 2022.

SILVA, J. K. R. *et al.* Essential oil composition, antioxidant capacity and antifungal activity of *Piper divaricatum*. **Natural Product Communications**, v. 5, n. 3, p. 1934578X1000500327, 2010.

SILVA, G.; ORREGO, O.; HEPP, R.; TAPIA, M. Búsqueda de plantas com propiedades insecticidas para el control de *Sitophilus zeamais* em maiz almacenado. **Pesq. Agrop. Brasileira**, v.40, p.11-17, 2005.

SILVA, R. J. F. *et al.* Caracterização farmacognóstica de *Piper arboreum* var. *arboreum* e *P. tuberculatum* (Piperaceae). **Acta Amazonica**, 2016.

DA SILVA, J. K. R. *et al.* Phenylpropanoid-rich essential oils of *Piper* species from the Amazon and their antifungal and anti-cholinesterase activities. **Natural Product Communications**, v. 11, n. 12, p. 1934578X1601101233, 2016.

SILVA, W. C. *et al.* Atividade inseticida de *Piper aduncum* L. (Piperaceae) sobre *Aetalion* sp. (Hemiptera: Aetalionidae), praga de importância econômica no Amazonas. **Acta Amazônica**, 2007.

SILVA, J. K. R. *et al.* Antifungal activity and computational study of constituents from *Piper divaricatum* essential oil against *Fusarium* infection in black pepper. **Molecules**, v. 19, n. 11, p. 17926-17942, 2014.

SILVA, L. V. *et al.* Efeito de *Piper hispidum* (Piperaceae) sobre lagartas de *Spodoptera frugiperda* (JE Smith., 1797) (Lep.: Noctuidae) em dieta artificial. **Cadernos de Agroecologia**, v. 13, n. 2, p. 8-8, 2018.

SIMON, J. Yu. **The toxicology and biochemistry of insecticides**. CRC press, 2011.

SIMÕES, C. M. O.; SPITZER, V. **Farmacognosia: da Planta ao Medicamento**, 4^a.ed. Porto Alegre: UFRGS/ UFSC, 2002. 397- 423p.

SOBRINHO, A. C. N. *et al.* Antiviral activity on the Zika virus and larvicidal activity on the *Aedes* spp. of *Lippia alba* essential oil and β -caryophyllene. **Industrial Crops and Products**, v. 162, p. 113281, 2021.

SOUZA, M. T. *et al.* Chemical composition of essential oils of selected species of *Piper* and their insecticidal activity against *Drosophila suzukii* and *Trichopria anastrephae*. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, p. 13056-13065, 2020.

SRIVASTAVA, S. *et al.* Insecticidal activity of myristicin from *Piper mullesua*. **Pharmaceutical Biology**, v. 39, n. 3, p. 226-229, 2001.

STAMM, K. *et al.* Biomechanics of insect cuticle: an interdisciplinary experimental challenge. **Applied Physics A**, v. 127, n. 5, p. 329, 2021.

STORER, N. P. *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.

TAK, J. H.; JOVEL, E.; ISMAN, M. B. Comparative and synergistic activity of *Rosmarinus officinalis* L. essential oil constituents against the larvae and an ovarian cell line of the cabbage looper, *Trichoplusia ni* (Lepidoptera: Noctuidae). **Pest management science**, v. 72, n. 3, p. 474-480, 2016.

TAK, J. H.; JOVEL, E.; ISMAN, M. B. Contact, fumigant, and cytotoxic activities of

thyme and lemongrass essential oils against larvae and an ovarian cell line of the cabbage looper, *Trichoplusia ni*. **Journal of Pest Science**, v. 89, p. 183-193, 2016.

TEODORO, A. V. *et al.* Biologia e reconhecimento das principais lagartas-praga do milho de ocorrência no agreste e zona da mata de Alagoas, Bahia e Sergipe. 2015.

THOMPSON, G. D.; DUTTON, R.; SPARKS, T. C. Spinosad—a case study: an example from a natural products discovery programme. **Pest Management Science: formerly Pesticide Science**, v. 56, n. 8, p. 696-702, 2000.

VAN DEN DOOL, H. A. N. D.; KRATZ, P. Dec. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography. **Journal of chromatography**, 1963.

VASQUES, R. S. *et al.* Amidas antifúngicas de *Piper arboreum* e *Piper tuberculatum*. **Phytochemistry**, 2002.

VASCONCELOS, M. S. *et al.* **Avaliação da atividade farmacológica in vivo do óleo essencial da *Piper marginatum* (Piperaceae)**. 2019. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Oeste do Pará.

VALICENTE, F. H.; TUELHER, E. de S. **Controle biológico da lagarta do cartucho, *Spodoptera frugiperda*, com baculovírus**. 2009.

VALICENTE, F. H. **Manejo Integrado de Pragas na cultura do milho**. 2015.

ZHAO, Y. *et al.* Susceptibility of fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (JE Smith), to eight insecticides in China, with special reference to lambda-cyhalothrin. **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 168, 2020.