

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES BIOATIVAS DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA
FAMÍLIA RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE *Plutella xylostella*
(L.) (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)

por

TAMARA THAYS BARBOSA LEAL

(Sob Orientação do Professor Claudio Augusto Gomes da Camara - UFRPE)

RESUMO

A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (L.), causa prejuízos anuais de 1,4 bilhões de dólares para o seu controle no mundo. O uso de inseticidas sintéticos é a tática de controle mais utilizada nos programas de controle de insetos praga. O uso de tais produtos de maneira inadequada, tem como consequência o desenvolvimento de pragas resistentes, elevam os custos de produção e acarreta problemas a saúde ambiental, humana e sobre a entomofauna benéfica. Para minimizar esses problemas, vem sendo adotado métodos alternativos mais compatíveis com o meio ambiente, como os inseticidas naturais. Desta forma, esta tese teve como objetivo investigar a atividade inseticida de diferentes óleos essenciais para contribuir com o controle de *P. xylostella*. A atividade inseticida foi avaliada por meio do bioensaio de toxicidade larval, toxicidade nos ovos, deterrência alimentar e repelência, comparados com os inseticidas Decis[®] e Azamax[®]. Os resultados mostraram que óleo de *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. (CL₅₀ = 7,28 µL mL⁻¹) apresentou a maior toxicidade sobre larvas de terceiro instar. *Mentha piperita* (L.) (CL₅₀ = 1,29 µL mL⁻¹), *Mentha arvensis* (L.) (CL₅₀ = 1,63 µL mL⁻¹) e *Mentha spicata* (L.) (CL₅₀ = 2,51 µL mL⁻¹), apresentaram maior toxicidade nos ovos. *M. piperita* (DA₅₀ = 1,08 µL mL⁻¹) foi o óleo essencial mais ativo no bioensaio de deterrência alimentar. *L. cubeba*, *M. piperita* e *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) apresentaram

intensidade de repelência de alta a muito alta durante todo experimento. Os óleos essenciais estudados podem ser utilizados como agentes alternativos benéficos no manejo da *P. xylostella*.

PALAVRAS-CHAVE: Produtos naturais, inseticidas botânicos, controle alternativo, metabolismo secundário, efeito letal, efeito subletal.

RESEARCH OF BIOACTIVE PROPERTIES OF ESSENTIAL OILS OF THE FAMILY
RUTACEAE, POACEAE, LAMIACEAE AND LAURACEAE ON *Plutella xylostella* (L.)
(LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)

por

TAMARA THAYS BARBOSA LEAL

(Under the Direction of Professor Claudio Augusto Gomes da Camara - UFRPE)

ABSTRACT

The diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.), causes annual losses of \$ 1.4 billion for its control in the world. The use of synthetic insecticides is the most commonly used control tactics in pest control programs. The use of such products improperly results in the development of resistant pests, increases production costs and causes environmental and human health problems, and on beneficial entomofauna. To minimize these problems, it has been adopted alternative methods more compatible with the environment, such as natural insecticides. Thus, this thesis aimed to investigate the insecticidal activity of different essential oils to contribute to the control of *P. xylostella*. The insecticidal activity was evaluated through the bioassay of larval toxicity, eggs toxicity, food deterrence and repellency, compared with Decis® and Azamax® insecticides. The results showed that *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. oil ($LC_{50} = 7.28 \mu\text{L mL}^{-1}$) had the highest toxicity on third instar larvae. *Mentha piperita* (L.) ($LC_{50} = 1.29 \mu\text{L mL}^{-1}$), *Mentha arvensis* (L.) ($LC_{50} = 1.63 \mu\text{L mL}^{-1}$) and *Mentha spicata* (L.) ($LC_{50} = 2.51 \mu\text{L mL}^{-1}$) showed higher eggs toxicity. *M. piperita* ($FD_{50} = 1.08 \mu\text{L mL}^{-1}$) was the most active essential oil in the food deterrence bioassay. *L. cubeba*, *M. piperita* and *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) showed high to very high repellency intensity

throughout the experiment. The essential oils studied can be used as beneficial alternative agents in the management of *P. xylostella*.

KEY WORDS: Natural products, botanical insecticides, alternative control, secondary metabolism, lethal effect, sublethal effect.

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES BIOATIVAS DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA
FAMÍLIA RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE *Plutella*
xylostella (L.) (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)

por

TAMARA THAYS BARBOSA LEAL

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Entomologia Agrícola, da Universidade Federal Rural de Pernambuco, como parte dos requisitos para obtenção do grau de Doutor em Entomologia Agrícola.

RECIFE - PE

Fevereiro – 2019

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES BIOATIVAS DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA
FAMÍLIA RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE *Plutella*
xylostella (L.) (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)

por

TAMARA THAYS BARBOSA LEAL

Comitê de Orientação:

Claudio Augusto gomes da Camara – UFRPE

João Paulo Ramos de Melo – UFRPE

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES BIOATIVAS DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA
FAMÍLIA RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE *Plutella*
xylostella (L.) (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)

por

TAMARA THAYS BARBOSA LEAL

Orientador: _____
Claudio Augusto Gomes da Camara – UFRPE

Examinadores: _____
Reginaldo Barros – UFRPE

Vaneska Barbosa Monteiro – BFP/FACEPE

João Paulo Ramos de Melo – PNPD/CAPES

Wendel José Teles Pontes – UFPE

DEDICATÓRIA

A minha família pelo amor, apoio e incentivo aos estudos

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela minha vida e por ela ser tão abençoada, pela minha fé que é meu combustível e me faz superar as dificuldades e me mantém sempre em frente.

A Universidade Federal Rural de Pernambuco e ao Programa de Pós-Graduação em Entomologia Agrícola (PPGEA) pela oportunidade de realização deste curso.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de estudos.

A minha família que, mesmo distante, é a minha maior força e estímulo para continuar lutando pelos meus sonhos.

Aos meus amigos do Piauí, pelo apoio, carinho e amor, sinto-me especial.

Aos amigos que fiz aqui em Recife, que me proporcionaram muitas alegrias, guardarei para sempre em meu coração. Agradeço a Deus por ter tido a oportunidade de conhecer e morar nesta terra que me acolheu e por ter conhecido pessoas maravilhosas.

Agradeço ao meu orientador Claudio Augusto Gomes da Camara pela orientação e ensinamentos; ao meu coorientador João Paulo Ramos de Melo, pela paciência e por ser um grande apoio nessa caminhada.

Agradeço aos professores e amigos do Programa de Pós-Graduação em Entomologia Agrícola, por contribuir com a minha formação profissional e por me proporcionar momento de alegria, parceria e aprendizado.

Agradeço a todos que direta ou indiretamente contribuíram, torceram e oraram para a realização desta tese.

Muito Obrigada!

SUMÁRIO

	Página
AGRADECIMENTOS	ix
CAPÍTULOS	
1 INTRODUÇÃO	1
LITERATURA CITADA.....	7
2 TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE ESPÉCIES DA FAMÍLIA RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE <i>Plutella xylostella</i> (L.) (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)	14
RESUMO	15
ABSTRACT	16
INTRODUÇÃO.....	18
MATERIAL E MÉTODOS.....	20
RESULTADOS.....	24
DISCUSSÃO.....	26
AGRADECIMENTOS	39
LITERATURA CITADA.....	40
3 EFEITOS SUBLETAIS DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE ESPÉCIES DA FAMÍLIA RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE <i>Plutella xylostella</i> (L.) (LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)	58
RESUMO	59
ABSTRACT	60

INTRODUÇÃO.....	61
MATERIAL E MÉTODOS.....	62
RESULTADOS.....	66
DISCUSSÃO.....	69
AGRADECIMENTOS.....	74
LITERATURA CITADA.....	74
4 CONSIDERAÇÃO FINAIS.....	89

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

O Brasil é um dos principais produtores agrícolas mundiais capaz de suprir tanto o mercado nacional como internacional, esse fato o colocou como o segundo maior exportador agrícola do mundo (Hubbard *et al.* 2017). Dentre os diversos produtos comercializados no Brasil, voltados para o consumo interno, estão as brássicas. A família Brassicaceae compreende cerca de 340 gêneros e 3700 espécies, possui uma grande importância econômica, pois é cultivada e consumida no mundo (Warwick *et al.* 2006, Pedras & Yaya 2010). Essa família inclui, plantas ornamentais, plantas daninhas e culturas como a *Brassica napus* L. (colza), *Brassica oleracea* L. var. *capitata* (repolho), *Brassica oleracea* L. var. *italica* (brócolis), *Brassica rapa* L. *pekinensis* (nabo), *Brassica oleracea* L. var. *gemmifera* (couve de Bruxelas), *Brassica oleracea* L. var. *botrytis* (couve-flor), *Brassica oleracea* L. var. *acephala* (couve folha), dentre outras folhosas (Ahuja *et al.* 2010).

A presença de pragas e os prejuízos por elas ocasionados são considerados problemas importantes enfrentados pelos agricultores nos cultivos (Talekar & Shelton 1993, Furlong *et al.* 2013).

Dentre as inúmeras pragas que atacam as brássicas podem ser destacados: *Bemisia tabaci* (Gennadius) (Mosca-branca), *Brevicoryne brassicae* (Linnaeus) (Pulgão), *Ascia monuste* orseis (Linnaeus) (Curuquerê-da-couve), *Hellula phidilealis* (Walker) (Broca-da-couve), *Agrotis ipsilon* (Hufnagel) (Lagarta-rosca), *Trichoplusia ni* (Hübner) (Lagarta-mede-palmo) e *Plutella xylostella* (Linnaeus) (Traça-das-crucíferas) (Gallo *et al.* 2002).

A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (Linnaeus), é considerada praga-chave das brássicas em todo o mundo (Talekar & Shelton 1993, Verkerk & Wright 1996, Sarfraz *et al.* 2006).

Anualmente, o custo mundial para o controle de *P. xylostella* em cultura de brássicas, é de 1,4 bilhões de dólares (Furlong *et al.* 2013).

É uma praga cosmopolita, portanto é encontrada em todos os continentes. Ocorre durante todo o ano, com maior crescimento populacional nos períodos secos com temperaturas acima de 22°C. Seu ciclo de vida é curto e bastante influenciado pela temperatura, com duração entre 12 a 34 dias (Castelo Branco *et al.* 1997), em condições mais quentes, podem ter até 15 gerações por ano (Dias *et al.* 2004).

Estes microlepdópteros apresentam coloração parda. Características morfológicas podem diferenciar os machos das fêmeas, pois eles apresentam margem posterior das asas anteriores brancas e quando estas estão em repouso forma uma macha que se estende sobre o dorso (Gallo *et al.* 2002). Os ovos, de cor amarelada e formato arredondado, são depositados pelas fêmeas na parte adaxial ou abaxial das folhas, próximo as nervuras. Após eclosão das lagartas, essas passarão a alimentar-se do parênquima, formando galerias, ficando protegidas neste período. Em seguida, no segundo e terceiro instar, as lagartas abandonam as galerias e passam a se alimentar da epiderme da página inferior das folhas, e no quarto instar consomem totalmente o limbo foliar (Castelo Branco *et al.* 1997). As lagartas são de coloração verde-claras, com cabeça de cor parda, por todo o corpo há presença de pelos escuros. Na fase de pupa, as lagartas tecem um casulo, na parte inferior das folhas, constituído de pequenas malhas (Gallo *et al.* 2002). As pupas são do tipo obtecta e de coloração verde, tornando-se marrom quando aproxima o período de emergência do adulto (Castelo Branco *et al.* 1997).

As injurias causadas pela *P. xylostella*, levam a grandes problemas econômicos, acarretando na redução da produção em plantios comerciais em todo mundo e os produtos passa a perder seu valor comercial (Zalucki *et al.* 2012)

A presença de insetos praga sempre foi motivo de grande preocupação para os agricultores. O que fez dos produtos químicos sintéticos um aliado atraente para proteger as lavouras e aumentar

cada vez mais a produção (Amoabeng *et al.* 2017). Os inseticidas sintéticos podem atuar nos processos fisiológicos dos insetos, como a diminuição da capacidade reprodutiva e alimentar, regulam a metamorfose, tem ação neurotóxicas e causa danos celulares, o que interfere no estabelecimento dos insetos no campo e na sua sobrevivência (Sial *et al.* 2010, Ling & Zang 2011, Tan *et al.* 2012, Nondillo *et al.* 2014). Porém, o uso de tais produtos de maneira inadequada, como a aplicação excessiva e em épocas inapropriadas, combinações incorretas e a alta demanda por alimentos isento de injúrias têm como consequência o desenvolvimento de pragas resistentes, sendo necessária aplicação de quantidades maiores destes produtos e consequentemente diminuindo com o passar do tempo a sua eficácia (Sandur 2004, Londres 2011), além de elevar os custos de produção e acarretar problemas a saúde ambiental, humana e a entomofauna benéfica (Weinberger & Srinivasan 2009, Azevedo *et al.* 2010, Kohler & Triebkorn 2013).

Com o surgimento dos inúmeros problemas ocasionados pela utilização de produtos químicos sintéticos na agricultura convencional, fez-se necessário, a busca por uma agricultura isenta de contaminantes (EEA 2013, Carvalho 2017). A agricultura sustentável possibilita o uso dos recursos naturais, mas de modo que este não sejam prejudicados, objetivando um ecossistema equilibrado, beneficiando tanto o produtor como o consumidor (Lopes & Contini 2012). As dificuldades enfrentadas pela agricultura convencional, consequência de uma visão que sempre foi voltada apenas para os altos lucros, fizeram desta, uma agricultura incapaz de suprir as necessidades de uma população cada vez mais crescente, fazendo da agricultura sustentável essencial (Singh *et al.* 2011).

Novos métodos que podem ser usados de forma integrada com os pesticidas ou até mesmo substituí-los, vem sendo adotados. Uma alternativa mais compatível com o meio ambiente e que se tornou alvo de pesquisas são os produtos à base de materiais extraídos da natureza, como os extratos vegetais e óleos essenciais. Estes apresentam grande potencial pesticida, baixa toxicidade aos seres humanos e meio ambiente, biodegradabilidade, seletividade, diminuem os riscos do

desenvolvimento de resistência e podem ter aroma agradável (Figueiredo *et al.* 2008, Kaufman *et al.* 2010). Os inseticidas naturais além de causar mortalidade, podem interferir no metabolismo dos insetos, de modo que estes não possam se alimentar ou reproduzir (Perlatti *et al.* 2013, Sousa *et al.* 2015, Cruz *et al.* 2017).

Os óleos essenciais são misturas complexas, líquidas, voláteis, lipofílicas, geralmente odoríferas e produzidas pelo metabolismo secundário das plantas (Millezi *et al.* 2013), que não tem implicação direta no crescimento e desenvolvimento das plantas e é frequentemente sintetizado a partir de metabólitos primários (Pedras & Yaya 2010).

O metabolismo secundário possui distribuição restrita a um gênero ou espécie, onde são muitas vezes acumuladas em altas concentrações e podem apresentar alta toxicidade, frequentemente tem produção e acumulação em diferentes sítios, como nos vacúolos, em uma forma glicosídica, ou acumulam-se em estruturas secretoras especiais, por exemplo, tricomas, dutos, canais, laticíferos, entre outros (Figueiredo *et al.* 2008).

Os óleos essenciais, também conhecidos como óleos etéreos e óleos voláteis, pela facilidade em dissipar quando em contato com o ar, tem em sua composição, dezenas a centena de tipo de moléculas distintas, somente alguns óleos essenciais apresentam alta porcentagem de um único constituinte (Almeida *et al.* 2011).

Para obtenção de óleos essenciais toda a planta ou somente parte dela pode ser utilizada como as raízes e rizomas (gengibre), folhas (hortelã, orégano e eucalipto), cascas e ramos (canela, cânfora), flores (jasmim, rosa, violeta e lavanda), frutos e sementes (laranja, limão, pimenta, noz-moscada), mas dependendo da parte utilizada, a sua composição pode variar (Fornari *et al.* 2012). Sua extração pode ser realizada por diferentes métodos, tais como: arraste por vapor d'água, extração com solventes voláteis, prensagem a frio e CO₂ supercrítico (Simões & Spitzer 1999).

Na composição química dos óleos essenciais encontram-se terpenos, sendo os principais terpenos de hidrocarbonetos presentes no óleo essencial da planta, os monoterpenos, que constituem mais de 80% do óleo essencial, sesquiterpenos e fenilpropanóides. Esses metabólitos é o que atribui características organolépticas aos óleos essenciais. Derivados destes hidrocarbonetos, os terpenóides, apresentam uma grande variedade de funções químicas orgânicas (Fornari *et al.* 2012, Pimenta *et al.* 2012).

De acordo com Bakkali *et al.* (2008), são conhecidos aproximadamente 3000 óleos essenciais, sendo 300 comercialmente importantes para indústrias farmacêuticas, de cosméticos, perfumes, comidas, sanitária e agrônômica.

Segundo Regnault-Roger *et al.* (2012), com a regulamentação e a busca por segurança, o mercado de óleos essenciais, no mercado de pesticidas botânicos, é o que apresentou o maior avanço. O Brasil junto com a Índia, China e Indonésia são classificados como os maiores produtores do mundo (Pimenta *et al.* 2012).

Com um pouco mais de 46 mil espécies de plantas catalogadas, o Brasil é o país com a maior biodiversidade de plantas do planeta e de espécies endêmicas (Barreiro & Bolzani 2009, SiBBR 2018). O que estimula as pesquisas e proporciona recursos para a descoberta de novas alternativas sustentáveis para o controle de insetos praga.

A família Rutaceae, apresenta cerca de 160 gêneros e 1800 espécies, distribuída abundantemente pelos trópicos (Pfeil & Crisp 2008). Sendo as espécies botânicas do gênero *Citrus*, as mais importantes frutíferas cultivadas em todo o mundo (Biswas *et al.* 2010, Ollitrault *et al.* 2012, Carbonell-Caballero *et al.* 2015), que inclui, laranja, limão, lima, tangerina e toranja (Penjor *et al.* 2013).

As frutas do gênero *Citrus* apresentam fragrância refrescante, alto valor nutricional, capacidade de saciar a sede, vitamina C, vitaminas do complexo B e nutrientes (Ladaniya 2008).

Podendo essas serem consumidas *in natura*, na forma de sucos e ainda podem ser utilizadas para a produção de óleos essenciais (Grassi Filho *et al.* 2005; Rezzadori *et al.* 2012).

O Brasil é o maior produtor de frutas cítricas do mundo, principalmente a laranja, e também é um dos principais responsáveis pela fabricação de sucos. Os óleos essenciais produzidos no país são subprodutos da indústria de sucos (Bizzo *et al.* 2009).

O gênero *Mentha*, pertencente à família Lamiaceae, subfamília Nepetoideae e tribo Mentheae, apresenta 25 espécies de plantas que em sua maioria são herbáceas perenes. Estas são medicinais e aromáticas de grande importância mundial, popularmente conhecidas como hortelã. Seus óleos essenciais são bastante utilizados na alimentação, indústrias farmacêuticas e de cosméticos (Khanuja *et al.* 2000, Celenk *et al.* 2008, Al-Rawashdeh 2011, Shinwari *et al.* 2011).

O gênero *Cymbopogon*, pertencente à família Poaceae, apresenta cerca de 180 espécies, subespécies, variedades e subvariedades, e é proveniente de regiões tropicais e temperadas do velho mundo e Oceania (Akhila 2009). O *Cymbopogon* é um dos gêneros mais importantes quanto a produção de óleos essenciais (Padalia *et al.* 2011). Também é muito utilizado na produção de chás, suplemento medicinal, repelente de insetos, inseticida, controle da gripe, anti-inflamatório e analgésico (Avoseh *et al.* 2015).

Litsea é o gênero com maior número de espécies dentro da família das Lauraceae, são cerca de 622 espécies que podem ser encontradas na América do Sul e do Norte, Ásia, Austrália tropical e subtropical e na Nova Zelândia (Agrawal *et al.* 2011). Em diversos países o gênero *Litsea* é popular pelo seu uso medicinal, no tratamento de gripe, dores de estômago, doenças inflamatórias, contusões, entre outras doenças, além de apresentar atividades antipiréticas, analgésicas, antidiarreicas e inseticida. Os óleos essenciais que podem ser extraídos de diferentes partes como,

folhas, frutos, flor, raiz e caule, com distinção na sua composição e rendimentos, tendo como compostos principais os monoterpenos e sesquiterpenos oxigenados (Wang *et al.* 2016).

Os efeitos dos óleos essenciais, dos gêneros citados acima, contra insetos praga, têm sido estudados, demonstrando cientificamente a sua viabilidade como métodos alternativos ao uso de produtos químicos sintéticos (Jiang *et al.* 2009, Ko *et al.* 2009, Papachristos *et al.* 2009, Kuma *et al.* 2011, Benayad *et al.* 2012, França *et al.* 2012, Khani & Asglari 2012, Palazzolo *et al.* 2013, Hernandez-Lambraño *et al.* 2014, Kedia *et al.* 2014, Lima *et al.* 2014, Camara *et al.* 2015, Hernandez-Lambraño *et al.* 2015, Silva *et al.* 2016, Fouad & Camara 2017, Munyemana & Alberto 2017).

No entanto, mais estudos devem ser realizados no intuito de garantir a segurança desses óleos essenciais, antes de serem utilizados em campo. Neste contexto, o presente trabalho foi realizado com o objetivo de contribuir com o manejo integrado de *P. xylostella*, investigando a atividade inseticida de diferentes óleos essenciais sobre essa praga.

Literatura Citada

- Agrawal, N., A.S. Choudhary, M.C. Sharma & M.P. Dobhal. 2011.** Chemical constituents of plants from the genus *Litsea*. Chem. Biodivers. 8: 223-243.
- Ahuja, I., J. Rohloff & A.M. Bones. 2010.** Defence mechanisms of *Brassicaceae*: implications for plant-insect interactions and potential for integrated pest management. A review. Agron. Sustain. 30: 311-348.
- Akhila, A. 2009.** Essential oil bearing grasses: The genus *Cymbopogon*. New York, CRC Press, 239p.
- Almeida, R.N., M.F. Agra, F.N.S. Maior & D.P. de Sousa. 2011.** Essential oils and their constituents: anticonvulsant activity. Molecules 16: 2726-2742.

- Al-Rawashdeh I.M. 2011.** Molecular taxonomy among *Mentha spicata*, *Mentha longifolia* and *Ziziphora tenuior* populations using the RAPD technique. *Jordan J. Biol. Sci.* 4: 63-70.
- Amoabeng, B.W., K.P. Asare, O.P. Asare, M.B. Mochiah, I., Adama, K.O. Fening & G.M. Gurr. 2017.** Pesticides Use and Misuse in Cabbage *Brassica oleracea* var. *capitata* L. (Cruciferae) Production in Ghana: The Influence of farmer education and training. *J. Agric. Ecol. Res. Int.* 10:1-9.
- Avoseh, O., O. Oyedeji, P. Rungqu, B. Nkeh-Chungag & A. Oyedeji. 2015.** *Cymbopogon* species; ethnopharmacology, phytochemistry and the pharmacological importance. *Molecules* 20: 7438-7453
- Azevedo, F.R., J.A. Guimarães, A.A.F. Simplicio & H.R. Santos. 2010.** Análise faunística e flutuação populacional de moscas-das-frutas (Diptera: Tephritidae) em pomares comerciais de goiaba na região do Cariri cearense. *Arq. Inst. Biol.* 77: 33-41.
- Bakkali, F., S. Averbeck, D. Averbeck & M. Idaomar. 2008.** Biological effects of essential oils-a review. *Food Chem.Toxicol.* 46: 446-475.
- Barreiro, E.J. & V.S. Bolzani. 2009.** Biodiversidade: Fonte potencial para descoberta de fármacos. *Quím. Nova* 32: 679-688.
- Benayad, N., W. Ebrahim, A. Hakiki & M. Mosaddak. 2012.** Chemical characterization and insecticidal evaluation of the essential oil of *Mentha suaveolens* Ehrh. and *Mentha pulegium* L. growing in Morocco. *Food Ind.* 13: 27-32.
- Biswas M.K., M.N.R. Baig, Y.J. Cheng & X.X. Deng. 2010.** Retro-transposon based genetic similarity within the genus *Citrus* and its relatives. *Genet. Resour. Crop. Evol.* 57: 963-972.
- Bizzo, H.R., A.M.C. Hovell & C.M. Rezende. 2009.** Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. *Quím. Nova* 32: 588–594.
- Camara, C.A.G., J.P.R. Melo & M.M.C. Silva. 2015.** Insecticidal activity of *Melaleuca leucadendron* and *Citrus reticulata* essential oils against larvae of *Plutella xylostella*. *Rev. Protección Veg.* 30: 39-39.
- Carbonell-Caballero J., R. Alonso, V. Ibañez, J. Terol, M. Talon & J. Dopazo. 2015.** A phylogenetic analysis of 34 chloroplast genomes elucidates the relationships between wild and domestic species within the genus *Citrus*. *Mol. Biol. Evol.* 32: 2015-2035.
- Carvalho, F.P. 2017.** Pesticides, environment, and food safety. *Food Energy Secur.* 6: 48-60.
- Castelo Branco, M., F.H. França & G.L. Villas Boas. 1997.** Traça-das-crucíferas *Plutella xylostella* – Artrópodes de importância econômica. Brasília, Embrapa Hortaliças, 4p. (Comunicado Técnico 4).

- Celenk, S., G. Tarimcilar, A. Bicakci, G. Kaynak & H. Malyer. 2008.** A palynological study of *Mentha L.* Bot. J. Linn. Soc. 157: 141-154.
- Cruz, G.S., V. Wanderley-Teixeira, J.V. Oliveira, C.G.D' Assunção, F.M. Cunha, A.A.C. Teixeira, C.A. Guedes, K.A. Dutra, D.R.S. Barbosa & M.O. Breda. 2017.** 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). Chem. Biol. Interact. 263: 74-80.
- Dias, D.G.S., C.M.S. Soares & R.G. Monnerat. 2004.** Avaliação de larvicidas de origem microbiana no controle de traça-das-crucíferas em couve-flor no Distrito Federal. Hort. Bras. 22: 387-390.
- EEA (European Environment Agency). 2013.** Late lessons from early warnings: science, precaution, innovation. Copenhagen, ed. European Environment Agency Report, 46p.
- Figueiredo, A.C., J.G. Barroso, L.G. Pedro & J.J.C. Scheffer. 2008.** Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. Flavour Fragr. J. 23: 213-226.
- Fornari, T., G. Vicente, E. Vázquez, M.R. García-Risco & G. Reglero. 2012.** Isolation of essential oil from different plants and herbs by supercritical fluid extraction. J. Chromatogr. A. 1250: 34-48.
- Fouad, H.A. & C.A.G. Camara, 2017.** Chemical composition and bioactivity of peel oils from *Citrus aurantiifolia* and *Citrus reticulata* and enantiomers of their major constituent against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). J. Stored Prod. Res. 73: 30-36.
- França, S.M., J.V. Oliveira, A.B. Esteves Filho & C.M. Oliveira. 2012.** Toxicity and repellency of essential oils to *Zabrotes subfasciatus* (Boheman) (Coleoptera, Chrysomelidae, Bruchinae) in *Phaseolus vulgaris* L. Acta Amaz. 42: 381-386.
- Furlong, M.J., D.J. Wright & L.M. Dossall. 2013.** Diamondback moth ecology and management: problems, progress, and prospects. Annu. Rev. Entomol. 58: 517-541.
- Gallo, D., O. Nakano, S. Silveira Neto, G.C. Baptista, E. Berti Filho, J.R.P. Parra, R.A. Zucchi, S.B. Alves, J.D. Vendramim, L.C. Marchini, J.R.S. Lopes & S. Omoto. 2002.** Entomologia Agrícola. Piracicaba, ed. Agronômica Ceres, 920p.
- Grassi Filho, H., B.B. Penteado & C.H. Santos. 2005.** Preparo de amostras e métodos para a determinação do teor de óleo essencial de frutos de limoeiro. Rev. Bras. Frutic. 27: 191-193.
- Hernandez-Lambrano, R., K. Caballero-Gallardo & J. Olivero-Verbel, 2014.** Toxicity and antifeedant activity of essential oils from three aromatic plants grown in Colombia against

Euprosterina elaeasa and *Acharya fusca* (Lepidoptera: Limacodidae). Asian Pac. J. Trop. Biomed. 4: 695-700.

Hernandez-Lambraño, R., N. Pajaro-Castro, K. Caballero-Gallardo, E. Stashenko & J. Olivero-Verbel. 2015. Essential oils from plants of the genus *Cymbopogon* as natural insecticides to control stored product pests. J. Stored Prod. Res. 62: 81-83.

Hubbard, C., A.M. Alvim & G. Garrod, 2017. Brazilian Agriculture as a Global Player. EuroChoices, 16: 03-04.

Jiang Z., Y. Akhtar, R. Bradbury, X. Zhang & M.B. Isman. 2009. Comparative toxicity of essential oils of *Litsea pungens* and *Litsea cubeba* and blends of their major constituents against the cabbage looper, *Trichoplusia ni*. J. Agric. Food Chem. 57:4833-4837.

Kaufman, P.E., R.S. Mann & J.F. Butler. 2010. Evaluation of semiochemical toxicity to *Aedes aegypti*, *Ae. albopictus* and *Anopheles quadrimaculatus* (Diptera: Culicidae). Pest Manag. Sci. 66: 497-504.

Kedia, A., B. Prakash, P.K. Mishra, C.S. Chanotiya & N.K. Dubey. 2014. Antifungal antiaflatoxicogenic, and insecticidal efficacy of spearmint (*Mentha spicata* L.) essential oil. Int. Biodeterior. Biodegrad. 89: 29-36.

Khani, A. & J. Asghari. 2012. Insecticide activity of essential oils of *Mentha longifolia*, *Pulicaria gnaphalodes* and *Achillea wilhelmsii* against two stored product pests, the flour beetle, *Tribolium castaneum* and the cowpea weevil, *Callosobruchus maculatus*. J. Insect Sci. 12: 1-10.

Khanuja, S.P.S., A.K.A. Shasany, A. Srivastava & S. Kumar. 2000. Assessment of genetic relationships in *Mentha* species. Euphytica, 111: 121-125.

Ko, K., W. Juntarajumnong & A. Chandrapatya. 2009. Repellency, fumigant and contract toxicities of *Litsea cubeba* (Lour.) Persoon against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). Kasetsart J. (Nat. Sci.) 43: 56-63.

Kohler, H.R. & R. Triebkorn. 2013. Wildlife ecotoxicology of pesticides: can we track effects to the population level and beyond? Science 341: 759-765.

Kumar, P., S. Mishra, A. Malik & S. Satya. 2011. Insecticidal properties of *Mentha* species. Ind. Crops Prod. 34: 802-817.

Ladaniya, M.S., 2008. *Citrus* fruit: Biology, technology and evaluation. San Diego, CA: Academic Press (Elsevier).

Lima, T.C., T.K.M. Silva, F.L. Silva, J.M. Barbosa-Filho, M.O.M. Marques, R.L.C. Santos, S.C.H. Cavalcanti & D.P. Sousa. 2014. Larvicidal activity of *Mentha x villosa* Hudson essential oil, rotundifolone and derivatives. Chemosphere 104: 37-43.

- Ling, S. & R. Zang. 2011.** Effect of fipronil on brain and muscle ultrastructure of *Nilaparvata lugens* (Stål) (Homoptera: Delphacidae). *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 74: 1348-1354.
- Londres, F. 2011.** Agrotóxicos no Brasil: um guia para ação em defesa da vida. Rio de Janeiro, AS-PTA – Assessoria e Serviços a Projetos em Agricultura Alternativa, 190p.
- Lopes, M. A. & E. Contini. 2012.** Agricultura, sustentabilidade e tecnologia. Brasília, Embrapa Informação Tecnológica, 8p.
- Millezi A.F., N.N. Baptista, D.S. Caixeta, D.F. Rossoni, M.G. Cardoso & R.H. Piccoli. 2013.** Caracterização e atividade antibacteriana de óleos essenciais de plantas condimentares e medicinais contra *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*. *Rev. Bras. Pl. Med.* 15: 373-379.
- Munyemana, F. & A.L. Alberto. 2017.** Evaluation of larvicidal activity of selected plant extracts against *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) larvae on cabbage. *Adv. Med. Plant Res.* 5: 11-20.
- Nondillo, A., C.C. Chaves, F.B. Fialho, O.C. Bueno & M., Botton. 2014.** Evaluation of Insecticides for the Control of *Linepithema micans* (Hymenoptera: Formicidae). *J. Econ. Entomol.* 107: 215-222.
- Ollitrault, P., J. Terol, A. Garcia-Lor, A. Berard, A. Chauveau, Y. Froelicher, C. Belzile, R. Morillon, L. Navarro, D. Brunel & M. Talon. 2012.** SNP mining in *C. clementina* BAC end sequences; transferability in the *Citrus* genus (Rutaceae), phylogenetic inferences and perspectives for genetic mapping. *BMC Genomics.* 13: 13-10.
- Padalia, R.C., R.S. Verma, C.S. Chanotiya & A. Yadav. 2011.** Chemical fingerprinting of the fragrant volatiles of nineteen indian cultivars of *Cymbopogon* Spreng (Poaceae). *Rec. Nat. Prod.* 5: 290-299.
- Palazzolo, E., V.A. Laudicina & M.A. Germana. 2013.** Current and potential use of citrus essential oils. *Curr. Org. Chem.* 17: 3042-3049.
- Papachristos, D.P., A.C. Kimbaris, N.T. Papadopoulos & M.G. Polissiou. 2009.** Toxicity of citrus essential oils against *Ceratitis capitata* (Diptera: Tephritidae) larvae. *Ann. Appl. Biol.* 155: 381-89.
- Pedras, M.S.C. & E.E. Yaya. 2010.** Phytoalexins from Brassicaceae: news from the front. *Phytochemistry* 71: 1191-1197.
- Penjor, T., M. Yamamoto, M. Uehara, M. Ide, N. Matsumoto, R. Matsumoto & Y. Nagano. 2013.** Phylogenetic relationships of *Citrus* and its relatives based on *matK* gene sequences. *PLoS One* 8: e62574.
- Perlatti, B, P.L.S. Bergo, M.F.G.F. Silva, J.B. Fernandes & M.R. Forim. 2013.** Polymeric nanoparticle-based insecticides: A controlled release purpose for agrochemicals, p. 523-550.

In S. Trdan (ed.), Insecticides-development of safer and more effective technologies. Ed. InTech, 550p.

Pfeil, B.E. & M.D. Crisp, 2008. The age and biogeography of citrus and the orange subfamily (Rutaceae: Aurantioideae) in Australasia and New Caledonia. *Am. J. Bot.* 95: 1621-1631.

Pimenta, F.C.F., N.D.A. Correia, K.L.G.D. Albuquerque, D.P. de Sousa, M.R.D. da Rosa, M.B.F. Pimenta, M.F.F.M. Diniz & R.N. de Almeida. 2012. Naturally occurring anxiolytic substances from aromatic plants of genus *Citrus*. *J. Med. Plants Res.* 6: 342-347.

Regnault-Roger, C., C. Vincent & J.T. Arnason. 2012. Essential oils in insect control: Low-risk products in a high-stakes world. *Ann. Rev. Entomol.* 57: 405-424.

Rezzadori, K., S. Benedetti & E.R. Amante. 2012. Proposals for the residues recovery: Orange waste as raw material for new products. *Food Bioprod. Process.* 90: 606-614.

Sandur, S.K. 2004. Implications of diamondback moth control for Indian cabbage farmers. A report produced for the Centre for Environmental Stress and Adaptation Research, La Trobe University, Victoria 3086, Australia. Disponível em: <file:///C:/Users/Tamara%20Leal/Downloads/Implications_of_Diamondback_moth_control_for_Indi.pdf >. Acesso em: 2 abr. 2018.

Sarfraz, M., L.M. Dossall & B.A. Keddie. 2006. Diamondback moth-host plant interactions: Implications for pest management. *Crop Prot.* 25: 625-639.

Shinwari, Z.K., S. Sultan & T. Mahmood. 2011. Molecular and Morphological Characterization of Selected *Mentha* Species. *Pak. J. Bot.*, 43: 1433-1436.

Sial, A.A. & J.F. Brunner. 2010. Lethal and sublethal effects of an insect growth regulator, pyriproxyfen, on obliquebanded leafroller (Lepidoptera: Tortricidae). *J. Econ. Entomol.* 103: 340-347.

SiBBR (Sistema de Informação sobre a Biodiversidade Brasileira). 2018. Flora do Brasil 2020 em construção. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: <http://floradobrasil.jbrj.gov.br/>. Acesso em: 20 abr. 2018.

Silva, C.T.S., V. Wanderley- Teixeira, F.M. Cunha, J.V. Oliveira, K.A. Dutra, D.M.A.F. Navarro & A.A.C. Teixeira. 2016. Biochemical parameters of *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith, 1979) treated with citronella oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt ex Bor) and its influence on reproduction. *Acta Histochem.* 118: 347-352.

Simões, C.M.O. & V. Spitzer. 1999. Óleos voláteis, p.387-415. In C.M.O. Simões, E.P. Schenckel, G. Gosmann, J.C.P. Mello, L.A. Mentz & P.R. Petrovick (eds.), *Farmacognosia. Da planta ao medicamento*. Porto Alegre. Ed. da UFRGS; Florianópolis. Ed. da UFSC, 821p.

- Singh J.S., V.C. Pandey & D.P Singh. 2011.** Efficient soil microorganisms: A new dimension for sustainable agriculture and environmental development. *Agric. Ecosyst. Environ.* 140: 339-353.
- Sousa, R.M.O.F., J.S. Rosa, L. Oliveira, A. Cunha & M. Fernandes-Ferreira. 2015.** Activities of Apiaceae essential oils and volatile compounds on hatchability, development, reproduction and nutrition of *Pseudaletia unipuncta* (Lepidoptera: Noctuidae). *Ind. Crops Prod.* 63: 226-237.
- Talekar, N.S. & A.M. Shelton. 1993.** Biology, ecology, and management of the diamondback moth. *Annu. Rev. Entomol.* 38: 275-301.
- Tan, Y., A. Biondi, N. Desneux & X-W. Gao. 2012.** Assessment of physiological sublethal effects of imidacloprid on the mirid bug *Apolygus lucorum* (Meyer-Dür). *Ecotoxicology.* 21: 1989-1997.
- Verkerk, R.H. & D.J. Wright. 1996.** Multitrophic interactions and management of the diamondback moth: a review. *Bull. Entomol. Res.* 86: 205-216.
- Wang, Y.S., Z.Q. Wen, B.T. Li, H.B. Zhang & J.H. Yang. 2016.** Ethnobotany, phytochemistry, and pharmacology of the genus *Litsea*: An update. *J. Ethnopharmacol.* 181: 66-107.
- Warwick, S.I. & I.A. Al-Shehbaz. 2006.** Brassicaceae: Species checklist and database on CD-Rom. *Plant Syst. Evol.* 259: 249-258.
- Weinberger, K. & R. Srinivasan. 2009.** Farmers' management of cabbage and cauliflower pests in India and their approaches to crop protection. *J. Asia Pac. Entomol.* 12: 253-259.
- Zalucki, M.P., A. Shabbir, R. Silva, D. Adamson, S.S. Liu & M.J. Furlong. 2012.** Estimating the economic cost of one of the world's major insect pests, *Plutella xylostella*: Just how long is a piece of string? *J. Econ. Entomol.* 105: 1115-1129.

CAPÍTULO 2

TOXICIDADE DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE ESPÉCIES DA FAMÍLIA RUTACEA,
POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE *Plutella xylostella* (LINNAEUS, 1758)
(LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)¹

TAMARA T.B. LEAL², CLAUDIO A.G. CAMARA³ E JOÃO P.R. MELO²

²Departamento de Agronomia, Entomologia Agrícola, Universidade Federal Rural de Pernambuco. Av. Dom Manoel de Medeiros, s/n, 52171-900, Recife, PE – Brasil.

³Departamento de Química, Produtos Naturais, Universidade Federal Rural de Pernambuco. Av. Dom Manoel de Medeiros, s/n, 52171-900, Recife, PE - Brasil.

¹Leal T.T.B., C.A.G. Camara & J.P.R. Melo. Toxicidade de óleos essenciais de espécies da família Rutacea, Poaceae, Lamiaceae e Lauraceae sobre *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae). A ser submetido.

RESUMO - *Plutella xylostella* (L.) é uma praga capaz de causar perda de produção de até 100% no cultivo de brássicas. O uso de inseticidas tem sido, por anos, o método mais utilizado pelos agricultores, que quando aplicados de forma abusiva, vem acompanhado de efeitos indesejados. Esses problemas estimularam a busca por métodos alternativos sustentáveis, como a utilização de inseticidas botânicos. Desta forma, este capítulo teve como objetivo avaliar o efeito tóxico de produtos à base de óleos essenciais das espécies *Mentha arvensis* (L.), *Mentha spicata* (L.) e *Mentha piperita* (L.) da família Lamiaceae; *Citrus nobilis* (Lauriro) e *Citrus paradisi* (Macfad) da família Rutaceae; *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) da família Poaceae e *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. da família Lauraceae sobre larvas da traça-das-crucíferas, *P. xylostella*. Os compostos químicos majoritários encontrados nos sete óleos essenciais utilizados foram o mentol, mentona, *iso*-mentona, carvona, limoneno, *p*-mentha-2,4(8)-diene, geraniol, citronelal, citronelol e geranial. No bioensaio de toxicidade larval, a concentração letal mostrou que o óleo essencial de *L. cubeba* ($CL_{50} = 7,28 \mu\text{L mL}^{-1}$) foi o mais tóxico. Para os testes de toxicidade nos ovos, os óleos essenciais mais ativos foram *M. piperita* ($CL_{50}=1,29 \mu\text{L mL}^{-1}$), *M. arvensis* ($CL_{50}=1,63 \mu\text{L mL}^{-1}$) e *M. spicata* ($CL_{50}= 2,51 \mu\text{L mL}^{-1}$), com destaque para *M. piperita* que diferiu do produto comercial sintético, Decis® ($CL_{50}=2,74 \mu\text{L mL}^{-1}$). Os óleos essenciais mostraram-se promissores, com potencial para contribuir com o manejo de *P. xylostella*.

PALAVRAS-CHAVE: Brassicaceae, produtos naturais, inseticidas botânicos, atividade larvicida, atividade ovicida

TOXICITY OF ESSENTIAL OILS OF SPECIES OF THE FAMILY RUTACEAE, POACEAE,
LAMIACEAE AND LAURACEAE ON *Plutella xylostella* (LINNAEUS, 1758)
(LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)

ABSTRACT – *Plutella xylostella* (L.) is a pest capable of causing loss of production of up to 100% in the cultivation of brassicas. The use of insecticides has for years been the method most used by farmers, which when applied in an abusive way, comes accompanied by unwanted effects. These problems stimulated the search for sustainable alternative methods, such as the use of botanical insecticides. The aim of this chapter was to evaluate the toxic effect of essential oil products of the species *Mentha arvensis* (L.), *Mentha spicata* (L.) and *Mentha piperita* (L.) of the Lamiaceae family; *Citrus nobilis* (Lauriro) and *Citrus paradisi* (Macfad) of the Rutacea family; *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) of the Poaceae family, and *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. of the Lauraceae family on larvae of diamondback moth, *P. xylostella*. The major chemical compounds found in the seven essential oils used were menthol, mentone, *iso*-mentone, carvone, limonene, p-mentha-2,4(8)-diene, geraniol, citronellal, citronellol and geranial. In the larval toxicity bioassays, the lethal concentration showed that the essential oil of *L. cubeba* ($LC_{50} = 7.28 \mu\text{L mL}^{-1}$) was the most toxic. For the eggs toxicity tests, the most active essential oils were *M. piperita* ($LC_{50} = 1.29 \mu\text{L mL}^{-1}$), *M. arvensis* ($LC_{50} = 1.63 \mu\text{L mL}^{-1}$) and *M. spicata* ($LC_{50} = 2.51 \mu\text{L mL}^{-1}$), with emphasis on *M. piperita* that differed from the synthetic commercial product Decis[®] ($LC_{50} = 2.74 \mu\text{L mL}^{-1}$). The essential oils were promising, with potential to contribute to the management of *P. xylostella*.

KEY WORDS: Brassicaceae, natural products, botanical insecticides, larvicidal activity, ovicidal activity

Introdução

Os prejuízos globais ocasionado pela presença da *Plutella xylostella* (Linnaeus) em cultivo de brássicas podem chegar a bilhões de dólares anualmente e levar a perda de produção de até 100% (Lingappa *et al.* 2004, Zalucki *et al.* 2012).

O uso de produtos químicos sintéticos como inseticidas tem sido, por anos, o método mais utilizado pelos agricultores, já que protegem a qualidade da cultura, evitando grandes perdas e aumentam a produção. No entanto, quando aplicados de forma abusiva, a eficiência destes produtos vem acompanhado com efeitos indesejados como a contaminação dos alimentos e do meio ambiente, reduzindo a biodiversidade local, propiciando resistência a insetos praga que tem gerado dificuldade no controle destes a muitos anos, além do comprometimento a saúde humana (Perry *et al.* 1998, National Research Council 2000, Spark & Nauen 2015).

A preocupação crescente com a saúde humana e sanidade ambiental, estimulou a busca por métodos alternativos sustentáveis, capazes de degradar rapidamente e manter os ecossistemas e agroecossistemas livres de contaminantes. Uma possibilidade são os inseticidas botânicos, já que as plantas são fontes de substâncias bioativas contra insetos praga, que apresentam baixa toxicidade a organismos não-alvo, rápida degradabilidade e disponibilidade local (Caboni *et al.* 2002, Charleston *et al.* 2006, Rajendran & Sriranjini 2008, Maheswaran & Ignacimuthu 2013). Os óleos essenciais são potenciais inseticidas de origem vegetal que contêm compostos que apresentam efeito ovicida, repelente, antialimentar e tóxico em insetos (Koul *et al.* 2008, Setiawati *et al.* 2011, Viteri Jumbo *et al.* 2014).

Detentor da maior biodiversidade florística do planeta, o Brasil apresenta mais de 46 mil espécies de plantas catalogadas (SiBBR 2018). Sua riqueza de plantas possibilita e estimula novas pesquisas voltadas para a descoberta de óleos essenciais, capazes de colaborar com o Manejo Integrado de Pragas.

Dentre estas, estão as espécies do gênero *Citrus* da família Rutaceae, que inclui, laranja, limão, lima, tangerina e toranja (Penjor *et al.* 2013). A produção do gênero *Citrus* (L.), é atribuído para consumo *in natura*, produção de sucos e extração de óleos essenciais (Grassi Filho *et al.* 2005). Países como o Brasil, EUA, Japão, China, México, Paquistão e países do Mediterrâneo são os principais produtores cítricos, sendo o Brasil o maior produtor (Kamal *et al.* 2011), que tem a laranja como a principal cultura cítrica produzida no país, além de tangerinas e limões (Lopes *et al.* 2011). Os óleos essenciais de cascas de *Citrus* são ricas fontes de compostos bioativos como cumarina, flavonoides, carotenoides, terpenos, linalol (Mondello *et al.* 2005). O limoneno é o componente majoritário (Moufida & Marzouk 2003, Gomes *et al.* 2014).

Espécies do gênero *Mentha*, pertencentes a família Lamiaceae, também são encontradas no Brasil, com grande valor medicinal e aromático, das quais podem ser extraídos óleos essenciais com uma grande diversidade química na sua composição (Chauhan *et al.* 2009). Os metabólitos secundários presentes no gênero *Mentha* são, alcalóides, flavonóides, fenóis, gomas e polissacarídeos (Shinwari *et al.* 2011).

A família Poaceae, que apresenta cerca de 500 gêneros e 8000 espécies, o gênero *Cymbopogon*, com aproximadamente 120 espécies, são bastante utilizados na indústria farmacêutica, cosmética e perfumaria, por conter em seus óleos essenciais uma combinação diversa de compostos terpênicos o que lhe confere odor agradável (Ortiz *et al.* 2002, Oliveira *et al.* 2010).

Distribuído por vários países de clima tropical e subtropical, o gênero *Litsea* também é encontrado no Brasil. É pertencente à família Lauraceae e apresenta aproximadamente 622 espécies, com diferentes compostos químicos capazes de expressar atividades biológicas distintas como a antifúngica, anti-inflamatória, repelente, anti-bactericida, inseticida, entre outras (Agrawal *et al.* 2011). Desde 1889, são estudados os componentes químicos do gênero *Litsea*, que apresentam alcalóides, lactonas, sesquiterpenos, flavonóides, lignanas e óleo volátil (Wang *et al.* 2016).

Atividades tóxicas em insetos pragas foram relatadas para algumas espécies pertencentes aos gêneros *Citrus*, *Mentha*, *Cymbopogon* e *Litsea* (Papachristos *et al.* 2009, Seo *et al.* 2009, Aziz & Abbass 2010, Kumar *et al.* 2011, Govindarajan *et al.* 2012, Khani & Asghari 2012, Yang *et al.* 2014, Dutra *et al.* 2016, Tak *et al.* 2016).

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito tóxico de formulados à base de óleos essenciais das espécies *Mentha arvensis* (Linnaeus), *Mentha spicata* (Linnaeus) e *Mentha piperita* (Linnaeus) da família Lamiaceae; *Citrus nobilis* (Lauriro) e *Citrus paradisi* (Macfad) da família Rutaceae; *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) da família Poaceae, e *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. da família Lauraceae sobre a traça-das-crucíferas, *P. xylostella*.

Material e Métodos

Os experimentos foram conduzidos no laboratório de Investigação Química dos Inseticidas Naturais (LABIQIN) do Programa de Pós-graduação em Entomologia Agrícola do Departamento de Agronomia da Universidade Federal Rural de Pernambuco, no período de Agosto de 2016 a Dezembro de 2018.

Criação de Insetos. A população da traça-das-crucíferas foi obtida da criação estoque do LABIQIN/PPGEA/UFRPE e mantidas conforme metodologia proposta por Barros *et al.* (2012), e estabelecida em ambiente climatizado, nas condições de $25 \pm 2^\circ\text{C}$ de temperatura, $70 \pm 10\%$ de umidade relativa e fotofase de 12h.

Os adultos da praga foram confinados em gaiolas plásticas transparentes retangulares (20 cm de comprimento x 10 cm de largura x 15 cm de altura) com abertura lateral fechada com tela de náilon para ventilação. Dentro das gaiolas, discos de folhas de couve medindo dez centímetros de diâmetro foram oferecidos como substrato para postura, sobrepostos a um papel de filtro e estes sobre esponjas de igual tamanho, embebidas em água. Foi oferecido mel a 10% diluído em água e

impregnado em pedaços de algodão colocados dentro das gaiolas de criação como alimento para os adultos. Os discos contendo as posturas foram transferidos para recipientes plásticos retangulares (15 x 10 x 8 cm) com abertura na tampa, fechada com tecido voil para ventilação.

Após a eclosão das larvas, diariamente, foram oferecidas folhas frescas de couve var. manteiga obtidas de produção orgânica até a formação das pupas. As pupas foram coletadas e mantidas em recipiente coberto com filme plástico PVC contendo pequenas perfurações para permitir trocas gasosas, até a emergência dos adultos, transferidos para as gaiolas de criação de adultos. As folhas de couve foram colocadas de molho em solução de hipoclorito de sódio a 1% por 30 minutos, a fim de evita uma possível ação de patógenos sobre a população da traça-das-crucíferas, em seguida, enxaguadas em água corrente e colocadas para secar em temperatura ambiente, antes de serem oferecidas as larvas e adultos de *P. xylostella*.

Obtenção dos Óleos Essenciais e Inseticidas. Foram utilizados óleos essenciais comerciais das espécies *Mentha arvensis*, *Mentha spicata* e *Mentha piperita* da família Lamiaceae; *Citrus nobilis* e *Citrus paradisi* da família Rutaceae; *Cymbopogon winterianus* da família Poaceae, e *Litsea cubeba* da família Lauraceae adquiridos da empresa FERQUIMA Ind. e Com. Ltda. Todos os óleos essenciais foram armazenados sob refrigeração em recipientes de vidros âmbar vedados antes dos estudos. Os inseticidas com ingrediente ativo (i.a.) azadiractina (Azamax[®] 12 g i.a./L C.E., E.I.D. Parry) e deltametrina (Decis[®] 25 g i.a./L C.E., Bayer CorpScience) foram adquiridos em lojas especializadas em produtos agropecuárias da cidade de Recife/PE.

Análise e Identificação Química dos Constituintes do Óleo Essencial. A análise química por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (CG/EM) dos óleos essenciais foram realizadas de acordo com a metodologia descrita por Adams (2007), respectivamente, na Central Analítica do Departamento de Química da UFRPE. Os compostos químicos dos óleos essenciais foram identificados com auxílio do CG/EM Variam 220-MS It Mass Spectrometer equipado com

coluna de capilaridade com sílica fundida (30m x 0,25mm x 0,25 μ m) com temperatura da coluna foi programada para 60 °C até 240 à 3 °C min⁻¹. As temperaturas do injetor e detector foram de 240 °C e 260 °C, respectivamente e o carreador gasoso foi o hélio, fluxo de 1,0 mL min⁻¹, (1:30) e o espectro de massa foi obtido à 70 eV. A identificação dos constituintes dos óleos essenciais foi realizada com base na comparação dos índices de retenção calculados com os disponíveis na literatura, seguida pela comparação do fragmentograma de padrões de massas reportados na literatura e comparado com as sugestões de massas disponíveis na biblioteca do computador (Wiley, com 250.000 compostos). O índice de retenção foi obtido aplicando uma amostra do óleo essencial com mistura de hidrocarbonetos lineares C₁₁-C₂₄ (índice de retenção variando de 850 a 2199, variação obtida por extrapolação).

Obtenção dos Formulados. Para obtenção de um produto, os formulados foram elaborados com 10 g de óleo essencial/L adicionados a soluções aquosa (controle negativo) contendo 1,0% de Dimetilsulfóxido, 0,1% de Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico e água destilada, obtendo-se formulações a base de óleos essenciais para as diluições utilizadas nos bioensaios.

Teste de Fitotoxicidade dos Óleos Essenciais. Com o objetivo de testar a fitotoxicidade dos óleos essenciais das espécies estudadas, realizaram-se testes após a obtenção da curva de toxicidade, utilizando a concentração que reduziu a população em 95% no mínimo para identificação das concentrações fitotóxicas. A metodologia foi adaptada de Torres *et al.* (2006), na qual discos de folha de couve de cinco centímetros de diâmetro foram imersos por 10 segundos nas soluções preparadas com óleo essencial puro diluído em soluções aquosa (controle negativo) contendo 1,0% de Dimetilsulfóxido, 0,1% de Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico e água destilada e postos para secar em temperatura ambiente. Após 48 h, avaliaram-se os níveis dos índices de fitotoxicidade em cada disco de folha.

Esta avaliação foi realizada por meio do programa AFSOFT da EMBRAPA (Silva & Jorge, 2009) que realiza análises em lotes de imagens para classificar os padrões encontrados nas folhas, tomando por base as plantas sem aplicação do formulado, sendo posteriormente, atribuídas os critérios da Escala de Fitotoxicidade de Alvez *et al.* (1974) (modificada, sendo 0,00-4,90%=Pequena; 5,00-14,99%=Leve; 15,00-29,99%=Aceitável; 30,00-39,99%=Limite aceitável; 40,00-100,00%= Severo).O índice de fitotoxicidade (IF) foi calculado segundo a fórmula: $IF = AT\% - AS\%$, onde AT% e AS% são as áreas total e sádia nos discos, respectivamente. Para os bioensaios de toxicidade foram testadas concentrações que apresentaram sintoma leve com pequeno amarelecimento.

Bioensaios de Toxicidade Larval. A técnica utilizada para determinar a toxicidade das larvas foi a de imersão de disco de folha (Bandeira *et al.* 2012). Discos de folha de couve (5 cm de diâmetro) foram mergulhados durante 10 segundos em 20 ml de diferentes concentrações de solução do produto avaliado (óleo essencial e controle positivos) e no controle negativo. Colocou-se para secar durante 30 minutos à temperatura ambiente. Após a secagem, dez larvas de terceiro instar de *P. xylostella* foram transferidos para cada disco de folha e a mortalidade registrada 48 h após a exposição. Seis repetições por tratamento foram realizadas e repetidas no tempo, correspondendo a 120 larvas. Para verificar os efeitos da toxicidade do formulado, os resultados foram comparados com controle positivo de um inseticida químico (i.a. deltametrina) e um inseticida botânico (i.a. azadiractina), além do controle negativo (água destilada, dimetilsulfóxido e ácido dodecilbenzeno sulfônico).

A fim de determinar o intervalo de concentrações resultantes de mortalidades superiores e inferiores a 0 e 100%, respectivamente, utilizou diluições seriadas, conforme metodologia proposta por Finney (1971) para determinação de concentrações letais para cada, tratamento. As concentrações utilizadas variaram de 0,5 a 60 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*M. arvensis*), 5 a 80 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*M. spicata*),

7 a 100 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*M. piperita*), 1 a 83 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*C. nobilis*), 10 a 100 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*C. paradisi*), 1 a 100 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*C. winterianus*), 0,5 a 25 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*L. cubeba*), 2,5 a 170 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (Azamax[®]), 12 a 800 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (Decis[®]). Os dados de mortalidade foram analisados pelo modelo Probit (Finney 1971) por meio do Sistema SAS para Windows versão 9.00 (SAS Institute 2001) para determinar os valores de CL₅₀ e CL₉₀, com intervalos de confiança de 95%.

Bioensaios de Toxicidade nos Ovos. Foram formados 10 casais recém-emergidos de *P. xylostella* em recipientes telados contendo um disco de couve com oito centímetros de diâmetro por 72 h para efetuarem oviposição. Os discos foram trocados no intervalo de 1-6 horas, duas vezes ao dia. Cada disco foi contado o número de ovos e utilizado 40 a 60 ovos por concentração, os quais foram imersos (Torres *et al.* 2006) nas soluções dos concentrados emulsionados de óleos essenciais e em água destilada (controle). A secagem dos discos foi à temperatura ambiente por 30 minutos. Os discos foram dispostos sobre papel de filtro, sobrepostos numa esponja saturada em água, no interior de bandejas plásticas, à temperatura de $25\pm 1^{\circ}\text{C}$, $70\pm 10\%$ de umidade relativa e fotofase de 12h. As concentrações utilizadas variaram de 1,5 a 90 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*M. arvensis*), 2,5 a 150 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*M. spicata*), 1,5 a 60 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*M. piperita*), 3 a 250 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*C. nobilis*), 3 a 450 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*C. paradisi*), 3 a 300 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*C. winterianus*), 2 a 100 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (*L. cubeba*), 0,4 a 22 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (Azamax[®]), 0,10 a 60 $\mu\text{L mL}^{-1}$ (Decis[®]).

A viabilidade de ovos foi avaliada após 96 h da aplicação dos tratamentos mediante contagem do número de larvas eclodidas. Os dados de mortalidade foram analisados pelo modelo Probit (Finney 1971) por meio do Sistema SAS para Windows versão 9.00 (SAS Institute 2001) para determinar os valores de CL₅₀ e CL₉₀, com intervalos de confiança de 95%.

Resultados

Análise e Identificação Química dos Constituintes do Óleo Essencial. Os perfis químicos dos óleos essenciais encontram-se na tabela 1. De acordo com as análises químicas realizadas, as espécies da família Lamiaceae, *M. arvensis* e *M. piperita* tiveram o mentol, mentona e *iso*-mentona como compostos majoritários, com porcentagens de 38,41% e 45,42%; 21,99% e 21,50%; 13,86% e 8,57%, respectivamente, do total de componentes. Os compostos predominantes do óleo essencial de *M. spicata* foram o carvona (66,40%) e limoneno (19,16%).

Os compostos químicos majoritários identificados no óleo essencial de *C. nobilis* foram limoneno (65,42%) e *p*-mentha-2,4(8)-diene (20,07%), já no óleo essencial de *C. paradisi*, somente o limoneno (95,34%) apresentou maior porcentagem do total de componentes.

O Geraniol (44,60%), citronelal (23,62%) e citronelol (15,31%) foram os constituintes preponderantes nos óleos essenciais de *C. winterianus* e o geraniol (42,51%), neral (31,15%) e limoneno (8,84%) foram majoritários no óleo essencial de *L. cubeba*.

Teste de Fitotoxicidade dos Óleos Essenciais. A avaliação da fitotoxicidade nas folhas de couve submetidas a óleos essenciais revelou que, na concentração mais alta, utilizada para cada óleo essencial, a fitotoxicidade foi pequena para *L. cubeba* ($0,33 \pm 0,07\%$), *C. winterianus* ($0,56 \pm 0,07\%$), *C. nobilis* ($0,71 \pm 0,11\%$), *C. paradisi* ($1,30 \pm 0,14\%$) e *M. arvensis* ($4,38 \pm 0,93\%$). Para *M. spicata* ($5,71 \pm 0,91\%$) e *M. piperita* ($14,38 \pm 1,31\%$) a fitotoxicidade foi leve. As folhas utilizadas como teste em branco (Água destilada) e controle negativo (Água destilada, 1,0% de Dimetilsulfóxido e 0,1% de Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico) não foi constatado fitotoxicidade. Os controles positivos Azamax[®] ($28,95 \pm 3,05\%$) e Decis[®] ($72,49 \pm 1,19\%$) apresentaram fitotoxicidade com limite aceitável e severa, respectivamente (Figura 1).

Bioensaios de Toxicidade Larval. Os resultados de concentração-mortalidade adquiridos neste trabalho assumiram o modelo de Probit (valores do χ^2 não significativos) e as concentrações médias

estimadas são apresentadas na Tabela 2. O óleo de *L. cubeba* apresentou concentração letal (CL₅₀) de 7,28 µL mL⁻¹, mostrando-se o mais tóxico dentre os óleos essenciais testados, mas somente de 1,54 a 2 vezes mais ativo que os óleos de *M. spicata*, *C. nobilis*, *C. winterianus* e *M. arvensis*, com concentração letal (CL₅₀) de 11,22; 14,07; 14,46 e 14,56 µL mL⁻¹, respectivamente, sendo estes estatisticamente diferentes do óleo de *L. cubeba* e iguais entre si. Os cinco óleos citados a cima, quando comparados com os controles positivos, Decis[®] (CL₅₀=151,61 µL mL⁻¹) e o Azamax[®] (CL₅₀=33,77 µL mL⁻¹) (i.a. azadiractina) são estatisticamente distintos. Os óleos de *M. piperita* (CL₅₀= 34,17 µL mL⁻¹) e *C. paradisi* (CL₅₀= 30,55 µL mL⁻¹), que foram de 4,69 e 4,19 vezes menos tóxicos que o óleo de *L. cubeba*, não diferiram entre si e nem do controle positivo Azamax[®].

Quando comparados os óleos essenciais com o inseticida sintético Decis[®], que tem como ingrediente ativo a deltametrina, este foi o que apresentou menor toxicidade, com uma CL₅₀ de 151,61 µL mL⁻¹, o óleo de *L. cubeba* é aproximadamente 21 vezes mais tóxico.

Bioensaios de Toxicidade nos ovos. O resultado do bioensaio de toxicidade aguda em ovos de *P. xylostella* para os sete óleos essenciais estão presentes na tabela 3. Os óleos de *M. piperita*, *M. arvensis* e *M. spicata*, com concentração letal (CL₅₀) de 1,29; 1,63 e 2,51 µL mL⁻¹, respectivamente, foram os que apresentaram maior toxicidade ovicida. No entanto, *M. piperita* diferiu dos dois controles positivos, o Decis[®] (CL₅₀=2,74 µL mL⁻¹), que tem como princípio ativo a deltametrina e o Azamax[®] (CL₅₀=3,48 µL mL⁻¹) (i.a. azadiractina) e a *M. arvensis* diferiu somente do Azamax[®].

Já os óleos de *L. cubeba* (CL₅₀=4,66 µL mL⁻¹) e *C. nobilis* (CL₅₀=4,91 µL mL⁻¹) não diferiram entre si e de acordo com os intervalos de confiança para CL₅₀ estimadas, estes também não diferiram do óleo de *M. spicata*. Os óleos de *L. cubeba*, *C. nobilis* e *M. spicata*, quando comparados com os controles positivos, são estatisticamente iguais.

Também verificou-se que o óleo de *C. winterianus* (CL₅₀=7,17 µL mL⁻¹) e os óleos de *L. cubeba* e *C. nobilis* não diferem estatisticamente. Porém, o óleo de *C. winterianus* difere do Decis[®]

e Azamax[®], estes apresentam toxicidade 2,61 e 2,06 vezes maiores que o óleo essencial, respectivamente.

O óleo essencial que apresentou a menor toxicidade ovicida, foi o *C. paradisi*, com uma concentração letal (CL₅₀) de 36,48 µL mL⁻¹, este foi, cerca de 28 vezes, menos tóxico do que o óleo de *M. piperita*, que apresentou a menor concentração letal (CL₅₀) de todos os óleos testados. Os testes também mostraram que, o óleo essencial de *C. paradisi*, quando comparado com o Decis[®] e o Azamax[®], foi diferente estatisticamente de ambos, no entanto, os dois controles positivos tiveram toxicidade ovicida 13,31 e 10,48 vezes maiores, respectivamente.

Discussão

Análise e Identificação Química dos Constituintes do Óleo Essencial. Na natureza, o papel dos compostos orgânicos presentes no metabolismo secundários das plantas é garantir que esse organismo continue existindo no seu ecossistema, sendo capaz de se proteger contra estresses de origem abiótica e biótica, como o ataque de herbívoros. A ação desses compostos químicos despertou curiosidade e passaram a ser estudado pelo homem e são utilizados como produtos para proteger as culturas contra insetos praga (Pagare *et al.* 2015). A determinação dos compostos químicos dos óleos essenciais é de grande importância para o melhor entendimento dos efeitos ocasionados por eles sobre a praga. Já que os óleos essenciais são formados por misturas de substâncias bioativas, que apresentam compostos majoritários que conferem a eles atividade inseticida (Kim *et al.*, 2016) e compostos em concentrações mais reduzidas, que podem ou não potencializar o poder inseticida.

O Mentol tem várias propriedades biológicas, dentre elas, anti-inflamatória (Juergens *et al.* 1998), anticancerígena (Li *et al.* 2009), antimicrobiana (Raut *et al.* 2013) e inseticida (Samarasekera *et al.* 2008), é o componente principal de alguns óleos essenciais de plantas aromáticas, que

juntamente com a mentona, *iso*-mentona e outros componentes químicos são responsáveis em conferir o cheiro e gosto de hortelã a plantas pertencentes ao gênero *Mentha* (Kamatou *et al.* 2013). Gupta *et al.* (2017) realizaram experimentos na Índia com diferentes cultivares de espécies do gênero *Mentha*, os resultados das análises químicas, utilizando cromatografia gás-líquido, de nove cultivares da espécie *M. arvensis* (Himalaya, Kosi, Saksham, Kusha, Sambhav, Kalka, Shivalik, Gomti e Damroo) e cinco cultivares da espécie *M. piperita* (Kukrail, CIM-Indus, CIM-Madhuras, Tushar e Pranjal), mostraram o mentol, mentona e *iso*-mentona como componente majoritário, com porcentagens que variaram de 77% a 81% e 12,70% a 33,50% (mentol), 1,90% a 6,90% e 1,40% a 25,20% (mentona), 2,10% a 4,60% e 3,40% a 4,10% (*iso*-mentona), respectivamente. O carvone (52,80% a 59,80%) e Limoneno (17,50% a 31,10%) foram os majoritários de quatro cultivares da espécie *M. spicata* (Arka, Neera, Neerkalka e MSS-5).

Em trabalho para avaliação da variação dos componentes químicos de óleos essenciais de folhas de *M. arvensis*, *M. piperita* e *M. spicata*, em diferentes épocas de colheita no Paquistão, Hussain *et al.* 2010, encontraram como principal constituinte do óleo essencial de *M. arvensis* no verão e no inverno, o mentol com 78,90% e 81,30%, mentona com 4,42% e 1,38% e *iso*-mentona com 6,35% e 9,19%, respectivamente. Na *M. spicata* foi encontrado o carvone, na concentração de 59,50% (verão) e 63,24% (inverno) e o limoneno na concentração de 10,44% (verão) e 9,09% (inverno). Para *M. piperita*, os autores encontraram como componente majoritário, no verão e inverno, a mentona, acetato de mentila e limoneno com porcentagens de 28,13% e 25,54%; 9,51% e 9,68%; 7,58% e 7,73%, respectivamente, diferente do que foi identificado nas análises químicas da presente tese.

Na literatura encontram-se também porcentagens de mentol que variam entre 33,37-54,20%, mentona de 7,30-25,20% e *iso*-mentona de 0,27-5,34% para *M. piperita* (Bassolé *et al.* 2010, Kizil *et al.* 2010, Yang *et al.* 2010, Freire *et al.* 2012, Samber *et al.* 2015) e 37,00-56,85% de mentol,

5,00-20,25% de mentona e 5,24-21,13% de *iso*-mentona para *M. arvensis* (Pedrazzani & Ostrensky Neto 2014, Bokhari *et al.* 2016, Guedes *et al.* 2016, Makkar *et al.* 2018).

Govindarajan *et al.* (2012) encontraram o carvone e limoneno como principais componentes da *M. spicata* na concentração de 48,60% e 11,30%, respectivamente. Em outros trabalhos o carvone e limoneno também foram identificados como porcentagens de 40,80% e 20,80%; 50,33% e 16,47%; 49,50 % e 5,80%; 60,07% e 19,91%, respectivamente, do total de componentes (Soković *et al.* 2009, Kizil *et al.* 2010, Barros *et al.* 2015, Snoussi *et al.* 2015).

No óleo essencial de *C. nobilis*, Liu *et al.* (2012), identificou uma concentração de 85,75% de limoneno, seguido pelo composto β -myrcene com 10,89%. A porcentagem verificada por Gursoy *et al.* (2010) para limoneno foi de 76,77%, o segundo componente majoritário observado pelos autores foi o γ -terpineno com concentração de 8,24%. Artigos científicos que mostram o p-mentha-2,4(8)-diene como composto predominante no perfil químico de *C. nobilis*, não foram encontrados até o momento.

Manaila *et al.* (2016), também mostraram o limoneno como componente majoritário do óleo essencial de *C. paradisi*, na porcentagem de 98,61%. Uysal *et al.* (2011), realizaram a análise química de óleos essenciais das cascas de *C. paradisi* com dois métodos distintos de extração, a extração por micro-ondas sem solvente e hidrodestilação, o resultado encontrado foi, o limoneno como o componente mais abundantes, com concentrações de 91,50% e 88,60%, respectivamente. Nos óleos essenciais cítricos, o limoneno é componente principal, que pode variar de 32,00 a 98,00% (Palazzolo *et al.* 2013).

Verma *et al.* (2009), realizaram a análises químicas de cinco cultivares de *C. winterianus* (Manjusha, Mandakini, Jalpallavi, Bio-13 e Medini) em diferentes estações na Índia. Em quatro destas variedades o citronelal > geraniol > citronelol foram os componentes de maior abundância, no verão, inverno e períodos chuvoso. Na cultivar Medini, foram encontrados no inverno, o

geraniol>geranial>citronelal>neral>citronelol, no verão, geraniol>citronelal>geranial>citronelol, no período de chuva, geraniol>citronelal>geranial>citronelol. O geraniol, citronenal e citronelol, na cultivar Medini, apresentam porcentagens no inverno de 43,71%, 11,03% e 6,73%, verão, 45,74%, 15,26% e 7,35%, período chuvoso, 41,57%, 18,94% e 6,33%, respectivamente. Em *C. winterianus*, o geraniol, citronelal e citronelol também pode ser encontrado em concentrações que variam de 17,70%-34,27%, 21,59%-61,00% e 7,43%-13,39%, respectivamente (Gonçalves *et al.* 2010, Lertsatitthanakorn *et al.* 2010, Beneti *et al.* 2011, Silveira *et al.* 2012, Singh & Kumar 2017, Eden *et al.* 2018).

Na China, Gao *et al.* 2016 identificaram o geranial, neral e limoneno como compostos majoritários em óleos essenciais de 13 variedade de *L. cubeba* (BJ1, BJ2, ZJ1, YX1, YX2, YX3, XN1, JO1, JO2, JO3, JO4, JO5 e FY1), com concentrações que variaram de 40,99%-48,40%, 33,89%-38,48% e 5,11%-11,99%, respectivamente, do óleo total. Outras porcentagens encontradas na literaturam para geranial, neral e limoneno, foram de 27,49 %, 23,57%, 18,82% (Yang *et al.*, 2014), 49,78%, 10,57%, 20,22% (Wang *et al.* 2015) e 30,70%, 26,70%, 8,10% (Huang *et al.* 2013), nessa ordem.

O tempo, local de coleta das amostras e as condições climáticas podem influenciar na composição química dos óleos essenciais, causando variações para uma mesma espécie (Si *et al.* 2012, Kakaraparthi *et al.* 2014). As diferenças qualitativas e quantitativas observadas por CG/EM, nesse estudo, para os óleos essenciais estudados podem ser atribuídas basicamente a dois fatores principais: genético e condições pedoclimáticos (Figueiredo *et al.* 2008).

Teste de Fitotoxicidade dos Óleos Essenciais. Antes de iniciar qualquer teste de produtos, sejam eles naturais ou sintéticos, contra insetos praga, é importante ter o estudo prévio da sua fitotoxicidade, já que dependendo da concentração a ser utilizada, ela pode ou não ser prejudicial a planta (Dequech *et al.* 2008). O processo de fitotoxicidade acontece quando o metabolismo natural

da planta reconhece moléculas desconhecidas e tenta eliminá-las, no entanto, esses tóxicos podem atingir o sítio alvo, levando a planta a manifestar sintomas irreversíveis que podem ser estruturais ou fisiológicos (Carvalho *et al.* 2009).

O presente estudo avaliou a ação fitotóxica de sete óleos essenciais na área foliar de plantas de couve. Trabalhos semelhantes não foram encontrados, no entanto, há registros que mostram a atuação fitotóxica de alguns desses óleos essenciais, seus componentes majoritários e espécies do mesmo gênero sobre diferentes espécies vegetais. Chauhan *et al.* (2011), avaliaram a atividade de inibição do crescimento de brotos de *Solanum tuberosum* (Linnaeus) pelo método de fumigação do óleo essencial de *M. spicata*. O resultado encontrado foi que na fase gasosa o óleo essencial foi considerado agente fitotóxico sobre brotos de batata. Kedia *et al.* (2015) utilizaram o mesmo método e óleo essencial sobre sementes de *Cicer arietinum* (Linnaeus), essas apresentaram 100% de germinação e crescimento de plântulas. No mesmo ano, a atividade fitotóxica do óleo de *M. piperita* sobre a porcentagem de germinação, comprimento de raiz, comprimento de parte aérea e peso seco das plântulas de duas hortaliças, *Lycopersicon esculentum* (Miller) e *Raphanus sativus* (Linnaeus) e três plantas daninhas, *Convolvulus arvensis* (Linnaeus), *Portulaca oleracea* (Linnaeus) e *Echinochloa colonum* (Linnaeus), foram observadas por Mahdavia & Saharkhiz (2015) onde, o acréscimo das concentrações utilizadas ocasionavam o decréscimo das características avaliadas. Lopez-Reyes *et al.* (2013) relatam que óleos essenciais de *M. piperita* e *M. arvensis* na concentração de 10%, apresentam fitotoxicidade sobre frutos *Prunus armeniaca* (Linnaeus), *Prunus persica* var. nectarine (Linnaeus) e *Prunus domestica* (Linnaeus).

Óleos essenciais do gênero *Citrus* foram estudados por Ben Miri *et al.* (2018), que demonstraram pequena fitotoxicidade dos óleos essenciais sobre sementes da espécie *Triticum aestivum* (Linnaeus). Fagodia *et al.* (2017) avaliaram a natureza fitotóxica do óleo essencial de *C. aurantiifolia* e o limoneno sobre a germinação, crescimento da plântula e crescimento radicular de

plantas daninhas da espécie *Avena fátua* (Linnaeus), *Echinochloa crus-galli* (Linnaeus) e *Phalaris minor* (Retzius), em concentrações variando de 0,10 a 1,50 mg ml⁻¹. Os seus resultados mostraram que o óleo essencial é mais fitotóxico que seu constituinte majoritário.

Poonpaiboonpipat *et al.* (2013) em trabalho com uma espécie do gênero *Cymbopogon* encontraram atividade fitotóxica. Na concentração mais alta utilizada o óleo essencial de *Cymbopogon citratus* inibiu a germinação e o crescimento da plântula de *Echinochloa crus-galli* (Linnaeus). Resultados de fitotoxicidade dos compostos químicos geraniol e citronelal sobre algumas espécies de plantas daninhas também foram encontrados (Singh *et al.* 2006, Omar & Seng 2019).

O citral é uma mistura dos compostos químicos geraniol (*trans*-citral ou citral A) e neral (*cis*-citral ou citral B) (Lewinsohn *et al.* 1993), presentes no óleo essencial de *L. cubeba*. Graña *et al.* (2013) submeteram plantas adultas de agrião thale (*Arabidopsis thaliana* (Linnaeus)) ao citral por meio de dois métodos de aplicação (rega e pulverização). As amostras regadas tiveram seu crescimento reduzido, enquanto que nas amostras pulverizadas, algumas plantas apresentaram clorose e até necrose e outras tiveram uma pequena redução no crescimento e ou nenhum dano foliar.

Com os dados encontrados na literatura e no presente trabalho é possível observar que os sete óleos essenciais estudados apresentaram fitotoxicidade de pequena a leve sobre folhas de couve, enquanto que para outras espécies de plantas, os mesmos óleos essenciais ou óleos pertencentes ao mesmo gênero ou componentes químicos presentes em sua composição, tem atividade fitotóxica sobre diferentes características do vegetal. Outro fato importante a ser observado é que, visto a dificuldade em encontrar registros, é necessário que novos trabalhos sejam realizados e diferentes características vegetais avaliadas.

Bioensaios de Toxicidade Larval. A busca por resultados que possam contribuir de maneira sustentável com o manejo da traça-das-crucíferas, *P. xylostella*, minimizando o uso de

contaminantes químicos e a resistência de populações é de grande importância para este estudo, que verificou que o controle positivo, Decis[®], teve baixa eficácia. Ao longo dos anos, a deltametrina foi bastante utilizada para controle de *P. xylostella* no Nordeste do Brasil e outras regiões, mas, atualmente, seu uso foi bastante reduzido pela ausência de sua eficácia (Oliveira *et al.* 2011). Trabalhos como de Silva *et al.*, (1993) e Castelo Branco & Gatehouse (1997), mostram que até o início dos anos 90, a deltametrina apresentava eficiência no controle de *P. xylostella*, porém, no final da década, começaram a descobrir populações resistente a este princípio ativo.

As curvas de concentração-resposta para o inseticida botânico Azamax[®] (i.a. azadiractina) apresentou uma concentração letal (CL₅₀) quase 5 vezes menos tóxica, quando comparado com o óleo essencial que apresenta menor CL₅₀, *L. cubeba*.

Além de mostrarem-se eficientes no controle de larvas de terceiro instar de *P. xylostella*, os sete óleos essenciais testados também apresentaram resultados melhores que os inseticidas, sintético e botânico, disponíveis no mercado, com exceção do óleo de *M. piperita* e *C. paradisi*, que estatisticamente, não diferiram do Azamax[®]. A diversidade química presente na composição dos óleos essenciais e seus diferentes modos de ação (Chauhan *et al.* 2009, Pavela 2015) é possivelmente o que explica esses resultados.

O potencial dos óleos essenciais como estratégia favorável no controle de insetos tem sido enfatizado (Tapondjou *et al.* 2005; Chaieb *et al.* 2007; Govindarajan *et al.* 2013; Govindarajan *et al.* 2016).

Até o presente momento, os registros da atuação dos óleos aqui investigados contra *P. xylostella* são raros. No entanto, alguns registros dos óleos testados são relatados contra outras pragas agrícola e urbana. Estudos com espécies das famílias Lamiaceae, Rutacea, Poaceae, e Lauraceae, são encontrados demonstrando seus efeitos tóxicos sobre diferentes insetos praga. Mahmoudvand *et al.* (2011) em estudos com diferentes óleos essenciais sobre adultos de

Callosobruchus maculatus (Fabricius) demonstraram que as espécies *Rosmarinus officinalis* (L.) ($CL_{50} = 46,81 \mu\text{L L}^{-1}$) e *M. piperita* ($CL_{50} = 7,86 \mu\text{L L}^{-1}$) tiveram toxicidade fumigante relevante sobre a praga. Mais recentemente, Trivedi *et al.* (2017) também concluíram que óleos essenciais das espécies *Cinnamomum zeylanicum* (Blume), *Cinnamomum verum* (J. Presl.), *R. officinalis*, *Citrus Bergamia* (Risso) e *M. arvensis* são eficazes no controle de *Callosobruchus chinensis* (Linnaeus). As concentrações letais (CL_{50}) dos óleos essenciais de *M. piperita* e *Mentha pulegium* (L.) encontradas por Ebadollahi *et al.* (2017) foram de $15,25 \mu\text{L L}^{-1}$ e $23,13 \mu\text{L L}^{-1}$ sobre *Aphis gossypii* (Glover). Óleos de *Ocimum basilicum* (L.) e *M. spicata* mostraram-se altamente tóxico contra adultos de *Ephestia kuehniella* (Zeller) e *Plodia interpunctella* (Hubner) (Eliopoulos *et al.* 2015). Em larvas de segundo e terceiro instar de *Anarta trifolii* (Hufnagel), óleos essenciais de *M. pulegium*, *M. spicata*, *M. piperita* apresentaram concentrações letais (CL_{50}) de 0,41; 7,05; 11,36 $\mu\text{L L}^{-1}$ e 0,80; 11,72; 20,32 $\mu\text{L L}^{-1}$, respectivamente (Darabi & Khajehali, 2017).

Giatropoulos *et al.* (2012), em trabalho com óleos essenciais de *Citrus sinensis* (L.) Osbeck, *Citrus limon* (L.) Osbeck e *C. paradisi* sobre *Aedes albopictus* (Skuse), encontraram valores de CL_{50} de 28,68; 25,03 e 37,03 mg L^{-1} , respectivamente, indicando a alta eficiência desses óleos como agentes alternativos. Óleos essência de *Citrus reticulata* (Blanco), *C. sinensis*, *C. paradisi* e *Citrus grandis* (L.) Osbeck foram tóxicos para *C. chinensis*, *Trogoderma granarium* (Everts) e *Tribolium castaneum* (Herbst) (Zia *et al.* 2013). Heidari *et al.* (2017) também encontraram toxicidade de óleos essenciais de *C. sinensis* ($CL_{50} = 7,27 \mu\text{l L}^{-1}$) e *C. paradisi* ($CL_{50} = 7,70 \mu\text{L L}^{-1}$) sobre *T. castaneum*. Palacios *et al.* (2009) em teste com *Musca domestica* (Linnaeus) encontraram a concentrações letal (CL_{50}) para os óleos essenciais de *C. sinensis*, *Citrus aurantium* (L.), *C. limon*, *C. paradisi*, *C. reticulata* nos valores de 3,90; 4,80; 6,50; 6,80 e 7,00 mg dm^{-3} , respectivamente.

Óleo essencial de *Cymbopogon citratus* (D.C) Stapf., *Cinnamomum cassia* (Linnaeus) J. Presl. e *Cymbopogon nardus* (L.) Rendle em bioensaio de toxicidade residual no controle de

Trichoplusia ni (Hubner), apresentaram CL_{50} de 7,70; 8,50 e 10,10 mg mL⁻¹, respectivamente. Para o mesmo bioensaio, o óleo essencial de *L. cubeba*, não causou mortalidade nas larvas de terceiro instar da praga (Jiang *et al.* 2010). Em experimentos com outros modos de ação, o óleo essencial de *L. cubeba* mostrou-se tóxico. Yang *et al.* (2014) trabalharam com toxicidade fumigantes de óleo essencial de *L. cubeba* sobre *Lasioderma serricorne* (Fabricius) e *Liposcelis bostrychophila* (Badonnel) e encontraram valores de $CL_{50} = 22,97$ mg L⁻¹ e 0,73 mg L⁻¹, respectivamente. Utilizando o método de fumigação e toxicidade por contato sobre *Luciaphorus perniciosus* (Rack), Pumnuan *et al.* (2010) encontraram mortalidade de 91,20% e 97,50%, respectivamente, nas maiores concentrações utilizadas.

Murcia-Meseguer *et al.* (2018), observaram que óleos essenciais de *Cinnamomum zeylanicum*, *Pogostemon cablin* (Benth) e *C. winterianus* causaram mortalidade em larvas de terceiro instar e adultos de *Spodoptera exigua* (Hubner). Gusmão *et al.* (2013), comprovaram que o óleo essencial de *C. winterianus* é eficiente no controle de *C. maculatus*.

Em trabalho recente, Koundal *et al.* (2018) observaram a toxicidade larval de óleos essenciais extraídos de folhas de *M. spicata* e *M. piperita*, com CL_{50} de 1,86 mg mL⁻¹ e 1,37 mg mL⁻¹, respectivamente, sobre larvas de segundo instar de *P. xylostella*.

Muitos óleos derivados de diferentes espécies botânicas vêm sendo estudados como método de controle de *P. xylostella*. Reddy *et al.* (2015) verificaram os efeitos de toxicidade residual dos óleos essenciais de *Acorus calamus* (Linnaeus), *Cedrus deodara* (Roxb.) G. Don. e *Murraya koenigii* (Linnaeus) Sprengel em larvas de *P. xylostella*, concluindo que estes óleos, com CL_{50} de 0,29; 1,08 e 1,93 mg mL⁻¹, respectivamente, são ferramentas eficazes para manejo da praga. Wei *et al.* (2015) tiveram a mesma conclusão quando realizaram um estudo na China com óleo essencial de *Chenopodium ambrosioides* (Linnaeus) em diferentes instares da praga. Em teste de toxicidade por fumigação, a concentração letal mostrou que no segundo instar ($CL_{50} = 2,43$ mg L⁻¹) o óleo foi

mais tóxico do que no terceiro e quarto instar ($CL_{50} = 6,14$ e $7,30$ mg L^{-1} , respectivamente), que tiveram valores semelhantes. Recentemente, Gao *et al.* (2018), mostraram que o óleo essencial de *Allium tuberosum* (Rottler ex Spreng) apresenta alta toxicidade sobre as larvas da praga, com concentração letal (CL_{50}) de $0,56$ $\mu L mL^{-1}$. Em bioensaio de toxicidade residual, Babu *et al.* (2018) encontraram eficiência no óleo essencial de *Zingiber officinale* (Roscoe) e Filomeno *et al.* (2017), no óleo essencial de *Corymbia citriodora* (Hill & Johnson). Nasr *et al.* (2017) verificaram que o óleo essencial de *Origanum vulgare* (Linnaeus) possui efeito larvicida ($CL_{50} = 1,52\%$) em larvas de terceiro instar de *P. xylostella*.

São escassos os dados referentes a atividade tóxica de inseticidas botânicos sobre a traça-das-crucífera, *P. xylostella*. É necessário que novos estudos sejam realizados, avaliando parâmetros fisiológicos e morfológicos, efeitos sobre inimigos naturais e testes em campo.

Bioensaios de Toxicidade nos ovos. O efeito residual dos óleos essenciais sobre os ovos de *P. xylostella* causou o escurecimento no cório, inviabilizando os ovos. Isso pode ter ocorrido por conta de um “efeito barreira” ocasionados pelos constituintes presentes nos óleos essenciais ou a penetração, causando a diminuição da atividade respiratória do embrião, além de modificações na estrutura da casca e membranas presentes na estrutura interna do ovo. Os efeitos ovicidas podem variar de acordo com a espécie de insetos e as substâncias utilizadas (Beament & Lal 1957, Don Pedro 1989, Credland, 1992).

Pavela *et al* (2016), realizaram um trabalho com a praga *Tetranychus urticae* (Koch), testando diferentes óleos essenciais sobre os ovos do ácaro, o maior efeito ovicida foi encontrado no óleo de *M. spicata* ($CL_{50} = 0,30$ $\mu L L^{-1}$), seguido por *M. arvensis* ($CL_{50} = 4,80$ $\mu L L^{-1}$).

Choi *et al* (2003) observaram que $0,0093$ $\mu L mL^{-1}$ de óleo essencial de *M. piperita* sobre ovos de *Trialeurodes vaporariorum* (Westwood) proporcionou mortalidade de 100%. Em trabalho mais recente, Warikoo *et al* (2011) testaram óleo essencial de *M. piperita* sobre ovos de *Aedes aegypti*

(Linnaeus) e também comprovaram a eficiência desse óleo, em concentrações a partir de 1%, a porcentagem de eclosão foi de 0%.

Uma espécie da família Lauraceae que apresentou efeito ovicida foi o óleo essencial de *Cinnamomum zeylanicum* sobre *Pediculus humanus capitis* (De Geer), Yang *et al.* 2005 verificaram que os ovos da praga ao serem tratados na concentração de 0,5 mg cm⁻², a inibição na taxa de eclosão foi de 100%. Mondal & Khalequzzaman (2009) também encontraram toxicidade no óleo essencial de *C. zeylanicum* ao tratarem ovos de *T. castaneum*.

Phasomkusolsil & Soonwera (2012) realizaram bioensaios de toxicidade ovicida do óleo essencial de *C. sinensis* nos ovos dos mosquitos *A. aegypti*, *Anopheles dirus* (Peyton & Harrison) e *Culex quinquefasciatus* (Say), submetendo-os a três concentrações distintas, os autores observaram que as taxas de eclosão na maior concentração (10%) foram de 26,40%, 28,80% e 22,50%, respectivamente. Em outro bioensaio com espécies da família Rutaceae, Ramar *et al.* (2014) mostraram que ovos de *C. quinquefasciatus* foram bastante susceptíveis aos óleos essenciais de *C. limon* e *C. sinensis*, causando 97,50 % e 81,20 % de mortalidade, respectivamente, na concentração de 200 ppm. Já Delkhoon *et al.* (2013), observaram que óleo essencial da casca de *C. aurantifolia* pode ser usado para o controle de ovos de *T. vaporariorum*.

Raja & William (2008), mostraram que óleo essencial de *C. winterianus* também são tóxicos para ovos de *C. maculatus*. Uma outra espécie, também pertencente ao gênero *Cymbopogon* (Poaceae) que mostrou ação tóxica para ovos, foi o *C. citratus*, que na maior concentração testada, de 300 ppm, a atividade ovicida foi de 100% sobre o mosquito *C. quinquefasciatus* (Pushpanathan *et al.* 2006). Setiawati *et al.* (2011), em trabalho sobre a atividade ovicida de óleos essenciais de *C. nardus* sobre *Helicoverpa armigera* (Hubner), mostraram que houve 95% de redução na eclodibilidade quando os ovos eram tratados em concentração de 4000 ppm.

O potencial ovicida do óleo essencial de *C. paradisi*, pode também ser observado no estudo de Ivoke *et al.* (2013), onde testaram o óleo essencial da casca sobre ovos de *A. aegypti*, os autores constataram a mortalidade total dos ovos quando submetidos a concentrações de 400 ppm. Ruiz *et al.* (2014) trataram ovos de *Anastrepha fraterculus* (Wiedemann) e *Ceratitis capitata* (Wiedemann) com extrato etéreo de *C. paradisi*, e obtiveram CL₅₀ de 26,25 e 72,94 µL mL⁻¹, respectivamente.

Os óleos essenciais estudados apresentaram efeito ovicida iguais ou melhores que o controle positivo Decis®, com exceção dos óleos essenciais de *C. winterianus* e *C. paradisi*, que apresentaram toxicidade menor. O que é de grande valia, já que se busca inseticidas alternativos capazes de substituir os inseticidas sintéticos, que são comprovadamente, os responsáveis por grandes impactos na saúde humana e do meio ambiente (Mahmood *et al.* 2016).

No levantamento bibliográfico realizado foram encontrados poucos artigos científicos com bioensaios de toxicidade ovicida dos óleos essenciais de *M. arvensis*, *M. spicata*, *M. piperita*, *C. nobilis*, *C. paradisi*, *C. winterianus* e *L. cubeba* sobre a mariposa, *P. xylostella*. Satyanarayana & Arunakumara (2016) relataram que a redução na eclodibilidade de ovos utilizando *Mentha* sp. e *C. winterianus* foi de 63,54% e 9,94%, respectivamente.

Trabalhos com produtos naturais de outras espécies de plantas foram encontrados, incluindo exemplares pertencentes a mesma família de espécies aqui estudadas. Sangha *et al.* (2017) realizaram experimentos de toxicidade ovicida com óleos essenciais de *Artemisia abrotanum* (Linnaeus) (Asteraceae), *Abies balsamea* (L.) Mill. (Pinaceae), *Piper nigrum* (L.) (Piperaceae), *Eucalyptus polybractea* (Baker) (Myrtaceae), *Allium sativum* (L.) (Amaryllidaceae), Pau-rosa (uma mistura de diferentes componentes do óleo), *Tanacetum vulgare* (L.) (Asteraceae) e *Thymus zygis* (L.) (Lamiaceae). Concluíram que todos apresentaram bioatividade, mas os óleos essenciais mais ativos e que podem ser utilizados no manejo da praga são Pau-rosa, *A. sativum* e *T. zygis*. Em estudos com extrato metanólico, hexânico, de acetato de etila e aquoso na concentração de 7,50%,

Matharu & Mehta (2017), observaram 100% de inibição da eclosão dos ovos de *P. xylostella* quando tratados com extrato de metanol e hexano de *Acorus calamus*, para a espécie *Vitex negundo* (L.) o extrato metanólico foi o melhor, a eclodibilidade foi de 19,19%. Já os resultados de taxa de eclosão para extrato de acetato de etila de *Adhatoda vasica* (Linnaeus) Nees e extrato metanólico de *Dioscorea deltoidea* (Wall.), foram de 61,74% e 68,80%, respectivamente. Satyanarayana & Arunakumara (2016) encontraram grande potencial ovicida em óleos de *Foeniculum vulgare* (Mill.) e *Ocimum sericanum*, que reduziram a eclosão dos ovos de *P. xylostella* em 100%.

Ainda são poucos os estudos dos efeitos dos inseticidas botânicos sobre ovos de insetos praga. Segundo Campbell *et al.* (2016), o foco do manejo sempre são os estágios subsequentes a fase de ovo, já que para muitos agricultores esta fase não causaria danos diretos e por ter quase nenhuma visibilidade no campo, mas esses ovos não controlados podem ser responsáveis por uma nova reinfestação.

Ao compararmos as concentrações letais dos bioensaio de toxicidade nas larvas e ovos, é notório que as concentrações letais do bioensaio com ovos é bem menor, ou seja, estes foram mais susceptíveis aos óleos, não corroborando com Campbell *et al.* (2016) que afirma ser esta a fase mais complicada para controlar. Os ovos de grande parte dos insetos apresentam em sua estrutura duas membranas extraembionárias chamadas amnion e serosa (Panfilio 2008). O amnion se estende a margem do embrião e forma um líquido ventral, já a membrana serosa envolver o embrião e o amnio (Schmidt-Ott 2005). A serosa, no processo de embriogênese, é responsável em secretar a cutícula serosa, que tem como função impedir que o ovo perca água e sofra dessecação, além de proteger contra infecção, contendo uma epicutícula rica em lipídios e uma endocutícula com quitina (Slifer 1937, McFarlane, 1960, Vargas *et al.* 2014, Rezende *et al.* 2008, Goltsev *et al.* 2009).

Cerca de 47% do total de componentes químicos dos sete óleos essenciais não apresentam oxigênio na sua estrutura química, o que designa a sua lipofilicidade (Garcia *et al.* 2014). A natureza

lipofílica desses componentes químicos, sugere ser uma das explicações para a maior vulnerabilidade dos ovos de *P. xylostella*. Essas substâncias penetram com mais facilidade por meio do córion ultrapassando essas cutículas causando a morte do embrião ou ocorre a interferência mecânica no mecanismo de trocas gasosas, formando uma barreira, que desencadearia o acúmulo de metabólitos tóxicos na parte interna do ovo, não podendo ser eliminado pelo córion. Outra explicação é que nessa fase o embrião não apresenta sua estrutura nervosa desenvolvida tornando-o mais susceptível (Smith & Pearce 1948, Stamopoulos *et al.*, 2007, Wins-Purdy *et al.* 2009).

A toxicidade menor em larvas de *P. xylostella* pode ter ocorrido pela redução da penetração dos compostos químicos no tegumento do inseto, detoxificação ou metabolização dessas substâncias por enzimas, impedindo que os agentes tóxicos se acumulem no sítio-alvo (Ahmad *et al.* 2006).

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES (Maio/2015 a Fevereiro/2019) pela bolsa PROEX de estudo concedida à Tamara Thays Barbosa Leal e apoio financeiro por meio dos projetos CT/AGRO/CNPq nº 403.161/2013-0 e Projeto Universal CNPq nº 47.778/2013-5.

Literatura Citada

- Adams, R.P. 2007.** Identification of essential oil components by gas chromatography/ quadrupole mass spectroscopy. Illinois, Allured Publishing Corporation: Carol Stream, 804 p.
- Agrawal, N., A.S. Choudhary, M.C. Sharma & M.P. Dobhal. 2011.** Chemical constituents of plants from the genus *Litsea*. Chem. Biodivers. 8: 223-243.
- Ahmad, M., I. Denholm & R. H. Bromilow. 2006.** Delayed cuticular penetration and enhanced metabolism of deltamethrin in pyrethroid-resistant strains of *Helicoverpa armigera* from China and Pakistan. Pest Manag. Sci. 62: 805-810.

- Alvez, A., W.P.H.L.M. Kogan, E.E.S. Helfgott & R. Hansen. 1974.** Recomendaciones sobre unificación de los sistemas de evaluación en ensayos de control de malezas. *Rev. Alam.* 1: 35-38.
- Aziz, E.E. & M.H. Abbass. 2010.** Chemical composition and efficiency of five essential oils against *Callosobruchus maculatus* (F.) on *Vigna radiata* seeds. *Am. Eurasian J. Agric. Environ. Sci.* 8: 411-419.
- Babu, G.D.K., S.K. Dolma, M. Sharma & S.G.E. Reddy. 2018.** Chemical composition of essential oil and oleoresins of *Zingiber officinale* and toxicity of extracts/essential oil against diamondback moth (*Plutella xylostella*). *Toxin Rev.* 1-10.
- Bandeira, G.N., C.A.G. Camara, M.M. Moraes, R. Barros, S. Muhammad & Akhtar. 2012.** Insecticidal activity of *Muntingia calabura* extracts against larvae and pupae of diamondback, *Plutella xylostella* (Lepidoptera, Plutellidae). *J. King Saud Univ. Sci.* 25: 83-89.
- Barros, A.S., S.M. Morais, P.A.T. Ferreira, Í.G.P. Vieira, A.A. Craveiro, R.O.S. Fontenelle, J.E.S.A. Menezes, F.W.F. Silva & H.A. Sousa. 2015.** Chemical composition and functional properties of essential oils from *Mentha* species. *Ind. Crops Prod.* 76: 557-564.
- Barros, R., R.T. Thuler & F.F. Pereira. 2012.** Técnica de criação de *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Yponomeutidae), p. 65-84. In D. Pratissoli (ed.), Técnicas de criação de pragas de importância agrícola, em dietas naturais. Vitória, EDUFES, 308p.
- Bassolé, I.H.N., A. Lamien-Meda, B. Bayala, S. Tirogo, C. Franz, J. Novak, R.C. Nebié, R. C. & M.H. Dicko. 2010.** Composition and antimicrobial activities of *Lippia multiflora* Moldenke, *Mentha x piperita* L. and *Ocimum basilicum* L. essential oils and their major monoterpene alcohols alone and in combination. *Molecules* 15: 7825-7839.
- Beament, J.W.L. & R. Lal. 1957.** Penetration through the egg-shell of *Pieris brassicae* (L.). *Bull. Entomol. Res.* 48: 109-125.
- Ben Miri, Y., A. Ariño & D. Djenane. 2018.** Study of antifungal, anti-aflatoxicogenic, antioxidant activity and phytotoxicity of Algerian *Citrus limon* var. Eureka and *Citrus sinensis* var. Valencia essential oils. *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 21: 345-361.
- Beneti, S.C., E. Rosset, M.L. Corazza, C.D. Frizzo, M. Di Luccio & J.V. Oliveira. 2011.** Fractionation of citronella (*Cymbopogon winterianus*) essential oil and concentrated orange oil phase by batch vacuum distillation. *J. Food Eng.* 102: 348-354.
- Bokhari, N., K. Perveen, M. Al Khulaifi, A. Kumar & I. Siddiqui. 2016.** In vitro antibacterial activity and chemical composition of essential oil of *Mentha arvensis* Linn. leaves. *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 19: 907-915.
- Caboni, P., M. Cabras, A. Angioni, M. Russo & P. Cabras. 2002.** Persistence of azadirachtin residues on olives after field treatment. *J. Agric. Food Chem.* 50: 3491-94.

- Campbell, B.E., R.M. Pereira & P.G. Koehler. 2016.** Complications with controlling insect eggs, p. 83-96. In S. Trdan (eds.), *Insecticides Resistance*. Rijeka, InTech, 448p.
- Carvalho, S.J.P.D., M. Nicolai, R.R. Ferreira, A.V.D.O. Figueira & P.J. Christoffoleti. 2009.** Herbicide selectivity by differential metabolism: considerations for reducing crop damages. *Sci. Agric.* 66: 136-142.
- Castelo Branco, M. & A.G. Gatehouse. 1997.** Insecticide resistance in *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Yponomeutidae) in the Federal District, Brazil. *An. Soc. Entomol. Bras.* 26: 75-79.
- Chaieb, K., H. Hajlaoui, T. Zmantar, A.B. Kahla-Nakbi, R. Mahmoud, K. Mahdouani & A. Bakhrouf. 2007.** The chemical composition and biological activity of clove essential oil, *Eugenia caryophyllata* (*Syzygium aromaticum* L. Myrtaceae): a short review. *Phytother. Res.* 21: 501-506.
- Charleston, D.S., R. Kfir, M. Dicke & L.E. Vet. 2006.** Impact of botanical extracts derived from *Melia azedarach* and *Azadirachta indica* on populations of *Plutella xylostella* and its natural enemies: a field test of laboratory findings. *Biol. Control* 39: 105-114.
- Chauhan, R.S., M.K. Kaul, A.K. Shahi, A. Kumar, G. Ram & A. Tawa. 2009.** Chemical composition of essential oils in *Mentha spicata* L. accession [IIIM(J)26] from North-West Himalayan region, India. *Ind. Crops Prod.* 29: 654-656.
- Chauhan, S.S., O. Prakash, R.C. Padalia, Vivekanand, A.K. Pant & C.S. Mathela. 2011.** Chemical diversity in *Mentha spicata*: antioxidant and potato sprout inhibition activity of its essential oils. *Nat. Prod. Commun.* 6: 1373-1378.
- Choi, W.I., E.H Lee, B.R. Choi, H.M Park & Y.J. Ahn. 2003.** Toxicity of plant essential oils to *Trialeurodes vaporariorum* (Homoptera: Aleyrodidae). *J Econ Entomol* 96: 1479-1484.
- Credland, P.F. 1992.** The structure of bruchid eggs may explain the ovicidal effect of oils. *J. Stored Prod. Res.* 28: 1-9.
- Darabi, K., & J. Khajehali. 2017.** Bioactivity of essential oils of mentha species and cuminum cyminum L. on *Anarta trifolii* (Hufnagel) (Lepidoptera: Noctuidae). *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 20: 1097-1106.
- Delkhooon, S., M. Fahim, J. Hosseinzadeh, & O. Panahi, O. 2013.** Effect of lemon essential oil on the developmental stages of *Trialeurodes vaporariorum* West (Homoptera: Aleyrodidae). *Arch. Phytopathology Plant Protect.* 46: 569-574.
- Dequech, S.T.B., L.P. Ribeiro, C.D. Sausen, R. Egewarth & N.D. Kruse. 2008.** Fitotoxicidade causada por inseticidas botânicos em feijão-de-vagem (*Phaseolus vulgaris* L.) cultivado em estufa plástica. *Rev. FZVA.* 15: 71-80.

- Don Pedro, K.N. 1989.** Mode of action of fixed oils against eggs of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). Pest. Sci. 26: 107- 116.
- Dutra, K.D.A., J.V. de Oliveira, D.M.D.A.F. Navarro, D.R.E.S. Barbosa & J.P.O. Santos. 2016.** Control of *Callosobruchus maculatus* (FABR.) (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) in *Vigna unguiculata* (L.) Walp. with essential oils from four *Citrus* spp. Plants. J. Stored Prod. Res. 68: 25-32.
- Ebadollahi, A., M. Davari, J. Razmjou & B. Naseri. 2017.** separate and combined effects of mentha piperata and mentha pulegium essential oils and a pathogenic fungus lecanicillium muscarium against *Aphis gossypii* (Hemiptera: Aphididae). J. Econ. Entomol. 110: 1025-1030.
- Eden, W.T., D. Alighiri, E. Cahyono, K.I. Supardi & N. Wijayati. 2018.** Fractionation of java citronella oil and citronellal purification by batch vacuum fractional distillation. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 349: 1-8.
- Eliopoulos, P.A., C.N. Hassiotis, S.S. Andreadis & A. E.E. Porichi. 2015.** Fumigant toxicity of essential oils from basil and spearmint against two major pyralid pests of stored products. J. Econ. Entomol. 108: 805-810.
- Fagodia, S.K., H.P. Singhb, D.R. Batisha & R.K. Kohli. 2017.** Phytotoxicity and cytotoxicity of *Citrus aurantiifolia* essential oil and its major constituents: Limonene and citral. Ind. Crops Prod. 108: 708-715.
- Figueiredo, A.C., J.G. Barroso, L.G. Pedro & J.J.C. Scheffer. 2008.** Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. Flavour Fragr. J. 23: 213-226.
- Filomeno, C. A., Barbosa, L. C. A., Teixeira, R. R., Pinheiro, A. L., de Sá Farias, E., de Paula Silva, E. M., & Picanço, M. C. 2017.** *Corymbia* spp. and *Eucalyptus* spp. essential oils have insecticidal activity against *Plutella xylostella*. Ind. Crops Prod. 109: 374-383.
- Finney, D.J. 1971.** Probit analysis. London, Cambridge University Press, 333p.
- Freire, M.M.J.G., O.D. Dhingra, C.M. Jardim, R.C. Barcelos & V.M.M. Valente. 2012.** Composition, antifungal activity and main fungitoxic components of the essential oil of *Mentha piperita* L. J. Food Saf. 32: 29-36.
- Gao, M., Y. Chen & Y. Wang. 2016.** Evaluation of the yields and chemical compositions of the essential oils of different *Litsea cubeba* varieties. J. Essent. Oil Bear. Pl. 19: 1888-1902.
- Gao, Q., L. Song, J. Sun, H.-Q. Cao, L. Wang, H. Lin & F. Tang. 2018.** Repellent action and contact toxicity mechanisms of the essential oil extracted from *Chinese chive* against *Plutella xylostella* larvae. Arch. Insect Biochem. Physiol. 100: 1-10.
- Garcia, L.P., B.L. Gonçalves, G. Panho & V.M. Scussel. 2014.** Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos em alimentos: uma revisão. Pubvet. 8: 1-47.

- Giatropoulos, A., D.P. Papachristos, A. Kimbaris, G. Koliopoulos, M.G. Polissiou, N. Emmanouel & A. Michaelakis. 2012.** Evaluation of bioefficacy of three *Citrus* essential oils against the dengue vector *Aedes albopictus* (Diptera: Culicidae) in correlation to their components enantiomeric distribution. *Parasitol. Res.* 111: 2253-2263.
- Goltsev, Y., G.L. Rezende, K. Vranizan, G. Lanzaro, D. Valle & M. Levine. 2009.** Developmental and evolutionary basis for drought tolerance of the *Anopheles gambiae* embryo. *Dev. Biol.* 330: 462-70.
- Gomes, M.S., M.G. Cardoso, M.J. Soares, L.R. Batista, S.M.F. Machado, M.A. Andrade, C. M.O. Azeredo, J.M.V. Resende & L.M.A. Rodrigues. 2014.** Use of essential oils of the genus *Citrus* as biocidal agents. *Am. J. Plant Sci.* 5: 299-305.
- Gonçalves, T.B., E.O. Sousa, F.F.G. Rodrigues & J. G. M. Costa. 2010.** Chemical composition and antibacterial evaluation of the essential oil from *Cymbopogon winterianus* jowitt (Gramineae). *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 13: 426-431.
- Govindarajan, M., M. Rajeswary & G. Benelli. 2016.** Chemical composition, toxicity and non-target effects of *Pinus kesiya* essential oil: an eco-friendly and novel larvicide against malaria, dengue and lymphatic filariasis mosquito vectors. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 129: 85-90.
- Govindarajan, M., R. Sivakumar, M. Rajeswari & K. Yogalakshmi. 2012.** Chemical composition and larvicidal activity of essential oil from *Mentha spicata* (Linn.) against three mosquito species. *Parasitol. Res.* 110: 2023-2032.
- Govindarajan, M., R. Sivakumar, M. Rajeswary & K. Yogalakshmi. 2013.** Chemical composition and larvicidal activity of essential oil from *Ocimum basilicum* (L.) against *Culex tritaeniorhynchus*, *Aedes albopictus* and *Anopheles subpictus* (Diptera: Culicidae). *Exp. Parasitol.* 134: 7-11.
- Graña, E., T. Sotelo, C. Díaz-Tielas, M.J. Reigosa & A.M. Sánchez-Moreiras. 2013.** The phytotoxic potential of the terpenoid citral on seedlings and adult plants. *Weed Sci.* 61: 469-481.
- Grassi Filho, H., B.B. Penteadó & C.H. Santos. 2005.** Preparo de amostras e métodos para a determinação do teor de óleo essencial de frutos de limoeiro. *Rev Bras Frutic.* 27: 191-193.
- Guedes, J.P.S., J.A.C. Medeiros, R.S. Souza e Silva, J.M.B. Sousa, M.L. Conceição & E.L. Souza. 2016.** The efficacy of *Mentha arvensis* L. and *M. piperita* L. essential oils in reducing pathogenic bacteria and maintaining quality characteristics in cashew, guava, mango, and pineapple juices. *Int. J. Food Microbiol.* 238: 183-192.
- Gupta, A.K., R. Mishra, A.K. Singh, A. Srivastava & R.K. Lal. 2017.** Genetic variability and correlations of essential oil yield with agro-economic traits in *Mentha* species and identification of promising cultivars. *Ind. Crops Prod.* 95: 726-732.

- Gursoy, N., B. Tepe & M. Sokmen. 2010.** Evaluation of the chemical composition and antioxidant activity of the peel oil of *Citrus nobilis*. *Int. J. Food Prop.* 13: 983-991.
- Gusmão, N.M.S., J.V.de Oliveira, D.M.A.F. Navarro, K.A. Dutra, W.A. da Silva & M.J.A. Wanderley. 2013.** Contact and fumigant toxicity and repellency of *Eucalyptus citriodora* Hook., *Eucalyptus staigeriana* F., *Cymbopogon winterianus* Jowitt and *Foeniculum vulgare* Mill. essential oils in the management of *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae). *J. Stored Prod. Res.* 54: 41-47.
- Heidari, F., M. Sarailoo, V. Ghasemi & A. Nadimi. 2017.** Toxic and oviposition deterrence activities of essential oils from *Citrus sinensis* (L.) Osbeck and *Citrus paradisi* (Macfarlane) fruit peel against adults of *Tribolium castaneum* (Herbst). *J. Crop Prot.* 6: 79-88.
- Huang, X.-W., Y.-C. Feng, Y. Huang & H.-L. Li. 2013.** Potential cosmetic application of essential oil extracted from *Litsea cubeba* fruits from China. *J. Essent. Oil Res.* 25: 112-119.
- Hussain, A., F. Anwar, P.S. Nigam, M. Ashrafd & A.H. Gilanif. 2010.** Seasonal variation in content, chemical composition and antimicrobial and cytotoxic activities of essential oils from four *Mentha* species. *J. Sci. Food Agric.* 90: 1827-1836.
- Ivoke, N., P.C. Ogbonna, F.N. Ekeh, N.E. Ezenwaji, C.I. Atama, V.C. Ejere, U.S. Onoja & J.E. Eyo. 2013.** Effects of grapefruit (*Citrus paradisi* MACF) (Rutaceae) peel oil against developmental stages of *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). *Southeast Asian J. Trop. Med. Public. Health.* 44: 970-978.
- Jiang, Z.L., Y. Akhtar, X. Zhang, R. Bradbury & M.B. Isman. 2010.** Insecticidal and feeding deterrent activities of essential oils in the cabbage looper, *Trichoplusia ni* (Lepidoptera: Noctuidae). *J. Appl. Entomol.* 136: 191-202.
- Juergens, U.R., M. Stober & H. Vetter. 1998.** The anti-inflammatory activity of Lmenthol compared to mint oil in human monocytes in vitro: a novel perspective for its therapeutic use in inflammatory diseases. *Eur. J. Med. Res.* 3: 539-545.
- Kakaraparthi, P.S., K.V.N.S. Srinivas, J.K. Kumar, A.N. Kumar, D.K. Rajput & V.U.M. Sarma. 2014.** Variation in the essential oil content and composition of citronella (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.) in relation to time of harvest and weather conditions. *Ind. Crop. Prod.* 61: 240-248.
- Kamal, G. M., F. Anwar, A. I. Hussain, N. Sarri & M. Y. Ashraf, 2011.** Yield and chemical composition of Citrus essential oils as affected by drying pretreatment of peels. *Int. Food Res. J.* 18: 1275-1282.
- Kamatou, G.P.P., I. Vermaak, A.M. Viljoen & B.M. Lawrence. 2013.** Menthol: A simple monoterpene with remarkable biological properties. *Phytochemistry*: 96: 15-25.

- Kedia, A., A.K. Dwivedy, D.K. Jha & N.K. Dubey. 2015.** Efficacy of *Mentha spicata* essential oil in suppression of *Aspergillus flavus* and aflatoxin contamination in chickpea with particular emphasis to mode of antifungal action. *Protoplasma*. 253: 647-653.
- Khani, A. & J. Asghari. 2012.** Insecticide activity of essential oils of *Mentha longifolia*, *Pulicaria gnaphalodes* and *Achillea wilhelmsii* against two stored product pests, the flour beetle, *Tribolium castaneum* and the cowpea weevil, *Callosobruchus maculatus*. *J. Insect Sci.* 12:1-10.
- Kim, J., M. Jang, E. Shin, J. Kim, S.H. Lee & C. G. Park. 2016.** Fumigant and contact toxicity of 22 wooden essential oils and their major components against *Drosophila suzukii* (Diptera: Drosophilidae). *Pest. Biochem. Physiol.* 133: 35-43.
- Kizil, S., N. Hasimi, V. Tolan, E. Kilinc & U. Yuksel. 2010.** Mineral content, essential oil components and biological activity of two menthe species (*M. piperita* L., *M. spicata* L.) *Turk. J. Field Crops.* 15: 148-153.
- Koul, O., S. Walia & G.S. Dhaliwal. 2008.** Essential oils as green pesticides: potential and constraints. *Biopestic. Int.* 4: 63-84.
- Koundal, R., S.K. Dolma, G. Chand, V.K. Agnihotri & S.G.E. Reddy. 2018.** Chemical composition and insecticidal properties of essential oils against diamondback moth (*Plutella xylostella* L.). *Toxin Rev.* 1-11.
- Kumar, P., S. Mishra, A. Malik & S. Satya. 2011.** Repellency, larvicidal and pupicidal activity of essential oils and their formulation against house fly, *Musca domestica*. *Med. Vet. Entomol.* 25: 302-310.
- Lertsatitthanakorn, P., S. Taweechaisupapong, C. Arunyanart, C. Aromdee & W. Khunkitti 2010.** Effect of citronella oil on time kill profile, leakage and morphological changes of propionibacterium acnes. *J. Essent. Oil Res.* 22: 270-274.
- Lewinsohn, E., N. Dudai, Y. Tadmor, I. Katzir, U. Ravid, E. Putievsky & D.M. Joel. 1998.** Histochemical localization of citral accumulation in lemongrass leaves (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf., Poaceae). *Ann. Bot.* 81: 35-39.
- Li, Q., X. Wang, Z. Yang, B. Wang & S. Li. 2009.** Menthol induces cell death via the TRPM8 channel in the human bladder cancer cell line T24. *Oncology.* 77: 335-341.
- Lingappa, S., K. Basavanagoud, K.A. Kulkarni, R.S. Patil & D.N. Kambrekar. 2004.** Threat to vegetable production by diamondback moth and its management strategies, p. 357-396. In: K.G. Mukerji (Ed.), *Fruit and vegetable Disease*. Netherlands, Springer, 554p.
- Liu, C., Y. Cheng, H. Zhang, X. Deng, F. Chen & J. Xu. 2012.** Volatile constituents of wild citrus mangshanyegan (*Citrus nobilis* Lauriro) peel oil. *J. Agric. Food Chem.* 60: 2617-2628.

- Lopes, J.M.S., T.F.G. Déo, B.J.M. Andrade, M. Giroto, A.L.S. Felipe, C.E.I. Junior, C.E.M.S. Bueno, T.F. Silva & F.C.C. Lima. 2011.** Importância econômica do citros no Brasil. Rev. Cient. Elet. Agron. 2: 1-4.
- Lopez-Reyes, J. G., D. Spadaro, A. Prella, A. Garibaldi & M.L. Gullino. 2013.** Efficacy of plant essential oils on postharvest control of rots caused by fungi on different stone fruits in vivo. J. Food Prot. 76: 631-639.
- Mahdavia, F. & M.J. Saharkhiz. 2015.** Phytotoxic activity of essential oil and water extract of peppermint (*Mentha × piperita* L.). J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants. 2: 146-153.
- Maheswaran, R. & S. Ignacimuthu. 2013.** Bioefficacy of essential oil from *Polygonum hydropiper* L. against mosquitoes, *Anopheles stephensi* and *Culex quinquefasciatus*. Ecotoxicol. Environ. Saf. 97: 26-31.
- Mahmood, I., S.R. Imadi, K. Shazadi, A. Gul & K. Hakeem. 2016.** Effects of pesticides on environment. p. 253-269. In: K. Hakeem, M. Akhtar & S. Abdullah (eds.), Plant, Soil and Microbes. Springer International Publishing.
- Mahmoudvand, M., M.H. Hosseinpour, H. Abbasipour, F. Rastegar & M. Basij. 2011.** Using some plant essential oils as natural fumigants against adults of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). Mun. Ent. Zoo. 6:150-154.
- Makkar, M.K., S. Sharma & H. Kaur. 2018.** Evaluation of *Mentha arvensis* essential oil and its major constituents for fungitoxicity. J. Food Sci. Technol. 55: 3840-3844.
- Manaila, E., M.D. Berechet, M.D. Stelescu, G. Craciun¹, D.E. Mihaiescu, B. Purcareanu, I. Calinescu, A. Fudulu & M. Radu. 2016.** Comparison between chemical compositions of some essential oils obtained by hydrodistillation from citrus peels. Rev. Quim. 67: 106-112.
- Matharu, K.S. & P.K. Mehta. 2017.** Ovicidal activity of crude extracts of indigenous plant species against *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae). Environ. Ecol. 35: 285-289.
- McFarlane, J., 1960.** Structure and function of the egg shell as related to water absorption by the eggs of *Acheta domesticus* (L.). Can. J. Zool. 38: 231-241.
- Mondal, M. & M. Khalequzzaman. 2009.** Ovicidal activity of essential oils against red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). J. bio-sci. 17: 57-62.
- Mondello, L., A. Casilli, P.Q. Tranchida, P. Dugo & G. Dugo. 2005.** Comprehensive two-dimensional GC for the analysis of *Citrus* essential oils. Flavour Frag. J. 20: 136-140.
- Moufida, S. & B. Marzouk. 2003.** Biochemical characterisation of blood orange, sweet orange, lemon, bergamot and bitter orange. Phytochemistry 62: 1283-1289.

- Murcia-Meseguer, A., T.J.S. Alves, F. Budia, A. Ortiz & P. Medina. 2018.** Insecticidal toxicity of thirteen commercial plant essential oils against *Spodoptera exigua* (Lepidoptera: Noctuidae). *Phytoparasitica*, 46: 233-245.
- Nasr, M., J.J. Sendi, S. Moharramipour & A. Zibae. 2017.** Evaluation of *Origanum vulgare* L. essential oil as a source of toxicant and an inhibitor of physiological parameters in diamondback moth, *Plutella xylostella* L. (Lepidoptera: Pyralidae). *J. Saudi Soc. Agricult. Sci.* 16: 184-190.
- National Research Council. 2000.** The Future Role of Pesticides in US Agriculture. Washington, DC, Natl. Acad. Press, 301 p.
- Oliveira, A.C., H.A.A. Siqueira, J.V. Oliveira, J.E. Silva & M. Michereff Filho. 2011.** Resistance of Brazilian diamondback moth populations to insecticides. *Sci. Agric.* 68:154-59.
- Oliveira, M.M.M., D.F. Brugnera, M.G. Cardoso, E. Alves & R.H. Piccoli. 2010.** Disinfectant action of *Cymbopogon* sp. essential oils in different phases of bio- film formation by *Listeria monocytogenes* on stainless steel surface. *Food Control* 21: 549-553.
- Omar, N.F. & C.T. Seng. 2019.** Phytotoxic activity of geraniol-treated lemongrass leaf mulch against common weeds in nurseries. *J. Undergraduate Res.* 1: 1-11.
- Ortiz, R.S., G.V. Marrero & A.L.T. Navarro. 2002.** Instructivo técnico para el cultivo de *Cymbopogon citratus* (D.C) Stapf (caña santa). *Rev. Cubana Pl. Med.* 7: 89-95.
- Pagare, S., M. Bhatia, N. Tripathi, S. Pagare & Y.K. Bansal. 2015.** Secondary Metabolites of Plants and their Role: Overview. *Curr. Trends Biotechnol. Pharm.* 9: 293-304.
- Palacios, S.M., A. Bertoni, Y. Rossi, R. Santander & A. Urzúa. 2009.** Efficacy of essential oils from edible plants as insecticides against the house fly, *Musca domestica* L. *Molecules*.14: 1938-1947.
- Palazzolo, E., V.A. Laudicina & M.A. Germanà. 2013.** Current and potential use of citrus essential oils. *Curr. Org. Chem.* 17: 3042-3049.
- Panfilio, K.A. 2008.** Extraembryonic development in insects and the acrobatics of blastokinesis. *Dev. Biol.* 313: 471-491.
- Papachristos, D.P., A.C. Kimbaris, N.T. Papadopoulos & M.G. Polissiou. 2009.** Toxicity of citrus essential oils against *Ceratitis capitata* (Diptera: Tephritidae) larvae. *Ann. Appl. Biol.* 155: 381-89.
- Pavela, R. 2015.** Essential oils for the development of eco-friendly mosquito larvicides: a review. *Ind. Crops Prod.* 76: 174-187.

- Pavela, R., E. Stepanycheva, A. Shchenikova, T. Chermenskaya & M. Petrova. 2016.** Essential oils as prospective fumigants against *Tetranychus urticae* Koch. Ind. Crops Prod. 94: 755-761.
- Pedrazzani, A.S. & A. Ostrensky. 2014.** The anaesthetic effect of camphor (*Cinnamomum camphora*), clove (*Syzygium aromaticum*) and mint (*Mentha arvensis*) essential oils on clown anemonefish, *Amphiprion ocellaris* (Cuvier 1830). Aquacult. Res. 45: 1-8.
- Penjor, T., M. Yamamoto, M. Uehara, M. Ide, N. Matsumoto, R. Matsumoto & Y. Nagano. 2013.** Phylogenetic relationships of *Citrus* and its relatives based on *matK* gene sequences. PLoS One 8: e62574.
- Perry, A.S., I. Yamamoto, I. Ishaaya & R.Y. Perry. 1998.** Insecticides in Agriculture and Environment: Retrospects and Prospects. Berlin, Springer-Verlag, 261p.
- Phasomkusolsil, S. & M. Soonwera. 2012.** The effects of herbal essential oils on the oviposition deterrent and ovicidal activities of *Aedes aegypti* (Linn.), *Anopheles dirus* (Peyton and Harrison) and *Culex quinquefasciatus* (say). Trop. Biomed. 29: 138-150.
- Poonpaiboonpipat, T., U. Pangnakorn, U. Suvunnamek, M. Teerarak, P. Charoenying & C. Laosinwattana. 2013.** Phytotoxic effects of essential oil from *Cymbopogon citratus* and its physiological mechanisms on barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*). Ind. Crop. Prod. 41, 403-407.
- Pumnuan, J., A. Chandrapatya & A. Insung. 2010.** Acaricidal activities of plant essential oils from three plants on the mushroom mite, *Luciaphorus perniciosus* Rack (Acari: Pygmephoridae). Pakistan J. Zool. 42: 247-252.
- Pushpanathan, T., A. Jebanesan & M. Govindarajan. 2006.** Larvicidal, ovicidal and repellent activities of *Cymbopogon citratus* Stapf. (Graminae) essential oil against the filarial mosquito *Culex quinquefasciatus* (Say) (Diptera: Culicidae). Trop. Biomed. 23: 208-212.
- Raja, M. & J. William. 2008.** Impact of volatile oils of plants against the cowpea beetle *Callosobruchus maculatus* (Fab.) (Coleoptera: Bruchidae). Int. J. Integ. Biol. 2: 62-64.
- Rajendran, S. & V. Sriranjini. 2008.** Plant products as fumigant for stored-product insect control. J. Stored Prod. Res. 44:126 -135.
- Ramar, M., S. Ignacimuthu & P.M. Gabriel. 2014.** Ovicidal and oviposition response activities of plant volatile oils against *Culex quinquefasciatus* say. J. Entomol. Zool. Stud. 2: 82-86.
- Raut, J.S., R.B. Shinde, N.M. Chauhan & S.M. Karuppayil. 2013.** Terpenoids of plant origin inhibit morphogenesis, adhesion, and biofilm formation by *Candida albicans*. Biofouling. 29: 87-96.

- Reddy, S.G.E., S.K. Dolma, R. Koundal & B. Singh. 2015.** Chemical composition and insecticidal activities of essential oils against diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Yponomeutidae). *Nat. Prod. Res.* 30: 1834-1838.
- Rezende, G.L., A. J. Martins, C. Gentile, L.C Farnesi, M. Pelajo-Machado, A.A. Peixoto & D. Valle. 2008.** Embryonic desiccation resistance in *Aedes aegypti*: presumptive role of the chitinized Serosal Cuticle. *BMC Dev. Biol.* 8: 82.
- Ruiz, M.J., M.L. Juarez, R.A. Alzogaray, F. Arrighi, L. Arroyo, G. Gastaminza, E. Willink, A.V. Bardon & T. Vera. 2014.** Toxic effect of citrus peel constituents on *Anastrepha fraterculus* Wiedemann and *Ceratitis capitata* Wiedemann immature stages. *J. Agric. Food Chem.* 62: 10084-10091.
- Samarasekera, R., I.S. Weerasinghe & K.P. Hemalal. 2008.** Insecticidal activity of menthol derivatives against mosquitoes. *Pest Manag. Sci.* 64: 290-295.
- Samber, N., A. Khan, A. Varma & N. Manzoor. 2015.** Synergistic anti-candidal activity and mode of action of *Mentha piperita* essential oil and its major components. *Pharm. Biol.* 53:1496-1504.
- Sangha, J.S., T. Astatkie, & G.C. Cutler. 2017.** Ovicidal, larvicidal, and behavioural effects of some plant essential oils on diamondback moth (Lepidoptera: Plutellidae). *Can. Entomol.* 149: 639-648.
- SAS Institute 2001.** SAS/STAT User`s guide, version 8.2, TS level 2MO. SAS Institute. Inc.
- Satyanarayana, C. & K.T. Arunakumara. 2016.** Evaluation of entomopathogenic fungi and essential oils against diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.). *Pest Manag. Hort. Ecosyst.* 22: 151-157.
- Schmidt-Ott, U. 2005.** Insect serosa: a head line in comparative developmental genetics. *Curr. Biol.* 15, 245-247.
- Seo, S.M., J. Kim, S.G. Lee, C.H. Hoonshin, S.C. Shin & I.K. Park. 2009.** Fumigant antitermitic activity of plant essential oils and components from Ajowan (*Trachyspermum ammi*), Allspice (*Pimenta dioica*), Caraway (*Carum carvi*), Dill (*Anethum graveolens*), geranium (*Pelargonium graveolens*), and Litsea (*Litsea cubeba*) oils against Japanese termite (*Reticulitermes speratus* Kolbe). *J. Agric. Food Chem.* 57: 6596-6602.
- Setiawati, W., A. Hasyim & R. Murtiningsih. 2011.** Laboratory and field evaluation of essential oils from *Cymbopogon nardus* as oviposition deterrent and ovicidal activities against *Helicoverpa armigera* hubner on chili pepper. *Indones. J. Agric. Sci.* 12: 9-16.
- Shinwari, Z.K., S. Sultan & T. Mahmood. 2011.** Molecular and morphological characterization of selected mentha species. *Pak. J. Bot.* 43: 1433-1436.

- Si, L.L., Y.C. Chen, X.J. Han, Z.Y. Zhan, S.P. Tian, Q.Q. Cui & Y.D. Wang. 2012.** Chemical composition of essential oils of *Litsea cubeba* harvested from its distribution areas in China. *Molecules*. 17: 7057-7066.
- SiBBR (Sistema de Informação sobre a Biodiversidade Brasileira). 2018.** Flora do Brasil 2020 em construção. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: < <http://floradobrasil.jbrj.gov.br/> >. Acesso em: 20 abr. 2018.
- Silva, A.L., V.R.S. Veloso, J.C. Tardivo, C.D. Abreu & R.M.C. Silva. 1993.** Avaliação de inseticidas piretróides no controle da traça-das-crucíferas *Plutella xylostella* (L., 1758) em repolho. *Anais Esc. Agron. Vet.* 23: 7-12.
- Silva, D. & L. Jorge. 2009.** AFSOFT (r)-Software para análise foliar. São Carlos, Embrapa Instrumentação Agropecuária.
- Silveira, S.M., A.C. Júnior, G.N. Scheuermann, F.L. Secchi, S. Verruk, M. Krohn & C.R.W. Vieira. 2012.** Chemical composition and antibacterial activity of the essential oils of *Cymbopogon winterianus* (citronella), *Eucalyptus paniculata* (eucalypt) and *Lavandula angustifolia* (lavender). *Rev. Inst. Adolfo Lutz*. 71: 471-480.
- Singh, A. & A. Kumar. 2017.** Cultivation of citronella (*Cymbopogon winterianus*) and evaluation of its essential oil, yield and chemical composition in Kannauj region. *Int. J. Biotechnol. Biochem.* 13: 139-146.
- Singh, H.P., D.R. Batish, S. Kaur, R.K. Kohli & K. Arora. 2006.** Phytotoxicity of the volatile monoterpene citronellal against some weeds. *Z. Naturforsch.* 61: 334-340.
- Slifer, E.H., 1937.** The origin and fate of the membranes surrounding the grasshopper egg; together with some experiments on the source of the hatching enzyme. *J. Cell Sci.* 79: 493-506.
- Smith, E.H., & G.W. Pearce. 1948.** The mode of action of petroleum oils as ovicides. *J. Econ. Entomol.* 41: 173-180.
- Snoussi, M., E. Noumi, N. Trabelsi, G. Flamini, A. Papetti & V. de Feo. 2015.** *Mentha spicata* essential oil: Chemical composition, antioxidant and antibacterial activities against planktonic and biofilm cultures of *Vibrio* spp. *Strains. Molecules*. 20: 14402-14424.
- Sokovic, M.D., J. Vukojevic, P.D. Marin, D.D. Brikic, V. Vajs & L.J.L.D van Griensven. 2009.** Chemical composition of essential oil of *Thymus* and *Mentha* species and their antifungal activities. *Molecules*. 14: 238-249.
- Sparks, T.C. & R. Nauen. 2015.** IRAC: Mode of action classification and insecticide resistance management, *Pestic. Biochem. Physiol.* 121:122-128.
- Stamopoulos, D.C., D. Damos, G. Karagianidou. 2007.** Bioactivity of five monoterpene vapours to *Tribolium confusum* (du Val) (Coleoptera: Tenebrionidae). *J. Stored Prod. Res.* 43: 571-577.

- Tak, J.H., E. Jovel & M.B. Isman. 2016.** Contact, fumigant, and cytotoxic activities of thyme and lemongrass essential oils against larvae and an ovarian cell line of the cabbage looper, *Trichoplusia ni*. *J. Pest Sci.* 89: 183-193.
- Tapondjou, A.L., C. Adler, D.A. Fontem, H. Bouda & C. Reichmuth. 2005.** Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* Moutschulsky and *Tribolium confusum* du Val. *J. Stored Prod. Res.* 41: 91-102.
- Torres, A.L., A.L. Boiça Júnior, C.A.M. Medeiros & R. Barros. 2006.** Efeito de extratos aquosos de *Azadirachta indica*, *Melia azedarach* e *Aspidosperma pyrifolium* no desenvolvimento e oviposição de *Plutella xylostella*. *Bragantia* 65: 447-457.
- Trivedi, A., N. Nayak & J. Kumar. 2017.** Fumigant toxicity study of different essential oils against stored grain pest *Callosobruchus chinensis*. *J. Pharmacogn. Phytochem.* 6: 1708-1711.
- Uysal, B., F. Sozmen, O. Aktas, B.S. Oksal & E.O. Kose. 2011.** Essential oil composition and antibacterial activity of the grapefruit (*Citrus paradisi*. L) peel essential oils obtained by solvent-free microwave extraction: comparison with hydrodistillation. *Int. J. Food Sci. Technol.* 46: 1455-1461.
- Vargas, H.C., L.C. Farnesi, A.J. Martins, D. Valle & G.L. Rezende. 2014.** Serosal cuticle formation and distinct degrees of desiccation resistance in embryos of the mosquito vectors *Aedes aegypti*, *Anopheles aquasalis* and *Culex quinquefasciatus*. *J Insect Physiol.* 62: 54-60.
- Verma, R.S., L.U. Rahman, R.K. Verma, A. Chauhan, A. Singh, A.K. Kukreja & S. P.S. Khanuja 2009.** Qualitative performance of Java citronella (*Cymbopogon winterianus* Jowitt) cultivars in Kumaon Himalaya. *J. Med. Arom. Pl. Sci.* 31: 321-325.
- Viteri Jumbo, L.O., L.R.A. Faroni, E.E. Oliveira, M.A. Pimentel & G.N. Silva. 2014.** Potential use of clove and cinnamon essential oils to control the bean weevil, *Acanthoscelides obtectus* Say, in small storage units. *Ind. Crops Prod.* 56: 27-34.
- Wang, X., Q. Hao, Y. Chen, S. Jiang, Q. Yang & Q. Li. 2015.** The effect of chemical composition and bioactivity of several essential oils on tenebrio molitor (Coleoptera: Tenebrionidae). *J. Insect Sci.* 15: 1-7.
- Wang, Y.S., Z.Q. Wen, B.T. Li, H.B. Zhang & J.H. Yang. 2016.** Ethnobotany, phytochemistry, and pharmacology of the genus *Litsea*: An update. *J. Ethnopharmacol.* 181: 66-107.
- Warikoo, R., N. Wahab & S. Kumar. 2011.** Oviposition-altering and ovicidal potentials of five essential oils against female adults of the dengue vector *Aedes aegypti* L. *Parasitol. Res.* 109: 1125-1131.
- Wei, H., J. Liu, B. Li, Z. Zhan, Y. Chen, H. Tian, S. Lin & X. Gu. 2015.** The toxicity and physiological effect of essential oil from *Chenopodium ambrosioides* against the diamondback moth, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae). *Crop Prot.* 76: 68-74.

- Wins-Purdy, A.H., C. Whitehouse, G.J.R. Judd & M.L. Evenden. 2009.** Effect of horticultural oil on oviposition behaviour and egg survival in the *Obliquebanded leafroller* (Lepidoptera: Tortricidae). *Can. Entomol.* 141: 86-94.
- Yang, K., C.F. Wang, C.X. You, Z.F. Geng, R.Q. Sun, S.S. Guo, S.S. Du, Z.L. Liu & Z.W. Deng. 2014.** Bioactivity of essential oil of *Litsea cubeba* from China and its main compounds against two stored product insects. *J. Asia Pac. Entomol.* 17:459-466.
- Yang, S.-A., S.-K. Jeon, E.-J. Lee, C.-H. Shim & I.-S. Lee. 2010.** Comparative study of the chemical composition and antioxidant activity of six essential oils and their components. *Nat. Prod. Res.* 24: 140-151.
- Yang, Y.-C., H.-S. Lee, S.H. Lee, J.M. Clark & Y.-J. Ahn. 2005.** Ovicidal and adulticidal activities of *Cinnamomum zeylanicum* bark essential oil compounds and related compounds against *Pediculus humanus capitis* (Anoplura: Pediculicidae). *Int. J. Parasitol.* 35: 1595-1600.
- Zalucki, M.P., A. Shabbir, R. Silva, D. Adamson, S.S. Liu & M.J. Furlong. 2012.** Estimating the economic cost of one of the world's major insect pests, *Plutella xylostella*: Just how long is a piece of string? *J. Econ. Entomol.* 105: 1115-1129.
- Zia, S., M. Sagheer, A. Razaq, A. Mahboob, K. Mehmood & Z. Haider. 2013.** Comparative bioefficacy of different *Citrus* peel extracts as grain protectant against *Callosobruchus chinensis*, *Trogoderma granarium* and *Tribolium castaneum*. *World Appl. Sci. J.* 21: 1760-1769.

Tabela 1. Análise da composição química dos óleos essenciais de espécies *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis*.

Compostos ¹	IR ²	<i>M.</i> <i>arvensis</i> % ³	<i>M.</i> <i>piperita</i> % ³	<i>M.</i> <i>spicata</i> % ³	<i>C.</i> <i>nobilis</i> % ³	<i>C.</i> <i>paradisi</i> % ³	<i>C.</i> <i>winterianus</i> % ³	<i>L.</i> <i>cubeba</i> % ³
α -Pineno	932	-	-	-	3,00	0,65	-	1,40
Canfeno	946	-	-	-	-	-	-	0,42
Sabineno	969	-	-	-	-	0,35	-	0,55
β -Pineno	974	0,90	0,66	1,02	2,09	0,12	-	1,17
<i>trans</i> -Menta-2,8-dieno	977	0,40	0,10	0,14	-	-	-	-
<i>trans-iso</i> -Limoneno	981	1,22	0,85	1,00	-	-	-	-
6-metil-5-Hepten-2-ona	981	-	-	-	-	-	-	1,18
Mirceno	985	0,58	0,21	1,05	-	-	-	-
dihidro-1,8-Cineol	989	0,54	-	-	-	-	-	-
α -Felandreno	1002	-	-	-	1,75	1,55	-	-
α -Terpineno	1014	-	-	-	-	0,27	-	-
Limoneno	1024	-	2,65	19,16	65,42	95,34	-	8,84
β -Felandreno	1025	0,23	0,38	0,23	-	0,08	-	-
1,8-Cineol	1026	0,21	5,02	-	-	-	-	4,68
(<i>Z</i>)- β -Ocimeno	1030	-	-	0,13	-	-	-	-
β -(<i>Z</i>)-Ocimeno	1032	-	-	-	-	-	-	1,12
γ -Terpineno	1054	-	-	-	6,64	-	-	-
<i>p</i> -Menta-2,4(8)-dieno	1085	-	-	-	20,07	-	-	-
Terpinoleno	1086	-	-	-	-	-	-	1,85
<i>trans</i> -Sabinenohidrate	1097	-	0,35	-	-	-	-	-
Cânfora	1142	0,48	-	-	-	-	-	-
Mentone	1145	21,99	21,50	1,22	-	-	-	-
<i>p</i> -Met-3-en-8-ol	1145	-	-	-	-	-	-	1,57
Citronelal	1148	-	-	-	-	-	23,62	-
<i>iso</i> -Mentone	1153	13,86	8,57	0,77	-	-	-	-
<i>iso</i> -Pulegol	1155	-	-	-	-	-	0,34	-
(<i>Z</i>)-Isocitral	1160	-	-	-	-	-	0,35	-
Mentol	1164	38,41	45,42	2,91	-	-	-	-
<i>neo-iso</i> -Pulegol	1166	0,95	0,44	0,76	-	-	-	-
(<i>E</i>)-Isocitral	1177	1,64	2,40	-	-	-	-	-
<i>cis-p</i> -Menta-1(7),8-dien-2-ol	1183	1,63	0,70	-	-	-	-	-
α -Terpineol	1186	-	-	-	-	-	0,53	-
(2 <i>E</i> ,4 <i>E</i>)-Nonadenal	1210	0,44	-	-	-	-	-	-
Dihidrocarveolacetato	1222	0,14	-	0,58	-	-	-	-
Citronelol	1223	-	-	-	-	-	15,31	-
Nerol	1235	-	-	-	-	-	3,62	31,15
Carvona	1239	-	-	66,40	-	-	-	-
Piperitona	1244	4,43	6,49	0,39	-	-	-	-
Geraniol	1249	-	-	-	-	-	44,60	-
Geranial	1264	-	-	-	-	-	4,84	42,51
Citronelil formato	1271	-	-	-	-	-	0,19	-
<i>neo</i> -Dihidrocarveolacetato	1301	0,13	-	0,51	-	-	-	-
8-hidroxi- <i>neo</i> -Mentol	1328	-	-	-	-	-	0,29	-
(<i>E</i>)-Patchenol	1328	-	-	-	-	-	0,69	-

Tabela 1. Continuação.

Nerilacetato	1359	-	-	-	-	-	1,67	-
β -Cubebeno	1387	-	-	-	-	0,12	-	-
(Z)-Cariofileno	1408	-	-	-	-	0,25	-	-
β -Cariofileno	1413	1,46	0,85	1,62	-	-	-	-
β -Cedreno	1416	0,79	-	-	-	-	-	-
β -Cariofileno	1417	-	-	-	-	-	1,12	2,20
Hidratocarvona	1423	0,36	0,71	-	-	-	-	-
β -Gurjuneno	1431	-	-	-	-	-	0,48	-
γ -Elemeno	1435	0,19	-	0,15	-	-	-	-
(Z)- β -Farneseno	1440	-	-	-	-	-	0,19	-
<i>trans</i> -Murola-3,5-dieno	1451	-	-	-	-	-	0,24	-
Germacreno D	1483	-	-	-	-	-	0,56	-
<i>cis</i> - β -Guaieno	1492	-	-	-	-	-	0,28	-
Cubebol	1514	-	-	-	-	-	-	-
Germacreno B	1555	0,10	0,35	0,14	-	-	-	-
Total		98,82	97,65	98,18	98,97	98,73	99,22	98,64

¹Nomenclatura conforme União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC); ²Índice de

retenção na literatura; ³Porcentagem do composto no óleo essencial.

Tabela 2. Toxicidade larval do inseticida sintético e botânico comercial e os óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* para a praga, *Plutella xylostella*, após 48 horas de exposição.

Óleo essencial	N	CL ₅₀ (µL mL ⁻¹) (95% IC)	CL ₉₀ (µL mL ⁻¹) (95% IC)	Inclinação ± EP	χ ²	GL
<i>Mentha arvensis</i>	580	14,56 (11,92-17,88)	130,84 (88,85-222,28)	1,34±0,11	0,25	7
<i>Mentha spicata</i>	620	11,22 (9,62-12,97)	63,78 (48,15-94,38)	1,70±0,16	0,46	5
<i>Mentha piperita</i>	700	34,17 (30,35-38,78)	132,74 (106,91-174,45)	2,17±0,15	0,71	5
<i>Cymbopogon winterianus</i>	418	14,46 (12,16-17,13)	57,75 (45,33-78,89)	2,13±0,17	8,38	5
<i>Litsea cubeba</i>	418	7,28 (6,30-8,41)	23,33 (18,80-30,98)	2,53±0,21	5,20	5
<i>Citrus paradisi</i>	1063	30,55 (25,02-36,40)	574,26 (303,81-771)	1,01±0,15	5,66	8
<i>Citrus nobilis</i>	480	14,07 (11,44-17,15)	92,96 (69,73-133,71)	1,56±0,11	10,43	6
Deltametrina	840	151,61 (134,97-178,08)	589,88 (480,38-720,24)	2,29±0,13	6,26	5
Azadiractina	840	33,77 (30,13- 37,63)	123,21 (103,08-152,72)	2,28±0,13	6,79	5

N=Número total de insetos por bioensaio; χ²=Qui-quadrado; GL=Grau de liberdade;

CL₅₀=Concentração letal para matar 50% dos indivíduos; IC=Intervalo de confiança;

CL₉₀=Concentração letal para matar 90% dos indivíduos; EP=Erro padrão da média.

Tabela 3. Toxicidade nos ovos do inseticida sintético e botânico comercial e os óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* para a praga, *Plutella xylostella*, após 96 horas de exposição.

Óleo essencial	N	CL ₅₀ (µL.mL ⁻¹) (95% IC)	CL ₉₀ (µL.mL ⁻¹) (95% IC)	Inclinação ± EP	χ ²	GL
<i>Mentha arvensis</i>	401	1,63 (0,68-2,80)	39,05 (25,31- 74,61)	0,93 ± 0,13	8,49	6
<i>Mentha spicata</i>	451	2,51 (1,36-3,66)	22,96 (17,18-35,04)	1,33± 0,18	10,36	7
<i>Mentha piperita</i>	363	1,29 (0,66-1,97)	14,25 (10,31-22,37)	1,22 ± 0,16	11,85	7
<i>Cymbopogon winterianus</i>	381	7,17 (4,58-10,11)	76,64 (54,03-121,16)	1,24 ± 0,13	9,11	6
<i>Litsea cubeba</i>	343	4,66 (3,25-6,18)	35,93 (25,89-56,47)	1,44 ± 0,16	0,64	6
<i>Citrus paradisi</i>	328	36,48 (26,00-49,73)	512,33 (318,00-706,36)	1,11 ± 0,12	1,23	6
<i>Citrus nobilis</i>	378	4,91 (2,81-7,31)	56,81 (39,63-91,31)	1,20 ± 0,14	0,71	6
Deltametrina	1198	2,74 (2,27-3,29)	45,29 (33,70-63,86)	1,05 ± 0,04	10,29	6
Azadiractina	1050	3,48 (3,11-3,89)	16,21 (13,65-19,85)	1,92 ± 0,09	7,42	5

N=Número total de insetos por bioensaio; χ²=Qui-quadrado; GL=Grau de liberdade; CL₅₀=Concentração letal para matar 50% dos indivíduos; IC=Intervalo de confiança; CL₉₀=Concentração letal para matar 90% dos indivíduos; EP=Erro padrão da média.

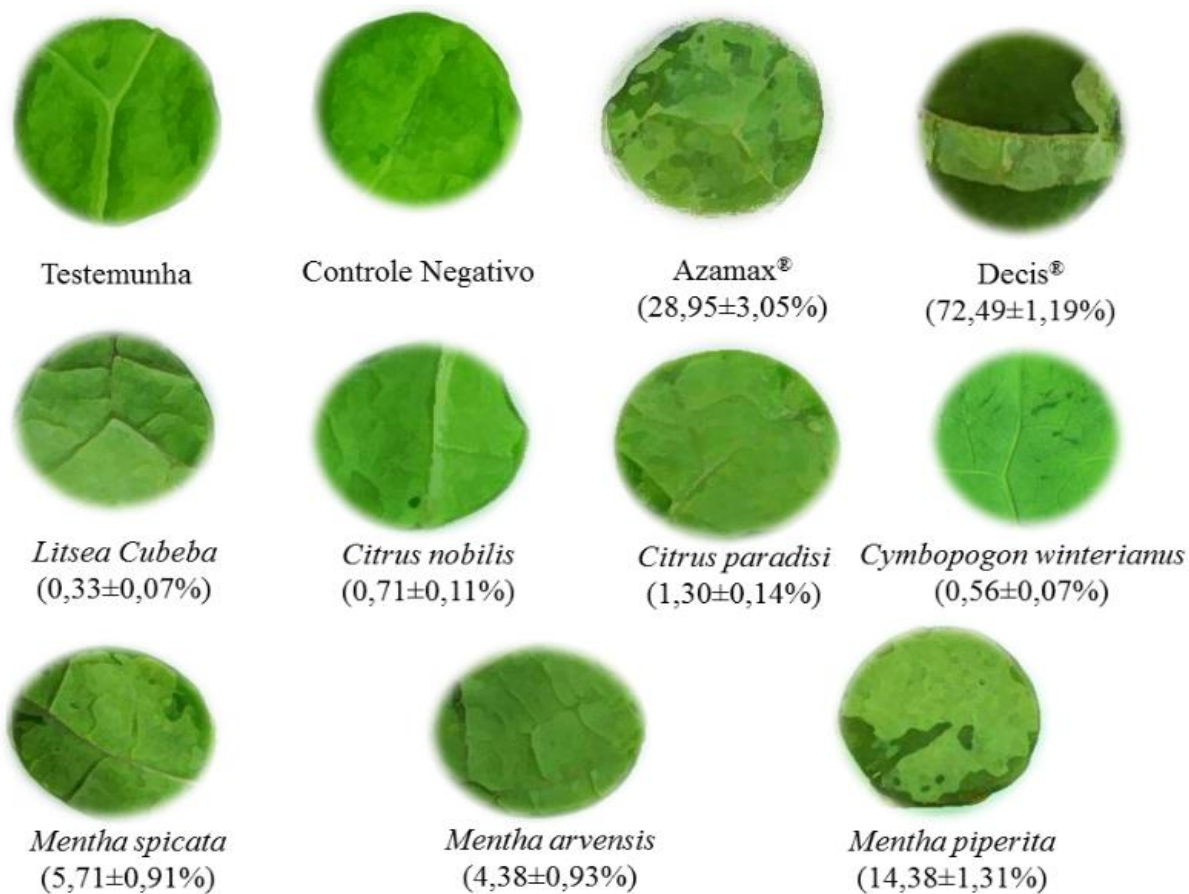


Figura 1. Fitotoxicidade do inseticida sintético e botânico comercial, testemunha, controle negativo e dos óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* em discos de folhas de couve, após 48 horas de exposição.

CAPÍTULO 3

EFEITOS SUBLETAIS DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE ESPÉCIES DA FAMÍLIA
RUTACEA, POACEAE, LAMIACEAE E LAURACEAE SOBRE *Plutella xylostella* (L.)
(LEPIDOPTERA: PLUTELLIDAE)¹

TAMARA T. B. LEAL², CLAUDIO A. G. CAMARA³ E JOÃO P. R. MELO²

Departamento de Agronomia, Entomologia Agrícola, Universidade Federal Rural de Pernambuco.

Av. Dom Manoel de Medeiros, s/n, 52171-900, Recife, PE – Brasil.

³Departamento de Química, Produtos Naturais, Universidade Federal Rural de Pernambuco.

Av Dom Manoel de Medeiros, s/n, 52171-900, Recife, PE - Brasil.

¹Leal T.T.B., C.A.G. Camara & J.P.R. Melo. Efeitos subletais de óleos essenciais de espécies da família Rutacea, Poaceae, Lamiaceae e Lauraceae sobre *Plutella xylostella* (Linnaeus, 1758) (Lepidoptera: Plutellidae). A ser submetido.

RESUMO - A Brassicaceae é uma extensa família de plantas economicamente importante distribuída por todo o mundo, sendo a traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (L.), a sua praga chave. A aplicação de inseticidas químicos é o seu principal método de controle, o uso intensivo e os efeitos adversos por eles ocasionados fizeram despertar uma busca constante por táticas alternativas no controle de pragas. Assim, os óleos essenciais, viraram alvo de pesquisas, já que apresentam ingredientes ativos com efeitos letais e subletais sobre os insetos. Neste sentido, o objetivo deste trabalho é avaliar os efeitos subletais de produtos à base de óleos essenciais das espécies *Mentha arvensis* (L.), *Mentha spicata* (L.) e *Mentha piperita* (L.) da família Lamiaceae; *Citrus nobilis* (Lauriro) e *Citrus paradisi* (Macfad) da família Rutacea; *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) da família Poaceae, e *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. da família Lauraceae sobre a traça-das-crucíferas, *P. xylostella*. Nos bioensaios de deterrência alimentar, entre os óleos essenciais testados, o de *M. piperita* foi o mais ativo ($DA_{50} = 1,08 \mu\text{L mL}^{-1}$), no entanto, o controle positivo Azamax[®], com concentração letal (DA_{50}) de $0,15 \mu\text{L mL}^{-1}$, apresentou maior bioatividade sobre larvas de terceiro instar. Os óleos essenciais de *L. cubeba*, *M. piperita* e *C. winterianus* foram destaques por apresentarem intensidade de repelência de alta a muito alta durante todo experimento. Os óleos essenciais são alternativas viáveis que podem ser desenvolvidos como inseticidas botânico para contribuir com o manejo de *P. xylostella*.

PALAVRAS-CHAVE: Traça-das-crucíferas, inseticidas botânicos, deterrência alimentar, repelência

SUBLETHAL EFFECTS OF ESSENTIAL OILS OF SPECIES OF THE FAMILY RUTACEAE,
POACEAE, LAMIACEAE AND LAURACEAE ON *Plutella xylostella* (L.) (LEPIDOPTERA:
PLUTELLIDAE)

ABSTRACT – Brassicaceae is an extensive family of economically important plants distributed throughout the world, with the diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.), its key plague. The application of chemical insecticides is their main method of control, the intensive use and the adverse effects caused by them caused a constant search for alternative tactics in pest control. Thus, the essential oils have become the target of research, since they present active ingredients with lethal and sublethal effects on the insects. In this sense, the objective of this work is to evaluate the sublethal effects of products based on essential oils of the species *Mentha arvensis* (L.), *Mentha spicata* (L.) and *Mentha piperita* (L.) of the Lamiaceae family; *Citrus nobilis* (Lauriro) and *Citrus paradisi* (Macfad) of the Rutacea family; *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) of the Poaceae family, and *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. of the Lauraceae family on the diamondback moth, *P. xylostella*. In the food deterrent bioassays, among the essential oils tested, *M. piperita* was the most active ($FD_{50} = 1.08 \mu\text{L mL}^{-1}$), however, Azamax® positive control, with a lethal concentration (FD_{50}) of $0.15 \mu\text{L mL}^{-1}$, presented higher bioactivity on third instar larvae. The essential oils of *L. cubeba*, *M. piperita* and *C. winterianus* were highlighted because they showed high to very high repellency intensity throughout the experiment. Essential oils are viable alternatives that can be developed as botanical insecticides to contribute to the management of *P. xylostella*.

KEY WORDS: Diamondback moth, botanical insecticides, food deterrence, repellency

Introdução

A Brassicaceae é uma extensa família de plantas com aproximadamente 340 gêneros e 3700 espécies (Warwick *et al.* 2006, Pedras & Yaya 2010). Estas são economicamente importantes, incluindo culturas, oleaginosas comestíveis e industriais, condimentos, forragens e hortícolas, distribuída por todo o mundo, com exceção da Antártica (Warwick 2011). Fundamentais para a saúde e alimentação humana, as hortaliças dessa família são excelentes fontes de fibras, vitaminas e minerais (Björkman *et al.* 2011). No Brasil, o brócolis (*Brassica oleracea* L. var. *italica*), couve-flor (*Brassica oleracea* L. var. *botrytis*), couve de folhas (*Brassica oleracea* L. var. *acephala*) e repolho (*Brassica oleracea* L. var. *capitata*) são as espécies de hortaliças mais cultivadas (Castro e Melo *et al.* 2016).

A traça-das-crucíferas, *Plutella xylostella* (Linnaeus), é considerada a praga chave das brássicas em mais de 100 países (Gautam *et al.* 2018; Shakeel *et al.* 2017), suas características biológicas como a alta fertilidade, fecundidade e a sobreposição de gerações, contribuem para que a praga apresente alta capacidade de desenvolver resistência a inúmeros inseticidas (organofosfatos, carbamatos, piretoides, abamectina, espinosad e *Bacillus thuringiensis*) (Sun *et al.* 2011).

A aplicação de inseticidas químicos é o principal método de controle no manejo de *P. xylostella*, e o uso repetitivo nos cultivos de brássicas colocou esta mariposa como uma das 10 principais pragas do mundo com resistência a inseticidas, de acordo com a Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura (Hsu *et al.* 2016).

A aplicação intensa de inseticidas sintéticos e os efeitos adversos por eles ocasionados, fez despertar uma busca constante por táticas alternativas no controle de pragas. Os inseticidas botânicos, destacando-se os óleos essenciais, viraram alvo de pesquisas por apresentar geralmente biodegradabilidade, alta volatilidade e baixa toxicidade a vertebrados e insetos benéficos (Isman *et al.* 2011, Koundal *et al.* 2018). Além do que, apresentam ingredientes ativos com efeitos letais e

subletais como deterrência alimentar, repelência e interferência no desenvolvimento e reprodução (Kim *et al.* 2010, Govindarajan 2011, Mossi *et al.* 2011, Ali *et al.* 2013, Izakmehri *et al.* 2013, Vedovatto *et al.* 2015, Borzoui *et al.* 2016, Plata-Rueda *et al.* 2017).

Os efeitos subletais em insetos praga utilizando óleos essenciais já foram demonstrados em alguns trabalhos (Kim *et al.* 2010, Govindarajan 2011, Mossi *et al.* 2011, Ali *et al.* 2013, Izakmehri *et al.* 2013, Vedovatto *et al.* 2015, Borzoui *et al.* 2016, Plata-Rueda *et al.* 2017) inclusive sobre a traça-das-crucíferas, *P. xylostella* (Zhang *et al.* 2004, Negahban *et al.* 2013, Reddy *et al.* 2015, Nasr *et al.* 2017).

A possibilidade de descoberta de novos ingredientes ativos em um país como o Brasil é enorme, pela sua riqueza de espécies vegetais (SiBBR 2018). Exemplares pertencentes as famílias Lamiaceae, Rutacea, Poaceae e Lauraceae, já são utilizadas como material de estudos, seus óleos essenciais são extraídos e testados em insetos pragas visando o controle (Yang *et al.* 2014, Kolani *et al.* 2016, Ebadollahi *et al.* 2017, Trivedi *et al.* 2017, Murcia-Meseguer *et al.* 2018, Tacoli *et al.* 2018).

No entanto, novas pesquisas são importantes e devem ser constantemente realizadas, já que são inúmeras as espécies de insetos causadores de danos nos cultivos. É relevante salientar que, os efeitos subletais também devem ser foco desses estudos.

Assim, o presente capítulo tem como objetivo avaliar os efeitos subletais de produtos à base de óleos essenciais das espécies *Mentha arvensis* (Linnaeus), *Mentha spicata* (Linnaeus) e *Mentha piperita* (Linnaeus) da família Lamiaceae; *Citrus nobilis* (Lauriro) e *Citrus paradisi* (Macfad) da família Rutacea; *Cymbopogon winterianus* (Jowitt) da família Poaceae, e *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. da família Lauraceae sobre a traça-das-crucíferas, *P. xylostella*.

Material e Métodos

Os experimentos foram conduzidos no laboratório de Investigação Química dos Inseticidas Naturais (LABIQIN) do Programa de Pós-graduação em Entomologia Agrícola do Departamento

de Agronomia da Universidade Federal Rural de Pernambuco, no período de Agosto de 2016 a Dezembro de 2018.

Criação de Insetos. A população da traça-das-crucíferas foi obtida da criação estoque do LABIQIN/PPGEA/UFRPE e mantidas conforme metodologia proposta por Barros *et al.* (2012), e estabelecida em ambiente climatizado, nas condições de $25 \pm 2^\circ\text{C}$ de temperatura, $70 \pm 10\%$ de umidade relativa e fotofase de 12h.

Os adultos da praga foram confinados em gaiolas plásticas transparentes retangulares (20 cm de comprimento x 10 cm de largura x 15 cm de altura) com abertura lateral fechada com tela de náilon para ventilação. Dentro das gaiolas, discos de folhas de couve medindo dez centímetros de diâmetro foram oferecidos como substrato para postura, sobrepostos a um papel de filtro e estes sobre esponjas de igual tamanho, embebidas em água. Foi oferecido mel a 10% diluído em água e impregnado em pedaços de algodão colocados dentro das gaiolas de criação como alimento para os adultos. Os discos contendo as posturas foram transferidos para recipientes plásticos retangulares (15 x 10 x 8 cm) com abertura na tampa, fechada com tecido voil para ventilação.

Após a eclosão das larvas, diariamente, foram oferecidas folhas frescas de couve var. manteiga obtidas de produção orgânica até a formação das pupas. As pupas foram coletadas e mantidas em recipiente coberto com filme plástico PVC contendo pequenas perfurações para permitir trocas gasosas, até a emergência dos adultos, transferidos para as gaiolas de criação de adultos. As folhas de couve foram colocadas de molho em solução de hipoclorito de sódio a 1% por 30 minutos, a fim de evita uma possível ação de patógenos sobre a população da traça-das-crucíferas, em seguida, enxaguadas em água corrente e colocadas para secar em temperatura ambiente, antes de serem oferecidas as larvas e adultos de *P. xylostella*.

Obtenção dos Óleos Essenciais e Inseticidas. Foram utilizados óleos essenciais comerciais das espécies *Mentha arvensis*, *Mentha spicata* e *Mentha piperita* da família Lamiaceae; *Citrus nobilis*

e *Citrus paradisi* da família Rutacea; *Cymbopogon winterianus* da família Poaceae, e *Litsea cubeba* da família Lauraceae adquiridos da empresa FERQUIMA Ind. e Com. Ltda. Todos os óleos essenciais foram armazenados sob refrigeração em recipientes de vidros âmbar vedados antes dos estudos. Os inseticidas com ingrediente ativo (i.a.) azadiractina (Azamax[®] 12 g i.a./L C.E., E.I.D. Parry) e deltametrina (Decis[®] 25 g i.a./L C.E., Bayer CorpScience) foram adquiridos em lojas especializadas em produtos agropecuárias da cidade de Recife/PE.

Obtenção dos Formulados. Para obtenção de um produto, os formulados foram elaborados com 10 g de óleo essencial/L adicionados a soluções aquosa (controle negativo) contendo 1,0% de Dimetilsulfóxido, 0,1% de Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico e água destilada, obtendo-se formulações a base de óleos essenciais para as diluições utilizadas nos bioensaios.

Bioensaios de Deterrência Alimentar. A metodologia da Deterrência Alimentar (DA) foi adaptada de Akhtar *et al.* (2012). Inicialmente verificou o possível efeito deterrente dos óleos essenciais na alimentação da *P. xylostella*. com concentrações variando entre a CL₀₅ e CL₃₀ dos óleos essenciais para o bioensaio de deterrência alimentar com chance de escolha. Essas concentrações serviram como base para formulações das demais concentrações para análise do Índice de Deterrência Alimentar (IDA).

Larvas de terceiro instar foram transferidas para placas de Petri e privadas de alimento durante 4 h antes dos experimentos. Discos de folhas de couve de 2,2 cm de diâmetro foram imersos nas soluções preparadas, óleo essencial puro diluído em água destilada contendo 1,0% de Dimetilsulfóxido e 0,1% de Acido Dodecilbenzeno Sulfônico por 10 segundos e postos para secar durante 30 minutos à temperatura ambiente. Os discos controle foram imersos apenas em água destilada. Após a secagem, um disco tratado e um controle foram colocados separados a uma distância de 2,0 cm em cada placa de Petri de 9 cm de diametro.

Uma larva foi colocada equidistante (1,0 cm) entre os discos tratados e controle de cada placa de Petri para se alimentar por 24 h. Foram realizadas 10 repetições por concentração de cada tratamento, sendo cada repetição uma placa de Petri. Após 24 h de exposição, as larvas foram removidas e as áreas foliares consumidas nos discos controle e tratamento foram avaliadas com auxílio do medidor de área foliar Licor-3100 que apresenta alta precisão e repetibilidade com resolução de leitura variando de 0,1 a 1mm². Após verificar o consumo alimentar de cada disco foliar (tratado e controle) foi realizado a análise do Índice de Deterrência Alimentar (IDA), calculado segundo a fórmula: $IDA = 100\{(C - T) / (C + T)\}$, onde C e T referem-se aos valores das áreas consumidas nos discos controle e tratados, respectivamente (Tabela 1). As concentrações utilizadas variaram de 0,25 a 5 µL mL⁻¹ (*M. arvensis*), 0,03 a 2 µL mL⁻¹ (*M. spicata*), 0,25 a 3,75 µL mL⁻¹ (*M. piperita*), 0,13 a 2,50 µL mL⁻¹ (*C. nobilis*), 0,13 a 7,5 µL mL⁻¹ (*C. paradisi*), 1 a 12,50 µL mL⁻¹ (*C. winterianus*), 0,13 a 2,5 µL mL⁻¹ (*L. cubeba*) e 1 a 50 µL mL⁻¹ (Azamax[®]).

A metodologia para análise do IDA foi adaptada de Akhtar *et al.* (2012) e descrita anteriormente para análise de consumo alimentar. Os dados do IDA foram analisados pelo modelo Probit (Finney 1971) por meio do Sistema SAS para Windows versão 9.00 (SAS Institute 2001) para determinar os valores de DA₅₀ com intervalos de confiança de 95%. Os resultados obtidos foram comparados com o controle positivo, o inseticida botânico comercial, que apresenta azadiractina como ingrediente ativo.

Bioensaios da Atividade Repelente. O método para determinar a atividade repelente foi adaptado da prospata de Akhtar *et al.* (2012), por meio de bioensaios de chance de escolha, onde discos de folhas de couve de 2,2 cm de diâmetro foram imersos durante 10 s em 20 ml de soluções contendo diferentes concentrações dos formulados a base de óleos essenciais. Após ser colocado para secar por 30 minutos à temperatura ambiente, um disco tratado será colocado a uma distancia de 2,0 cm de um disco não tratado (imerso em água destilada por 10 s) em placa de Petri de 9,0 cm de diâmetro.

As larvas de *P. xylostella* no início do terceiro instar foram colocados a 1,0 cm distancia entre os dois discos (tratado e controle) em cada placa de Petri. As larvas de terceiro instar foram privadas de alimento durante 4 h antes dos experimentos.

A avaliação do efeito repelente foi registrado 1, 2, 4, 6, 12 e 24 h após a exposição, onde foi anotado o número de lagartas presentes nos tratamentos e testemunhas. O Índice de repelência foi calculado pela fórmula $IR = 2G / (G + P)$, onde IR= Índice de repelência; G = % de larvas encontradas no disco tratado com os óleos e controle positivo; P = % de larvas no disco apenas com água destilada (Tabela 4). Os valores de IR variam entre zero e dois, indicando: IR = 1, ação neutra; IR > 1, ação atrativa e IR < 1, ação repelente (Mazzonetto & Vendramim 2003). Para classificar o grau de repelência dos óleos essenciais e controle positivo sobre as larvas de *P. xylostella*, utilizou a escala de intensidade de repelência baseados nos índices de Mazzonetto & Vendramim 2003. Foi utilizado um delineamento inteiramente casualizado, com 10 repetições por tratamentos.

Resultados

Bioensaios de Deterrência Alimentar. Os dados apresentados na tabela 2 mostraram que, todos os óleos tiveram efeito sobre a inibição alimentar de larvas de terceiro instar de *P. xylostella*. Dentre os sete óleos essenciais testados, o de *M. piperita* foi o mais ativo ($DA_{50} = 1,08 \mu\text{L mL}^{-1}$). Os óleos de *M. arvensis* ($DA_{50} = 3,02 \mu\text{L mL}^{-1}$), *M. spicata* ($DA_{50} = 2,76 \mu\text{L mL}^{-1}$), *L. cubeba* ($DA_{50} = 1,94 \mu\text{L mL}^{-1}$) e *C. nobilis* ($DA_{50} = 2,63 \mu\text{L mL}^{-1}$) não diferiram estatisticamente entre si. O óleo essencial de *C. winterianus* ($DA_{50} = 3,62 \mu\text{L mL}^{-1}$) foi estatisticamente igual aos óleos de *M. arvensis*, *M. spicata* e *C. nobilis*.

A espécie de *C. paradisi*, apresentou uma DA_{50} de $6,49 \mu\text{L mL}^{-1}$, foi o que teve a menor atividade na inibição alimentar das larvas da mariposa, diferindo estatisticamente de todos os outros óleos essenciais.

O inseticida botânico comercial Azamax[®], com ingrediente ativo azadiractina, teve DA₅₀ (Concentração para inibir em 50% a alimentação dos indivíduos) de 0,15 µL mL⁻¹. O Azamax[®] foi 7,01 e 42,14 vezes mais ativo que os óleos de *M. piperita* e *C. paradisi*, respectivamente.

Bioensaios da Atividade Repelente. De acordo com o índice de repelência (IR) (Tabela 3), foi observado na figura 1 que a intensidade dos sete óleos essenciais sobre larvas de terceiro instar de *P. xylostella* variou com o decorrer das horas. *M. arvensis* apresentou efeito repelente alto na primeira hora e foi ficando fraca nas horas seguintes, não apresentando efeito na última avaliação (24^o hora). *M. spicata* teve o mesmo comportamento na hora inicial, no entanto, nas duas horas seguinte de avaliação (2^a e 4^a hora) não apresentou efeito repelente, seguida de repelência muito alta e alta, na sexta e décima segunda hora, respectivamente, voltando a não ter ação repelente na vigésima quarta hora de avaliação. *M. piperita* manteve-se com repelência alta nas duas primeiras horas de avaliação, seguida de repelência muito alta nas horas subsequentes.

O óleo essencial de *C. winterianus*, variou de repelência alta (1^a hora) para muito alta (2^a, 4^a e 6^a hora), retornando à repelência alta (12^a e 24^a hora). *L. cubeba* apresentou repelência muito alta nas diferentes horas de avaliação. *C. paradisi*, na primeira, segunda, quarta e sexta hora, mostrou-se com repelência fraca, mudando de intensidade (repelência moderada) na décima segunda e vigésima quarta hora. *C. nobilis* permaneceu alta nas duas primeiras (1^a e 2^a hora) e duas últimas horas (12^a e 24^a hora), alterando sua intensidade (repelência moderada) nas quarta e sexta hora de avaliação.

O controle positivo, Azamax[®], não apresentou atividade repelente nas diferentes horas de avaliação, os valores dos índices de repelência foram maiores que 1 (IR_≥1).

Discussão

Bioensaios de Deterrência Alimentar. A deterrência alimentar ocorre quando os insetos ao se alimentarem de plantas ricas em metabólitos secundários, os compostos presentes reduzem ou inibem sua alimentação, isso ocorre devido a presença de receptores gustativos nos insetos, que contém células fagoestimulantes ou deterrentes (Chapman 2003). Essa peculiaridade dos vegetais em produzir substâncias capazes de reduzir a alimentação dos insetos despertou interesse para pesquisas, já que o comportamento dos insetos é afetado e pode contribuir com a proteção das culturas (Usher *et al.*, 1988).

Akhtar *et al.* (2012), averiguaram que óleos essenciais de *M. arvensis* e *M. piperita* apresentaram índices de deterrência alimentar de 71,60% e 53,1%, e as concentração capazes de reduzir a alimentação em 50% foram de 27,40 e 55,50 $\mu\text{g cm}^{-2}$, respectivamente, em larvas de *Trichoplusia ni* (Hubner). Para o óleo essencial de *M. spicata*, Kedia *et al.* (2014), observaram que sementes de grão-de-bico tratadas na concentração de 0,10 $\mu\text{L mL}^{-1}$, tiveram proteção total contra *Callosobruchus chinensis* (Linnaeus), o índice de deterrência alimentar foi de 100%.

Em trabalho com óleo essencial de espécie do gênero *Cymbopogon* (Poaceae), sobre o cupim subterrâneo, *Coptotermes curvignathus* (Holmgren), Roszaini *et al.* (2013), encontraram inibição alimentar de 85,71% para óleo de *Cymbopogon nardus* (Linnaeus) Rendle na concentração de 4%. Para as pragas, *Acharia fusca* (Stoll) e *Euprosterina elaeasa* (Dyar), submetidas a óleos essenciais de *C. nardus*, *Cymbopogon Flexuosus* (Nees ex Steud.) W. Watson e *Cymbopogon martinii* (Roxb.) Wats., na concentração de 0,60 $\mu\text{L cm}^{-2}$, Hernández-Lambraño *et al.* (2014) observaram que os índices de deterrência alimentar foram de 80% e 84%, 69% e 71%, 98% e 88%, respectivamente. Já para óleos essenciais extraídos de espécies do gênero *Citrus*, Villafaña *et al.* (2011), mostraram que larvas de *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) ao serem alimentadas com dieta artificial tratada com 100 e 250 ppm de óleo essencial de *Citrus aurantium* (Linnaeus), apresentaram uma proporção

alimentar de 43% e 37%, respectivamente. Já o óleo essencial de *Citrus limon* (Linnaeus) Osbeck foi menos ativo com 87% e 52%, respectivamente. Jiang *et al.* (2010) verificaram que óleo essencial de *L. cubeba* na concentração de $100 \mu\text{g cm}^{-2}$, apresenta índice de deterrencia alimentar no valor de 37% para larvas de terceiro instar de *T. ni*. No mesmo trabalho, os autores encontraram resultados melhores em outra espécie pertencente a família Lauraceae, *Cinnamomum cassia* (Linnaeus) J. Presl. (IDA= 91,80%, $\text{DA}_{50}=39,60 \mu\text{g cm}^{-2}$) e espécies da família Poaceae, *Cymbopogon citratus* (D.C) Stapf. (IDA= 91,20%, $\text{DA}_{50}=26,90 \mu\text{g cm}^{-2}$) e *C. nardus* (IDA= 57,50%, $\text{DA}_{50}=33,80 \mu\text{g cm}^{-2}$).

Artigos científicos sobre a deterrência alimentar dos óleos essenciais de *M. arvensis*, *M. spicata*, *M. piperita*, *C. nobilis*, *C. paradisi*, *C. winterianus* e *L. cubeba* em *P. xylostella* são bastante escassos na literatura. Koundal *et al.* (2018) observaram atividade anti-alimentar no óleo essencial de *M. spicata*, onde, na concentração de 10 mg mL^{-1} , o valor do índice de deterrencia alimentar foi de 52,29%, sobre larvas de terceiro instar de *P. xylostella*, 48 horas após o tratamento.

O efeito de óleos essenciais de outras espécies de plantas sobre a traça-das-crucíferas, foram observados por Kolani *et al.* (2016), encontrando deterrencia alimentar de 82,12% quando larvas de terceiro instar eram alimentadas com folhas tratadas na concentração de 70 mg mL^{-1} de óleo essencial de *Cymbopogon schoenanthus* (Linnaeus) Spreng. Também por Reddy *et al.* (2015) que encontraram resultados em óleos essenciais de *Acorus calamus* (Linnaeus), *Cedrus deodara* (Roxb.) G. Don. e *Tagetes minuta* (Linnaeus), com índice de deterrência alimentar (IDA) de 42,20%, 35,41% e 33,79%, respectivamente. Em trabalho com óleo essencial de *Chenopodium ambrosioides* (Linnaeus), Wei *et al.* (2015) mostraram que a concentração capaz de reduzir em 50% da alimentação 24 horas após o tratamento foi de $66,81 \text{ mg L}^{-1}$. Já os autores Purwatiningsih *et al.* (2012), realizaram bioensaios utilizando óleo essencial de *Leptospermum petersonii* (Bailey) e

encontraram índice de deterrência alimentar (IDA) de 63,16% na maior concentração utilizada (6%).

O controle positivo Azamax[®] quando comparado aos sete óleos testados, apresenta o maior efeito inibitório na alimentação das larvas e diferindo estatisticamente. O ingrediente ativo azadiractina é proveniente de sementes de Neem (*Azadirachta indica* A. Juss) (Isman 2002). Segundo Mordue & Nisbet (2000), a deterrência alimentar da planta de Neem sobre insetos foi um dos primeiros efeitos a serem descritos cientificamente. Eles relatam que no ano de 1952, o professor Dr. Heinrich Schmutterer, observou que, gafanhotos do deserto, *Schistocerca gregária* (Forsskal), negaram alimentar-se das folhas da planta.

Desde então, as pesquisas com extratos da planta e produtos comerciais não pararam e o efeito anti-alimentar da azadiractina foi observado em diferentes espécies de insetos praga, incluindo a praga, *P. xylostella*. Em 2013, Paulraj *et al.*, observaram que em larvas de quarto instar de *P. xylostella* a deterrência alimentar foi de 82% na concentração de 1000 ppm.

Com os resultados aqui observados pode-se concluir que os óleos essenciais com efeito de deterrência alimentar sobre insetos praga, são uma alternativa potencialmente útil para programas de manejo.

Bioensaios da Atividade Repelente. A ação repelente dos inseticidas, sintéticos ou naturais, ocorre quando as moléculas voláteis presentes nesses produtos são transportadas através do ar, causando sua fuga (Blackwell *et al.* 2003) ou pela irritabilidade ao entrar em contato com a superfície tratada (Cordeiro *et al.* 2010).

O efeito repelente de *M. arvensis* se fez mais ativo somente na primeira avaliação, perdendo sua ação no decorrer das horas. Isso pode ser pela característica de alta volatibilidade dos óleos essenciais (Ngamo *et al.* 2007, Souza *et al.* 2014). Resultado semelhante com adultos de *Meligethes aeneus* (Fabricius) foi encontrado por Pavela (2011), onde o autor avaliou o índice de repelência

com 1, 6, 24 e 48 horas, o óleo essencial de *M. arvensis* apresentou 89,60% de repelência na primeira hora, diminuindo a intensidade em função do tempo. Mais recentemente, o potencial deste óleo foi demonstrado por Wu *et al.* (2019), que dentre vários óleos testados, o de *M. arvensis* foi o que apresentou maior percentual de repelência, 91,66% para *Aedes albopictus* (Skuse).

O óleo essencial de *M. spicata* mostrou um comportamento diferente, na primeira hora houve repelência, isso pode ter sido ao acaso, já que as duas horas seguinte de avaliação não apresentaram repelência, seguidas de intensidades em decréscimo com o decorrer das horas. Outra explicação seria a irritabilidade, uma vez que, durante a avaliação de duas e quatro hora os insetos estariam no disco tratado. Os insetos desenvolvem reações comportamentais como método de fuga para evitar a ação de inseticidas (Hoy *et al.* 1998, Lorini & Gallei 1998). A irritabilidade ocorre quando o indivíduo entra em contato com as toxinas, estas causam um efeito irritante no inseto, que em reposta, não permanece no material tratado. O que difere da repelência, que é quando o indivíduo foge antes mesmo do contato com as toxinas (Cordeiro *et al.* 2010, Silva *et al.* 2013). A ação repelente do óleo de *M. spicata* também foi observado por Kedia *et al.* 2014, a eficiência foi total quando *C. chinensis* foi exposto a concentração de 0,025 $\mu\text{L mL}^{-1}$. Segundo Kumar *et al.* 2011, o óleo essencial de *M. spicata* tem grande poder repelente por conter em sua composição química a carvona como principal componente, é o que confere esta e outras propriedades ao óleo.

O índice de repelência de *M. piperita* com o passar das horas, mostrou que esse óleo essencial se manteve ativo e eficaz. No ano de 2000, Ansari *et al.*, em trabalho com *Anopheles annularis* (van der Wulp), *Anopheles culicifacies* (Giles) e *Culex quinquefasciatus* (Say), aplicaram óleo essencial puro de *M. piperita* nas partes expostas das mãos, pernas, pescoço e rosto das cobaias humanas à noite, e os resultados mostraram uma percentagem de repelência de 100%, 92,30% e 84,50%, respectivamente. Rahdari & Hamzei (2017), encontraram repelência de 89,85% quando *Tribolium confusum* (Duval) era exposto a concentração de 2,20 $\mu\text{L mL}^{-1}$ do óleo essencial de *M. piperita*.

O óleo essencial de *C. winterianus* também mostrou-se repelente durante todo o bioensaio, com variações de intensidade. Gusmão *et al.* (2013) calcularam o índice de repelência de *C. winterianus* sobre adultos de *Callosobruchus maculatus* (Fabricius), em todas as concentrações utilizadas, o óleo essencial teve ação repelente sobre a praga. No mesmo ano, Deletre *et al.* (2013) observaram a ação repelente de extratos de *C. winterianus* sobre *Anopheles gambiae* (Giles) e encontraram uma porcentagem de 69,50%. No ano de 2015, Deletre *et al.*, realizou bioensaio com a mesma praga, desta vez, utilizando óleos essencial de *C. winterianus* e alguns de seus componentes químicos, a repelência observada para o óleo essencial, geraniol e citronelal foi de 54,30%, 50,50% e 40,10%, respectivamente.

L. cubeba foi o único óleo essencial que manteve a intensidade de repelência muito alta e constantes durante todas as horas de avaliação. Wagan *et al.* (2016) encontraram resultados semelhantes em teste com *Monomorium pharaonis* (Linnaeus). Yang *et al.* (2014) avaliaram a atividade de repelência do óleo essencial, duas e quatro horas após o tratamento, a porcentagem encontrada para *Lasioderma serricorne* (Fabricius) foi de 76% e 82%, para *Liposcelis bostrychophila* (Badonnel) foi de 84% e 78%, respectivamente. Para *Aedes* spp., *Armigeres* spp. e *Culex* spp. Vongsombath *et al.* (2012) encontrou 57,30%, 74,20% e 80,30% de repelência, respectivamente, na concentração de 6,3 $\mu\text{g cm}^{-2}$. Na China, Wang *et al.* (2014), observaram que o óleo essencial teve porcentagem de repelência de 88,30% e 77,20% sobre *Alphitobius diaperinus* (Panzer), após 12 e 24 horas.

C. paradisi apresentou repelência que se intensificou nas duas horas finais de avaliação. Já *C. nobilis* permaneceu alta, passando por variações de intensidade durante o bioensaio. As concentrações utilizadas por Dutra *et al.* (2016) do óleo essencial de *C. paradisi* sobre *C. maculatus*, foram classificadas como neutras, de acordo com o índice de repelência. Yoon *et al.* (2009) mostraram alta repelência do óleo essencial sobre *Blattella germânica* (Linnaeus), *Periplaneta*

americana (Linnaeus) e *Periplaneta fuliginosa* (Serville) com porcentagens de 96,70%, 90,30%, e 82,40%, respectivamente. Na Indonésia, Husna *et al.* (2015) encontraram atividade repelente do óleo essencial de *C. nobilis* sobre mosquito, *A. aegypti* (85,81%). O limoneno, principal componente dos óleos essenciais de *C. nobilis* e *C. paradisi*, foi repelente a *Sitophilus oryzae* (Linnaeus), segundo Yoon *et al.* (2007).

A ação repelente de alguns óleos essenciais, aqui estudados, atuando sobre a praga *P. xylostella*, foram encontradas recentemente por Koundal *et al.* (2018), na maior concentração utilizada (10 mg mL⁻¹) dos óleos essenciais de *M. piperita* e *M. spicata* a porcentagem observada foi de 74,86% e 79,04%.

Adebisi *et al.* (2018) avaliou a mesma bioatividade sobre a mariposa, utilizando óleos essenciais de *Eupatorium adenophorum* (Sprengel), que apresentou atividade repelente (CR₅₀= 2070,99 mg L⁻¹) em larvas de terceiro instar. Óleos essenciais extraídos de folhas de *Lantana camara* (Linnaeus), folhas de *Coleus amboinicus* (Loureiro), rizoma de *Alpinia pyramidata* (Blume) e rizoma de *Curcuma longa* (Linnaeus), testados em larvas de segundo instar, na concentração de 1000 mg L⁻¹, tiveram porcentagem de repelência de 40%, 35%, 45% e 40%, respectivamente (Javier *et al.* 2016). O óleo essencial de *Cedrus deodora* (Roxb.) G. Don, apresentou porcentagem de 86,29%, na concentração de 10 mg mL⁻¹ (Reddy *et al.* 2015). Dolma *et al.* (2018) mostraram que componente isolado também tem atividade repelente sobre a praga, observaram que larva de terceiro instar expostas a saponina na concentração de 4000 mg L⁻¹ apresentam 48,57% de bioatividade. Em 2004, Zhang *et al.* também encontraram resultados para limoneno (63,98%), *alpha*-terpinene (54,97%), linalol (37,77%) e verbenone (25,34%).

O inseticida botânico comercial Azamax[®] (i.a. azadiractina) não apresentou efeito repelente no decorrer das horas de avaliação, embora tenha sido o mais eficaz no bioensaio de deterrência alimentar. Um mesmo produto pode agir de diferentes maneiras no organismo dos insetos, isso

depende do tipo de bioensaio, as concentrações utilizadas e a forma de aplicação (Brito *et al.* 2015). A eficácia também pode variar de acordo com a espécie da praga. Camara *et al.* (2017), relatou efeito repelente de Azamax sobre *Tetranychus urticae* (Koch) e Tomé *et al.* (2013) também mostraram atividade repelência do produto sobre *Tuta absoluta* (Meyrick), quando expostas a folhas tratadas com diferentes concentrações.

Os resultados sugerem que, os óleos essenciais testados no presente trabalho, podem ser uma alternativa viável para o sistema de manejo da traça-das-crucíferas, *P. xylostella*, devido a atividade repelente, com destaque para os óleos de *L. cubeba*, *M. piperita* e *C. winterianus*.

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES (Maio/2015 a Fevereiro/2019) pela bolsa PROEX de estudo concedida à Tamara Thays Barbosa Leal e apoio financeiro por meio dos projetos CT/AGRO/CNPq nº 403.161/2013-0 e Projeto Universal CNPq nº 47.778/2013-5.

Literatura Citada

- Adebisi, O., S.K. Dolma, P.K. Verma, B.S. & S.G.E. Reddy. 2018.** Volatile, non-volatile composition and insecticidal activity of *Eupatorium adenophorum* Spreng against diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.) and aphid, *Aphis craccivora* Koch. *Toxin Rev.* 38: 1-8.
- Akhtar, Y., A. Stevens, R. Bradbury, C.A. Da Camara & M.B. Isman. 2012.** Effect of chemical complexity of essential oils on feeding deterrence in larvae of the cabbage looper. *Physiol. Entomol.* 37: 81-91.
- Ali, A., B. Demirci, H.T. Kiyani, U.R. Bernier, M. Tsikolia, D.E. Wedge, I.A. Khan, K.H. Başer & N. Tabanca. 2013.** Biting deterrence, repellency, and larvicidal activity of *Ruta chalepensis* (Sapindales: Rutaceae) essential oil and its major individual constituents against mosquitoes. *J. Med. Entomol.* 50: 1267-1274.

- Ansari, M., P. Vasudevan, M. Tandon & R. Razdan. 2000.** Larvicidal and mosquito repellent action of peppermint (*Mentha piperita*) oil. *Bioresource Technol.* 71: 267-271.
- Barros, R., R.T. Thuler & F.F. Pereira. 2012.** Técnica de criação de *Plutella xylostella* (L., 1758) (Lepidoptera: Yponomeutidae), p. 65-84. In D. Pratissoli (ed.), *Técnicas de criação de pragas de importância agrícola, em dietas naturais*. Vitória, EDUFES, 308p.
- Björkman, M., I. Klingen, A.N.E. Birch, A.M. Bones, T.J.A. Bruce, T.J. Johansen, R. Meadow, J. Mølmann, R. Seljåsen, L.E. Smart & D. Stewart. 2011.** Phytochemicals of Brassicaceae in plant protection and human health-influences of climate, environment and agronomic practice. *Phytochemistry.* 72: 538-556.
- Blackwell, A., A.E. Stuart & B.A. Estambale. 2003.** The repellent and antifeedant activity of oil of *Myrica gale* against *Aedes aegypti* mosquitoes and its enhancement by the addition of salicylic acid. *Proc. Royal Coll. Phys.* 33: 209-214.
- Borzoui, E., B. Naseri, Z. Abedi & M.S. Karimi-Pormehr. 2016.** Lethal and sublethal effects of essential oils from *Artemisia khorassanica* and *Vitex pseudo-negundo* against *Plodia interpunctella* (Lepidoptera: Pyralidae). *Environ. Entomol.* 45: 1220-1226.
- Brito, A.S. 2015.** Atividade inseticida e repelência de óleos essenciais em *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae). Dissertação de Mestrado, UFRPE, Serra Talhada, 53p.
- Camara, C.A.G., M.M. de Moraes, J.P.R. de Melo & da M.M.C. Silva. 2017.** Chemical Composition and acaricidal activity of essential oils from *Croton rhamnifolioides* Pax and Hoffm. in different regions of a caatinga biome in northeastern Brazil. *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 20: 1434-1449.
- Castro e Melo, R.A., N.R. Madeira & C.E.P. Lima. 2016.** Produção de brássicas em sistema plantio direto. Brasília, Embrapa hortaliças, 16p. (Circular Técnica, 151).
- Chapman, R.F. 2003.** Contact chemoreception in feeding by phytophagous insects. *Annu. Rev. Entomol.* 48:455-84.
- Cordeiro, E.M.G., A.S. Corrêa, M. Venzon & R.N.C. Guedes. 2010.** Insecticide survival and behavioral avoidance in the lacewings *Chrysoperla externa* and *Ceraeochrysa cubana*. *Chemosphera.* 81: 1352-1357.
- Deletre, E., F. Chandre, L. Williams, C. Duménil, C. Menut & T. Martin. 2015.** Electrophysiological and behavioral characterization of bioactive compounds of the *Thymus vulgaris*, *Cymbopogon winterianus*, *Cuminum cyminum* and *Cinnamomum zeylanicum* essential oils against *Anopheles gambiae* and prospects for their use as bednet treatments. *Parasit. Vectors.* 8: 316.
- Deletre, E., T. Martin, P. Campagne, D. Bourguet, A. Cadin, C. Menut, R. Bonafos & F. Chandre. 2013.** Repellent, irritant and toxic effects of 20 plant extracts on adults of the malaria vector *Anopheles gambiae* mosquito. *PLoS One.* 8: e82103.

- Dolma, S.K., E. Sharma, A. Gulati & S.E. Reddy. 2018.** Insecticidal activities of tea saponin against diamondback moth, *Plutella xylostella* and aphid, *Aphis craccivora*. *Toxin* ver. 37: 52-55.
- Dutra, K.A.; J.V. de Oliveira, D.M. Navarro, D.A. Barbosa & J.P. Santos. 2016.** Control of *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) in *Vigna unguiculata* (L.) WALp. with essential oils from four *Citrus* spp. plants. *J. Stored Prod. Res.* 68: 25-32.
- Ebadollahi, A., J. Geranmayeh & M. Kamrani. 2017.** Colorado potato beetle (*Leptinotarsa decemlineata* Say) control potential of essential oil isolated from Peruvian *Cymbopogon citratus* Stapf. *Nat. Prod. Sci.* 23: 235-238.
- Finney, D.J. 1971.** Probit analysis. London, Cambridge University Press, 333p.
- Gautam, M.P., H. Singh, S. Kumar, V. Kumar, G. Singh & S.N. Singh. 2018.** Diamondback moth, *Plutella xylostella* (Linnaeus) (Insecta: Lepidoptera: Plutellidae) a major insect of cabbage in India: A review. *J. Entomol. Zool. Stud.* 6: 1394-1399.
- Govindarajan, M. 2011.** Larvicidal and repellent properties of some essential oils against *Culex tritaeniorhynchus* giles and *Anopheles subpictus* grassi (Diptera: culicidae). *Asian Pac. J. Trop. Med.* 4: 106-111.
- Gusmão, N.M.S., J.V.de Oliveira, D.M.A.F. Navarro, K.A. Dutra, W.A. da Silva & M.J.A. Wanderley. 2013.** Contact and fumigant toxicity and repellency of *Eucalyptus citriodora* Hook., *Eucalyptus staigeriana* F., *Cymbopogon winterianus* Jowitt and *Foeniculum vulgare* Mill. essential oils in the management of *Callosobruchus maculatus* (FABR.) (Coleoptera: Chrysomelidae, Bruchinae). *J. Stored Prod. Res.* 54: 41–47.
- Hernández-Lambrano, R., K. Caballero-Gallardo & J. Olivero-Verbel. 2014.** Toxicity and antifeedant activity of essential oils from three aromatic plants grown in Colombia against *Euprosterina elaeasa* and *Acharya fusca* (Lepidoptera: Limacodidae). *Asian Pac. J. Trop. Biomed.* 4: 695–700.
- Hoy, C.W., G.P. Head & F.R. Hall. 1998.** Spatial heterogeneity and insect adaptation to toxins. *Ann. Rev. Entomol.* 43: 571-594.
- Hsu, J.-C., Y.-Y. Lin, C.-C. Chang, K.-H. Hua, M.-J.M. Chen, L.-H. Huang & C.-Y. Chen. 2016.** Discovery of organophosphate resistance-related genes associated with well-known resistance mechanisms of *Plutella xylostella* (L.) (Lepidoptera: Plutellidae) by RNA-Seq. *J. Econ. Entomol.* 109: 1378-1386.
- Husna, Q.R., M. Andrie & S. Luliana. 2015.** Aktivitas repelan minyak atsiri kulit buah jeruk nipis (*Citrus nobilis* Lour.) terhadap nyamuk *Aedes aegypti* L. Dengan metode whopos. *J. M. Farmasi.* 3: 1-6.

- Isman, M.B. 2002.** Insect antifeedants. *Pestic. Outlook.* 13:152-157.
- Isman, M.B., S. Miresmailli & C. Machial. 2011.** Commercial opportunities for pesticides based on plant essential oils in agriculture, industry and consumer products. *Phytochem Rev.* 10: 197–204.
- Izadmehri K.H., M. Saber, A. Mehrvar, M.B. Hassanpouraghdam & S. Vojoudi. 2013.** Lethal and sublethal effects of essential oils from *Eucalyptus camaldulensis* and *Heracleum persicum* against the adults of *Callosobruchus maculatus*. *J. Insect Sci.* 13: 1–10.
- Javier, A.M.V., V.R.O. Campos, F.A. Ceballo & P.A. Javier. 2016.** Insecticidal activity of four essential oils against diamondback moth, *Plutella xylostella* Linnaeus (Lepidoptera: Pyralidae). *Philipp. Agric. Sci.* 99: 156-163.
- Jiang, Z.L., Y. Akhtar, X. Zhang, R. Bradbury & M.B. Isman. 2010.** Insecticidal and feeding deterrent activities of essential oils in the cabbage looper, *Trichoplusia ni* (Lepidoptera: Noctuidae). *J. Appl. Entomol.* 136: 191–202.
- Kedia, A., B. Prakash, P.K. Mishra, C.S. Chanotiya & N.K. Dubey. 2014.** Antifungal, antiaflatoxic, and insecticidal efficacy of spearmint (*Mentha spicata* L.) essential oil. *Int. Biodeterior. Biodegradation.* 89: 29–36.
- Kim, S.-I., J.-S. Yoon, J.W. Jung, K.-B. Hong, Y.-J. Ahn & H.W. Kwon. 2010.** Toxicity and repellency of origanum essential oil and its components against *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae) adults. *J. Asia Pac. Entomol.* 13: 369-373.
- Kolani, L., K. Sanda, K. Agboka, G. Mawussi, K. Koba & R. Djouaka. 2016.** investigation of insecticidal activity of blend of essential oil of *Cymbopogon schoenanthus* and neem oil on *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae). *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 19: 1478-1486.
- Koundal, R., S.K. Dolma, G. Chand, V.K. Agnihotri & S.G.E. Reddy. 2018.** Chemical composition and insecticidal properties of essential oils against diamondback moth (*Plutella xylostella* L.). *Toxin Rev.* 1-11.
- Kumar, P., S. Mishra, A. Malik & S. Satya. 2011.** Insecticidal properties of *Mentha* species: a review. *Ind. Crops Prod.* 34: 802-817.
- Lorini, I. & D.J. Galley. 1998.** Relative effectiveness of topical, filter paper and grain applications of deltamethrin, and associated behavior of *Rhyzopertha dominica* (F.) strains. *J. Stored Prod. Res.* 34: 377-383.
- Mazzonetto, F. & J. Vendramim. 2003.** Efeito de Pós de Origem Vegetal sobre *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleóptera: Bruchidae) em Feijao Armazenado. *Neotrop. Entomol.* 32: 145-149.
- Mordue, A.J. & A.J. Nisbet. 2000.** Azadirachtin from the Neem tree *Azadirachta indica*: its action against insects. *Na. Soc. Entomol. Brasil.* 29: 615-632.

- Mossi, A.J., V. Astolfi, G. Kubiak, L. Lerin, C. Zanella, G. Toniazzo, D. de Oliveira, H. Treichel, I.A. Devilla, R. Cansiana & R. Restelloa. 2011.** Insecticidal and repellency activity of essential oil of *Eucalyptus* sp. against *Sitophilus zeamais* motschulsky (Coleoptera, Curculionidae). *J. Sci. Food Agric.* 91: 273-277.
- Murcia-Meseguer, A., T.J.S. Alves, F. Budia, A. Ortiz & P. Medina. 2018.** Insecticidal toxicity of thirteen commercial plant essential oils against *Spodoptera exigua* (Lepidoptera: Noctuidae). *Phytoparasitica*, 46: 233-245.
- Nasr, M., J.J. Sendi, S. Moharramipour & A. Zibae. 2017.** Evaluation of *Origanum vulgare* L. essential oil as a source of toxicant and an inhibitor of physiological parameters in diamondback moth, *Plutella xylostella* L. (Lepidoptera: Pyralidae). *J. Saudi Soc. Agric. Sci.* 16: 184-190.
- Negahban, M., S. Moharramipour, M. Zand & S.A. Hashemi, 2013.** Repellent activity of nanoencapsulated essential oil of *Artemisia sieberi* Besser on *Plutella xylostella* L. larvae. *Iran. J. Med. Aromatic Plants.* 29: 909-924.
- Ngamo, T.S.L., I. Ngatanko, M.B. Ngassoum, P.M. Mapongmestsem & T. Hance. 2007.** Persistence of insecticidal activities of crude essential oils of three aromatic plants towards four major stored product insect pests. *Afr. J. Agr. Res.* 2: 173-177.
- Paulraj, M.G., N. Shanmugam & S. Ignacimuthu. 2013.** Antifeedant activity and toxicity of two alkaloids from *Adhatoda vasica* Nees leaves against diamondback moth *Plutella xylostella* (Linn.) (Lepidoptera: Plutellidae) larvae. *Arch. Phytopathology Plant Protect.* 47: 1832–1840.
- Pavela, R. 2011.** Insecticidal and repellent activity of selected essential oils against of the pollen beetle, *Meligethes aeneus* (Fabricius) adults. *Ind. Crop. Prod.* 34: 888-892.
- Pedras, M.S.C. & E.E. Yaya. 2010.** Phytoalexins from Brassicaceae: news from the front. *Phytochemistry.* 71: 1191-1197.
- Plata-Rueda1, A., L.C. Martínez, M.H. Santos, F.L. Fernandes, C. F. Wilcken, M. A. Soares, J. E. Serrão & J. C. Zanuncio. 2017.** Insecticidal activity of garlic essential oil and their constituents against the mealworm beetle, *Tenebrio molitor* Linnaeus (Coleoptera: Tenebrionidae). *Sci. Rep.* 7: 1-11.
- Purwatiningsih, N. Heather & E. Hassan. 2012.** Efficacy of *Leptospermum petersonii* oil, on *Plutella xylostella*, and its parasitoid, *Trichogramma pretiosum*. *J. Econ. Entomol.* 105:1379-1384.
- Rahdari, T. & M. Hamzei. 2017.** Repellency Effect of Essential Oils of *Mentha piperita*, *Rosmarinus officinalis* and *Coriandrum sativum* on *Tribolium confusum* duval (Coleoptera: Tenebrionidae). *Chem. Res. J.* 2:107-112.

- Reddy, S.G.E., S.K. Dolma, R. Koundal & B. Singh. 2015.** Chemical composition and insecticidal activities of essential oils against diamondback moth, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Yponomeutidae). *Nat. Prod. Res.* 30: 1834-1838.
- Roszaini, K., M. A. Nor Azah, J. Mailina, S. Zaini & Z. M. Faridz. 2013.** Toxicity and antitermite activity of the essential oils from *Cinnamomum camphora*, *Cymbopogon nardus*, *Melaleuca cajuputi* and *Dipterocarpus* sp. against *Coptotermes curvignathus*. *Wood Sci. Technol.* 47: 1273-1284.
- SAS Institute 2001.** SAS/STAT User`s guide, version 8.2, TS level 2MO. SAS Institute. Inc.
- Shakeel1, M., M. Farooq, W. Nasim, W. Akram, F.Z.A. Khan, W. Jaleel, X. Zhu, H. Yin, S. Li1, S. Fahad, S. Hussain, B.S. Chauhan11 & F. Jin. 2017.** Environment polluting conventional chemical control compared to an environmentally friendly IPM approach for control of diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.), in China: a review. *Environ. Sci. Poll. Res.* 24: 14537-14550.
- SiBBR (Sistema de Informação sobre a Biodiversidade Brasileira). 2018.** Flora do Brasil 2020 em construção. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: < <http://floradobrasil.jbrj.gov.br/> >. Acesso em: 20 abr. 2018.
- Silva, L.B., J.C. Silva, B.E. Pavan, F.F. Pereira, K. Maggioni, L.H. Andrade, A.C.S. Candido & M.T.L.P. Peres. 2013.** Insecticide irritability of plant extracts against *Sitophilus zeamais*. *Afr. J. Agr. Res.* 8: 978-983.
- Souza, J.M., A.L. Caldas, S.D. Tohidi, J. Molina, A.P. Souto, R. Fangueiro & A. Zille. 2014.** Properties and controlled release of chitosan microencapsulated limonene oil. *Rev. Bras. Farmacogn.* 24: 691-698.
- Sun, J., P. Liang & X. Gao. 2011.** Cross-resistance patterns and fitness in fufenozide-resistant diamondback moth, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae). *Pest Manag. Sci.* 68: 285-289.
- Tacoli, F., V.A. Bell, E. Cargnus, & F. Pavan. 2018.** Insecticidal activity of natural products against *Vineyard mealybugs* (Hemiptera: Pseudococcidae). *Crop. Prot.* 111: 50-57.
- Tomé, H.V.V., J.C. Martins, A.S. Corrêa, T.V.S. Galdino, M.C. Picanço & R.N.C. Guedes. 2013.** Azadirachtin avoidance by larvae and adult females of the tomato leafminer *Tuta absoluta*. *Crop Prot.* 46: 63-69.
- Trivedi, A., N. Nayak & K. Jitendra. 2017.** Fumigant toxicity study of different essential oils against stored grain pest *Callosobruchus chinensis*. *J. Pharmacogn. Phytochem.* 6: 1708-1711.
- Usher, B.F., E.F. Bernays, & R.V. Berbehenn. 1988.** Antifeedant tests with larvae of *Pseudaletia unipuncta*: variability of behavioral response. *Entomol. Exp. Appl.* 48: 203-212.

- Vedovatto, F., C. Valério Júnior, V. Astolfi, P.A.A. Mielniczki, S.S. Roman, N. Paroul & R.L. Cansian. 2015.** Essential oil of *Cinnamodendron dinisii* schwanke for the control of *Sitophilus zeamais* motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). *Rev. Bras. Pl. Med.* 17: 1055-1060.
- Villafañe, E., D. Tolosa, A. Bardon & A. Neske. 2011.** Toxic Effects of *Citrus Aurantium* and *C. Limon* Essential Oils on *Spodoptera Frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Nat. Prod. Commun.* 6: 1389-1392.
- Vongsombath, C.; K. Pålsson, L. Björk, B. Karlson & T.G.T. Jaenson. 2012.** Mosquito (Diptera: Culicidae) repellency field tests of essential oils from plants traditionally used in Laos. *J. Med. Entomol.* 49: 1398-1404.
- Wagan, T.A., H. Chakira, Y. He, J. Zhao, M. Long & H. Hua. 2016.** Repellency of two essential oil to *Monomorium pharaonis* (Hymenoptera: Formicidae). *Fla. Entomol.* 99: 608-615.
- Wang, X., Q. Li, L. Shen, J. Yang, H. Cheng, S. Jiang, C. Jiang & H. Wang. 2014.** Fumigant, contact, and repellent activities of essential oils against the darkling beetle, *Alphitobius diaperinus*. *J. Insect Sci.* 14: 1-11.
- Warwick, S.I. 2011.** Brassicaceae in agriculture. In *Genetics and Genomics of the Brassicaceae*. R. Schmidt and I. Bancroft (eds.) Gatersleben, Germany: Springer, p. 33-66.
- Warwick, S.I. & I.A. Al-Shehbaz. 2006.** Brassicaceae: Species checklist and database on CD-Rom. *Plant Syst. Evol.* 259: 249-258.
- Wei, H., J. Liu, B. Li, Z. Zhan, Y. Chen, H. Tian, S. Lin & X. Gu. 2015.** The toxicity and physiological effect of essential oil from *Chenopodium ambrosioides* against the diamondback moth, *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae). *Crop Prot.* 76: 68-74.
- Wu, H., M. Zhanga & Z. Yanga. 2019.** Repellent activity screening of 12 essential oils against *Aedes albopictus* Skuse: Repellent liquid preparation of *Mentha arvensis* and *Litsea cubeba* oils and bioassay on hand skin. *Ind. Crop. Prod.* 128: 464-470.
- Yang, K., C.F. Wang, C.X. You, Z.F. Geng, R.Q. Sun, S.S. Guo, S.S. Du, Z.L. Liu & Z.W. Deng. 2014.** Bioactivity of essential oil of *Litsea cubeba* from China and its main compounds against two stored product insects. *J. Asia Pac. Entomol.* 17:459-466.
- Yoon, C., S.H. Kang, J.O. Yang, D.J. Noj, P. Indiragandhi & G.H. Kim. 2009.** Repellent activity of Citrus oil against the cockroaches *Blattella germanica*, *Periplaneta americana* and *P. fuliginosa*. *J. Pestic. Sci.* 34: 77-88.
- Yoon, C.; S.H. Kang, S.A. Jang, Y.J. Kim & G.H. Kim. 2007.** Repellent efficacy of caraway and grapefruit oils for *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae). *J. Asia Pac. Entomol.* 10: 263-267.

Zhang, M., B. Ling, S. Chen, G. Liang & X. Pang. 2004. Repellent and oviposition deterrent activities of the essential oil from *Mikania micrantha* and its compounds on *Plutella xylostella*. *Insect Sci.* 11: 37-45.

Tabela 1. Índice de deterrência alimentar do inseticida botânico comercial com ingrediente ativo azadiractina e os óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* nas concentrações utilizadas para a praga, *Plutella xylostella*, após 24 horas de exposição.

Óleo essencial	Concentração ($\mu\text{L mL}^{-1}$)	IDA (%)
<i>Mentha arvensis</i>	0,25	2,00
	0,50	12,50
	1,00	20,00
	1,50	30,00
	2,00	45,56
	2,50	38,75
	3,75	56,25
	5,00	63,75
<i>Mentha spicata</i>	0,03	1,00
	0,06	2,49
	0,13	5,42
	0,25	12,84
	0,50	16,80
	1,00	25,00
	1,50	37,00
	2,00	48,00
<i>Mentha piperita</i>	0,25	4,00
	0,50	20,00
	1,00	39,00
	1,50	62,00
	2,00	80,00
	2,50	88,00
	3,75	95,00
<i>Cymbopogon winterianus</i>	1,00	4,00
	1,50	10,00
	2,00	18,00
	2,50	30,00
	3,75	53,00
	5,00	64,00
	7,50	90,00
	12,50	95,00

Tabela 1. Continuação.		
	0,13	2,00
	0,25	10,00
	0,50	19,00
<i>Litsea cubeba</i>	1,00	20,00
	1,50	40,00
	2,00	53,00
	2,50	63,00
	0,13	1,00
	0,38	2,00
	0,63	7,45
<i>Citrus paradisi</i>	1,25	15,02
	2,50	20,64
	3,75	27,69
	5,00	46,10
	7,50	60,00
	0,13	2,00
	0,25	7,00
	0,50	10,00
<i>Citrus nobilis</i>	0,75	18,00
	1,00	28,70
	1,50	29,88
	2,00	33,06
	2,50	60,00
	0,010	2,00
	0,025	6,00
	0,050	10,00
<i>Azadiractina</i>	0,100	18,00
	0,150	26,00
	0,350	40,00
	0,600	48,00
	1,000	60,00

Índice de deterrência alimentar (IDA)= $100\{(C - T) / (C + T)\}$, onde C = valores das áreas consumidas nos discos controle e T = valores das áreas consumidas nos discos tratados.

Tabela 2. Deterrência alimentar causada pela ação do inseticida botânico comercial com ingrediente ativo azadiractina e os óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* para a praga, *Plutella xylostella*, após 24 horas de exposição.

Óleo essencial	DA ₅₀ (µL mL ⁻¹) (95% IC)	Inclinação ± EP	χ ²	GL
<i>Mentha arvensis</i>	3,02 (2,61-3,60)	1,65 ± 0,13	5,32	6
<i>Mentha spicata</i>	2,76 (2,03-4,20)	1,19 ± 0,11	2,83	6
<i>Mentha piperita</i>	1,08 (0,98-1,18)	2,89 ± 0,18	4,62	5
<i>Cymbopogon winterianus</i>	3,62 (3,36-3,90)	3,31 ± 0,19	3,36	6
<i>Litsea cubeba</i>	1,94 (1,45-3,04)	1,66 ± 0,21	10,12	5
<i>Citrus paradisi</i>	6,49 (5,32-8,36)	1,55 ± 0,14	7,91	6
<i>Citrus nobilis</i>	2,63 (1,90-4,65)	1,60 ± 0,22	11,99	6
Azadiractina	0,15 (0,13-0,18)	1,70 ± 0,11	7,71	5

DA₅₀=Concentração para inibir em 50% a alimentação dos indivíduos; IC=Intervalo de confiança para 95%; EP=Erro padrão da média; χ²=Qui-quadrado (P>0.05); GL= Grau de liberdade.

Tabela 3. Escala de intensidade de repelência de acordo com os valores obtidos com o índice de Mazzonetto e Vendramin (2003).

Valor índice de repelência (IR)	Categoria
≥ 1	Sem repelência
0,76-0,99	Repelência fraca
0,51-0,75	Repelencia moderada
0,26-0,50	Repelencia alta
0,0-0,25	Repelência muito alta

Índice de repelência (IR) = $2G / (G + P)$, onde G = porcentagem de insetos de cada tratamento e P = porcentagem de insetos no controle.

Tabela 4. Índice de repelência do inseticida botânico comercial com ingrediente ativo azadiractina e os óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* na concentração de 4 $\mu\text{L mL}^{-1}$, para a praga, *Plutella xylostella*, após 1, 2, 4, 6, 12 e 24 horas de exposição.

Óleo essencial	Tempo de exposição (horas)	IR \pm EP
<i>Mentha arvensis</i>	1	0,40 \pm 0,03
	2	0,80 \pm 0,06
	4	0,80 \pm 0,06
	6	0,80 \pm 0,06
	12	0,80 \pm 0,06
	24	1,00 \pm 0,08
<i>Mentha spicata</i>	1	0,33 \pm 0,03
	2	1,11 \pm 0,09
	4	1,11 \pm 0,09
	6	0,20 \pm 0,02
	12	0,44 \pm 0,03
	24	1,25 \pm 0,10
<i>Mentha piperita</i>	1	0,40 \pm 0,03
	2	0,40 \pm 0,03
	4	0,20 \pm 0,02
	6	0,20 \pm 0,02
	12	0,05 \pm 0,00
	24	0,20 \pm 0,02
<i>Cymbopogon winterianus</i>	1	0,44 \pm 0,03
	2	0,25 \pm 0,02
	4	0,25 \pm 0,02
	6	0,25 \pm 0,02

Tabela 4. Continuação.

	12	0,50 ± 0,04
	24	0,44 ± 0,03
<i>Litsea cubeba</i>	1	0,10 ± 0,01
	2	0,05 ± 0,00
	4	0,05 ± 0,00
	6	0,05 ± 0,00
	12	0,05 ± 0,00
	24	0,05 ± 0,00
<i>Citrus paradisi</i>	1	0,80 ± 0,06
	2	0,80 ± 0,06
	4	0,80 ± 0,06
	6	0,80 ± 0,06
	12	0,60 ± 0,05
	24	0,67 ± 0,05
<i>Citrus nobilis</i>	1	0,40 ± 0,03
	2	0,40 ± 0,03
	4	0,60 ± 0,05
	6	0,60 ± 0,05
	12	0,40 ± 0,03
	24	0,44 ± 0,03
Azadiractina	1	1,11 ± 0,09
	2	1,80 ± 0,14
	4	2,00 ± 0,16
	6	1,80 ± 0,14
	12	1,80 ± 0,14
	24	1,33 ± 0,10

Índice de repelência (IR) = $2G / (G + P)$, onde G = porcentagem de insetos de cada tratamento e P = porcentagem de insetos no controle; EP=Erro padrão da média.

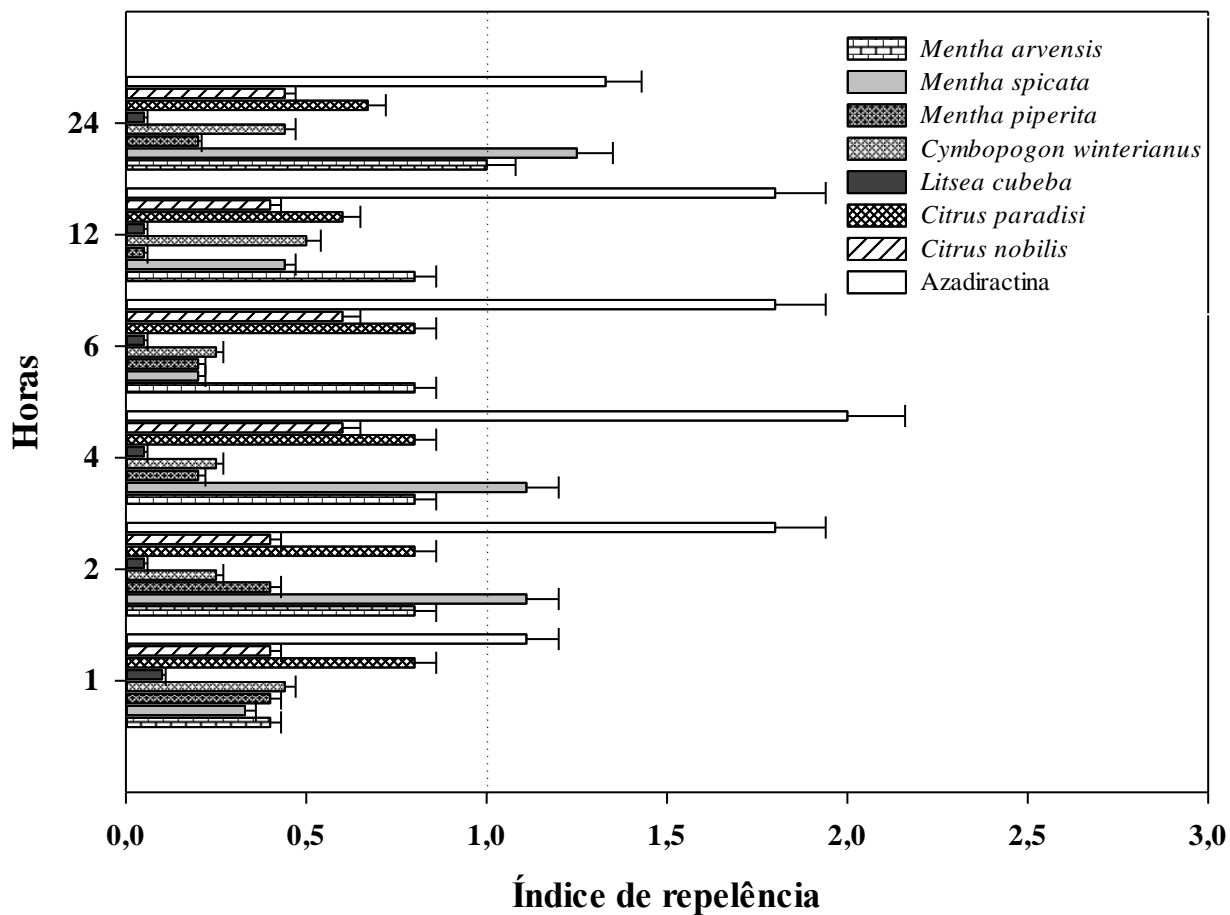


Figura 1. Índice de repelência do inseticida botânico comercial com ingrediente ativo azadiractina e os óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Cymbopogon winterianus*, *Litsea cubeba*, *Citrus paradisi* e *Citrus nobilis* na concentração de $4 \mu\text{L mL}^{-1}$, para a praga, *Plutella xylostella*, após 1, 2, 4, 6, 12 e 24 horas de exposição.

CAPÍTULO 4

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os inseticidas botânicos foram usados por anos para o controle de pragas e oferecer segurança alimentar, mas foram substituídos por inseticidas químicos. O que acarretou no surgimento de uma série de problemas a natureza e ao próprio homem, despertando novamente o interesse por produtos derivados de plantas. Grande parte das formulações botânicas são interessantes para os agricultores, já que muitas vezes o material pode ser encontrado na flora local, ainda mais tratando-se do Brasil, que é um país rico em espécies de plantas. Óleos essenciais de *Mentha arvensis*, *Mentha spicata*, *Mentha piperita*, *Citrus nobilis*, *Citrus paradisi*, *Cymbopogon winterianus* e *Litsea cubeba* contra *Plutella xylostella*, mostraram-se promissores para serem desenvolvidos como possíveis inseticidas com ação larvicida, ovicida, deterrente alimentar e repelente para uso no manejo integrado da traça-das-crucíferas, no entanto, novas pesquisas precisam ser realizados para investigação mais detalhada da fitotoxicidade (por meio da avaliação da germinação de sementes, emergência e crescimento da plântula, comprimento de raiz, comprimento da parte aérea, entre outros), do modo de ação dos constituintes, formas para melhorar sua atividade, efeitos sobre organismos não-alvo, incluindo os humanos, avaliar a ação sobre insetos praga com hábitos distintos a da praga aqui estudada, estudos voltados não somente para as fases de larvas, pupa e adultos, já que os ovos também podem ser uma ameaça para as culturas e avaliações em campo.