



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE BIOCÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM BIOTECNOLOGIA
REDE NORDESTE DE BIOTECNOLOGIA

CAMILA SOLEDADE DE LIRA PIMENTEL

Avaliação de atividades inseticidas dos óleos essenciais de folhas de *Piper corcovadensis*, inflorescências de *Etlingera elatior* e compostos voláteis frente ao *Sitophilus zeamais* e *Aedes aegypti*

Recife

2021

CAMILA SOLEDADE DE LIRA PIMENTEL

Avaliação de atividades inseticidas dos óleos essenciais de folhas de *Piper corcovadensis*, inflorescências de *Etlíngera elatior* e compostos voláteis frente ao *Sitophilus zeamais* e *Aedes aegypti*

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia da Universidade Federal do Pernambuco (UFPE), fazendo parte da Rede Nordeste de Biotecnologia (RENORBIO), como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Biotecnologia.

Área de Concentração: Recursos Naturais

Orientadora: Profa. Dra. Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro

Coorientador: Prof. Dr. Thiago Henrique Napoleão

Recife

2021

Catálogo na Fonte:
Bibliotecária Elaine Cristina Barroso, CRB4/1728

Pimentel, Camila Soledade de Lira

Avaliação de atividades inseticidas dos óleos essenciais de folhas de *Piper corcovadensis*, inflorescências de *Etlinger elatior* e compostos voláteis frente ao *Sitophilus zeamais* e *Aedes aegypti*/ Camila Soledade de Lira Pimentel. – 2022.

165 f. : il., fig., tab.

Orientadora: Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro

Coorientador: Thiago Henrique Napoleão

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. Centro de Biociências. Programa de Pós-graduação em Biotecnologia, Recife, 2022.

Inclui referências e apêndice.

1. Inseticidas 2. Essências e óleos essenciais 3. *Aedes aegypti* I. Navarro, Daniela Maria do Amaral Ferraz (orient). II. Napoleão, Thiago Henrique (coorient.). III. Título.

632.951

CDD (22.ed.)

UFPE/CB – 2022-161

CAMILA SOLEDADE DE LIRA PIMENTEL

Avaliação de atividades inseticidas dos óleos essenciais de folhas de *Piper corcovadensis*, inflorescências de *Etlíngera elatior* e compostos voláteis frente ao *Sitophilus zeamais* e *Aedes aegypti*

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia (RENORBIO), como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Biotecnologia.

Área de Concentração: Recursos Naturais

Aprovada em: 03 de setembro de 2021.

COMISSÃO EXAMINADORA

Dr^a. Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro (Orientadora)
Universidade Federal de Pernambuco

Dr. Thiago Henrique Napoleão (Coorientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Dr^a. Maria Tereza dos Santos Correia (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Dr. Emmanuel Viana Pontual (Examinador Externo)
Universidade Federal Rural de Pernambuco

Dr^a. Lidiane Pereira de Albuquerque (Examinador Externo)
Universidade Federal do Piauí

Dr^a. Rosângela Maria Rodrigues Barbosa (Examinadora Externa)
Instituto Aggeu Magalhães- Fiocruz/PE

Dedico este trabalho a minha família e amigos.

AGRADECIMENTOS

Às que vieram antes de mim, minhas avós, sem a ruptura que vocês teceram, sem as lutas que vocês batalharam, não seria possível eu chegar até aqui.

Aos meus pais, Valdilene e Naercio, por serem meu porto seguro, por cada palavra de incentivo, pelos conselhos, rezas e gestos de amor. Por tudo que abdicaram por nós e por nossos sonhos. Vocês são meu modelo de perseverança, resiliência e amor.

Ao Carlos, meu companheiro de vida, por todo amor e serenidade. Por me compreender em todas as minhas fases, por me incentivar e me dar suporte para ser uma pessoa melhor. Obrigada pelos cuidados e pelo convívio diário.

À minha irmã Ana Gregória, por ser meu exemplo e minha heroína desde pequena. Grata por seu amor e seu apoio incondicional; por cada desejo compartilhado, por cada lágrima enxugada, por tanta vida vivida.

À minha sobrinha Mariah Cecília, por abrilhantar minha vida e ressignificar meus sorrisos. Por poder acompanhar sua jornada, por presenciar suas descobertas e partilhar seus sonhos. É maravilhoso te ver crescer!

Ao meu compadre Rodrigo Nicéas, por toda leveza e divertimento que sua companhia traz; pelas palavras sempre carinhosas e positivas que, por tantas vezes, levantam meu astral; pelas boas energias e grandes reflexões.

À toda minha família pelo amor, torcida e apoio; Georgina, Flávia, Tonho, Fernanda e Laisa. À Nalda, pelo apoio e cuidados, ao Pedro e ao Gustavo, pela torcida. Aos meus tios, Carlos, Dilson, Nildo e Lincon pelo carinho e torcida. Às minhas tias Catarina, Leda, Luciana, Virginia, Serra e Beliza, por todo amor e zelo. Aos meus primos Rique, Thiago e Bela, por vibrarem comigo a cada conquista, pelas inúmeras gargalhadas, por todo carinho e torcida, somos um time!

À professora Daniela Navarro, pelos ensinamentos, apoio e exemplo; por me orientar desde a graduação; por todo carinho, incentivo e conversas que

tanto contribuíram para minha formação e realização deste trabalho; além dos recursos, para viabilizar esta pesquisa.

Ao professor Thiago Napoleão, por toda confiança, disponibilidade e apoio; pelos inúmeros ensinamentos e contribuições, por sua serenidade e sensatez. Obrigada por me guiar desde a graduação.

Ao professor Jefferson Princival e à Alana pela colaboração e síntese do composto.

A todos que fazem parte do LEQ (Laboratório de Ecologia Química): Liderlândio, Felipe, André, Weverton, Fábio, Priscila, Jéssica, Artur e Paulo. Ao técnico Júlio, pela ajuda e pelas boas conversas.

À FACEPE, pelo auxílio para a realização deste projeto.

Às minhas amigas e companheiras de doutorado e de bancada, Bhia e Suyana, obrigada pelo companheirismo, apoio e incentivo; por nossas risadas, dias, noites e madrugadas no laboratório; pelas pausas necessárias para um café e uma boa conversa. Sem vocês, com certeza o caminho seria mais difícil.

À amiga Kamilla, pela confiança, paciência e disponibilidade; por sua ajuda, companheirismo e alto astral; por me incentivar nos momentos de desânimo e por acreditar no meu trabalho e potencial; por ser meu socorro tantas vezes.

À Patrícia, por sua amizade e ensinamentos. Seu entusiasmo e curiosidade pela ciência me contagiam. Obrigada pelos bons momentos vividos dentro e fora do laboratório, por seu apoio nas situações difíceis e por seu incentivo.

Às amigas que o LEQ me deu, Rayane, Paloma, Geanne e Fernanda: obrigada pelo afeto, conversas, torcida e pelas inúmeras discussões científicas, boas risadas e comilanças.

A todos os amigos cativados, Tati e Juli; Raquel, Tata e Bel; Keyllinha e Rodrigo; Andra, Karol e Elis; Milena e Yris, por todo carinho, torcida, apoio e boas memórias.

E a tantas outras pessoas que foram luz em meu caminho, que contribuíram para minha formação e para a realização deste trabalho, muito obrigada!

RESUMO

O uso indiscriminado de inseticidas sintéticos no combate de pragas e vetores, vem causando impactos ambientais e populações de insetos resistentes. Estratégias alternativas que controle esses insetos são necessárias. O presente trabalho, descreve a atividade inseticida dos óleos essenciais de *Piper corcovadensis* (PcLEO) e 1-butil-3,4- Metilenodioxibenzeno (BMDB); *Etlintera elatior* (EeLEO) e dodecanal (NAL) e dodecanol (NOL) contra *Sitophilus zeamais* e investiga o uso de compostos voláteis (β – pineno, α – pineno, NAL e NOL) presentes em plantas frente ao *Aedes aegypti* nas fases de ovo e pupa. O óleo essencial foi extraído pela técnica de hidrodestilação em aparelho de tipo Clevenger modificado, por três horas, tratados com sulfato de sódio anidro e analisados por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (CG-EM). O BMDB foi sintetizado a partir do 4-bromo-1,2-metilenodióxibenzeno e os demais compostos foram adquiridos na Sigma-Aldrich. Avaliou-se a toxicidade por fumigação, contato e ingestão do PcLEO, EeLEO e seus compostos principais. Assim como, os parâmetros nutricionais, o índice de deterência alimentar e atividade de enzimas digestivas em adultos de *S. zeamais*. O PcLEO e BMDB foram tóxicos por fumigação (CL_{50} de 9,46 e 0,85 $\mu\text{L/L}$ de ar, respectivamente), por contato (DL_{50} de 9,38 $\mu\text{g/g}$ de inseto e 6,16 $\mu\text{g/g}$, respectivamente) e por ingestão (CL_{50} : 16,04 e 14,30 mg/g , respectivamente). Tanto o PcLEO quanto BMDB promoveram perda de biomassa pelos insetos e apresentaram efeito deterrente forte. Além disso, ambos foram capazes de inibir as atividades de tripsina e α -amilase. De acordo com os resultados obtidos, o BMDB provou ter um maior efeito sob adultos de *S. zeamais*. Em relação ao EeLEO, NAL e NOL, apresentaram toxicidade por fumigação, com CL_{50} de 0,031; 0,038 e 0,122 $\mu\text{L/L}$ de ar, respectivamente. E foram tóxicos por contato, mostrando DL_{50} de 18,7; 22,8 e 4,4 $\mu\text{g/g}$ respectivamente. Além disso, o óleo e os compostos interferiram nos parâmetros nutricionais dos insetos adultos de *S. zeamais* e a partir de 10,0 mg/g apresentaram forte deterência alimentar. Quando comparado os resultados, o NOL se destacou, o EeLEO e NAL, obtiveram resultados bem próximos, isso pode estar relacionado a composição

química do óleo, já que o NAL representa mais de 50% da constituição do óleo. Nos ensaios com *A. aegypti*, os compostos voláteis foram capazes de inibir a eclosão de larvas e também apresentaram mortalidade para pupas. O NOL demonstrou melhor resultado, no entanto, é necessário a continuidade destes ensaios para um melhor entendimento. Como conclusão, óleos essenciais e compostos voláteis, mostram-se como potenciais agente inseticida para controle de insetos vetores e pragas agrícolas.

Palavras-chave: Fenilpropanoide; Compostos Voláteis; Inseticida Botânico; Atividade Enzimática; Piperaceae; Zingiberaceae; Praga do Milho.

ABSTRACT

The indiscriminate use of synthetic insecticides to combat pests and vectors has been causing environmental impacts and resistant insect populations. Alternative strategies to control these insects are needed. This work describes the insecticidal activity of essential oils from *Piper corcovadensis* (PcLEO) and 1-butyl-3,4-Methylenedioxybenzene (BMDB); *Etlintera elatior* (EeLEO) and dodecanal (NAL) and dodecanol (NOL) against *Sitophilus zeamais* and investigates the use of volatile compounds (β – pinene, α – pinene, NAL and NOL) present in plants against *Aedes aegypti* in the egg and pupa stages. The essential oils were extracted by hydrodistillation in a modified Clevenger-type apparatus, for three hours, treated with anhydrous sodium sulfate and analyzed by gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC-MS). BMDB was synthesized from 4-bromo-1,2-(methylenedioxy)benzene and the other compounds were purchased from Sigma-Aldrich. Toxicity by fumigation, contact and ingestion of PcLEO, EeLEO and their main compounds was evaluated. As well as nutritional parameters, food deterrence index and digestive enzyme activity in adults of *S. zeamais*. PcLEO and BMDB presented toxicity by fumigation (LC_{50} of 9.46 and 0.85 $\mu\text{L/L}$ of air, respectively), by contact (LD_{50} of 9.38 $\mu\text{g/g}$ of insect for oil and 6.16 $\mu\text{g/g}$, respectively) and by ingestion (LC_{50} : 16.04 and 14.30 mg/g , respectively). Both PcLEO and BMDB promoted biomass loss by insects and had a strong deterrent effect. Furthermore, both were able to inhibit trypsin and α -amylase activities. According to the results obtained, BMDB proved to have a greater effect on adults of *S. zeamais*. Regarding EeLEO, NAL and NOL, they showed toxicity by fumigation, with LC_{50} of 0.031; 0.038 and 0.122 $\mu\text{L/L}$ of air, respectively. And they were toxic by contact, showing LD_{50} of 18.7; 22.8 and 4.4 $\mu\text{g/g}$ respectively. In addition, the oil and compounds interfered with the nutritional parameters of adult *S. zeamais* insects and from 10.0 mg/g onwards they showed strong food deterrence and were also able. When comparing the results, NOL stood out, EeLEO and NAL obtained very similar results, this may be related to the chemical composition of the oil, since NAL represents more than 50% of the oil's constitution. In the tests with *A. aegypti*, the volatile compounds were able to inhibit the hatching of larvae and showed

mortality for pupae. The NOL showed better results, however, it is necessary to continue these tests for a better understanding. In conclusion, essential oils and volatile compounds are potential insecticidal agents for the control of vector insects and agricultural pests.

Keywords: Phenylpropanoid; Volatile Compounds; Botanical Insecticide; Enzymatic Activity; Piperaceae; Zingiberaceae; Corn Pest.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Figura 1- (A) Larva após 13 dias de oviposição; (B) Pré-pupa após 21 dias de oviposição; (C) Pupa após 23 dias de oviposição; (D) Adultos após 31 dias de oviposição.	22
Figura 2- (A) Inseto adulto <i>Sitophilus zeamais</i> , (B) Inseto macho com o rostro curto e grosso e a fêmea com o rostro longo e afilado	23
Figura 3- (A) Fêmea ovipositando, (B) Larva em desenvolvimento e (C) Formação da pupa.	23
Figura 4- Infestação por gorgulhos com grãos de milho totalmente deteriorados.	24
Figura 5- Ciclo de vida do <i>Aedes aegypti</i> .	34
Figura 6-Folhas de <i>Piper corcovadensis</i>	49
Figura 7- Inflorescência de <i>Etlíngera elatior</i> variação vermelha	51

PATENTE

Figura 1- Dados da caracterização do BMDB	60
Figura 2- Teste de fumigação	60
Figura 3- Teste de contato	60
Figura 4- Toxicidade por contato	61
Figura 5- Toxicidade por fumigação	61

ARTIGO 1- AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE INSETICIDA DO ÓLEO ESSENCIAL DE INFLORESCÊNCIAS DE *ETLINGERA ELATIOR* E SEUS CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS FRENTE AO *SITOPHILUS ZEAMAI*S

Figura 1- Taxa de sobrevivência de *S. zeamais* adultos em dietas contendo o óleo essência de *P. corcovadensis* e do BMDB. O tratamento controle continha apenas farinha de trigo e acetona e não apresentou mortalidade significativa 77

Figura 2- Parâmetros nutricionais de *S. zeamais* adultos mantidos em dietas artificiais contendo soluções de óleo essencial de folhas de *P. corcovadensis* a 2,5, 10, 20, 30 e 40 mg/g ou acetona no controle. (A) A taxa de crescimento relativo indica a quantidade de biomassa em mg obtida diariamente por mg de peso corporal inicial. (B) Taxa de consumo relativo indica a quantidade de alimento consumido em mg por mg de peso corporal de inseto por dia. (C) A eficiência na conversão de alimentos ingeridos (%) indica a quantidade de alimentos ingeridos incorporada pelos insetos como biomassa. Cada barra corresponde ao DP médio de quatro repetições. 78

Figura 3- Parâmetros nutricionais de *S. zeamais* adultos mantidos em dietas artificiais contendo soluções de BMDB a 2,5 10, 20, 30 e 40 mg/g ou acetona no controle. (A) A taxa de crescimento relativo indica a quantidade de biomassa em mg obtida diariamente por mg de peso corporal inicial. (B) Taxa de consumo relativo indica a quantidade de alimento consumido em mg por mg de peso corporal de inseto por dia. (C) A eficiência na conversão de alimentos ingeridos (%) indica a quantidade de alimentos ingeridos incorporada pelos insetos como biomassa. Cada barra corresponde ao DP médio de quatro repetições. 79

Figura 4- Efeito do óleo essência de *P. corcovadensis* (OE) e o BMDB na atividade semelhante a tripsina em extratos de intestino de *S. zeamais*. 80

LISTA DE TABELAS

REFERENCIAL TEÓRICO

Tabela 1- Tabela 1. Atividade biológica de diferentes espécies do gênero <i>Piper</i>	46
---	----

ARTIGO 1- AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE INSETICIDA DO ÓLEO ESSENCIAL DE INFLORESCÊNCIAS DE *ETLINGERA ELATIOR* E SEUS CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS FRENTE AO *SITOPHILUSZEAMAI*S

Tabela 1- Toxicidade por fumigação e contato do EeIEO, NAL e NOL	74
--	----

ARTIGO 2- ATIVIDADES OVICIDA E PUPICIDA DE COMPOSTOS PRESENTES EM PLANTAS ORNAMENTAIS DO NORDESTE BRASILEIRO (*ALPINIA PURPURATAE* *ETLINGERA ELATIOR*) CONTRA *AEDES AEGYPTI*

Tabela 1- Taxa de inibição para o ensaio ovicida de <i>A. aegypt</i> , com os compostos dodecanal, dodecanol e β -pineno e α -pineno.	93
Tabela 2- Taxa de inibição para o ensaio pupicida de <i>A. aegypt</i> , com os compostos dodecanal, dodecanol, β - pineno e α -pineno.	94

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
1.1 OBJETIVOS	18
1.1.1 Objetivo Geral	18
1.1.2 Objetivos específicos.....	18
2 REFERENCIAL TEÓRICO	19
2.1 IMPORTÂNCIA AGROECONÔMICA DO MILHO.....	19
2.2 INSETOS-PRAGA DE GRÃOS ARMAZENADOS	20
2.3 <i>SITOPHILUS ZEAMAI</i> S.....	21
2.4 CONTROLE DE PRAGAS DE GRÃOS ARMAZENADOS	25
2.5 INSETICIDAS BOTÂNICOS PARA O GÊNERO <i>SITOPHILUS</i>	30
2.6 <i>AEDES AEGYPTI</i>	34
2.7 CONTROLE DE <i>AEDES AEGYPTI</i>	36
2.8 INSETICIDAS BOTÂNICOS PARA <i>AEDES AEGYPTI</i>	37
2.9 ÓLEOS ESSENCIAIS	40
2.10 CONSIDERAÇÕES BOTÂNICAS	42
2.10.1 Família <i>Piperaceae</i>	42
2.10.2 <i>Piper corcovadensis</i>	48
2.10.3 Família <i>Zingiberaceae</i>	49
2.10.4 <i>Etlíngera elatior</i> (Jack) R.M. Smith.....	50
3 PATENTE	53
3.1 REIVINDICAÇÕES	58
3.2 CARACTERIZAÇÃO E RESULTADOS DOS PROCESSOS DE TESTAGEM DA FORMULAÇÃO À BASE DO 1- BUTIL - 3,4 METILENODIOXIBENZENO.....	60
3.3 RESUMO	62
4 ARTIGO 1- AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE INSETICIDA DO ÓLEO ESSENCIAL DE INFLORESCÊNCIAS DE <i>ETLINGERA ELATIOR</i> E SEUS CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS FRENTE AO <i>SITOPHILUS ZEAMAI</i>S.....	63
5 ARTIGO 2- ATIVIDADES OVICIDA E PUPICIDA DE COMPOSTOS PRESENTES EM PLANTAS ORNAMENTAIS DO NORDESTE BRASILEIRO (<i>ALPINIA PURPURATAE</i> <i>ETLINGERA ELATIOR</i>) CONTRA <i>AEDES AEGYPTI</i>.....	88
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	101
REFERÊNCIAS	102

APÊNDICE A- INSECTICIDAL ACTIVITY OF THE ESSENTIAL OIL OF <i>PIPER</i> <i>CORCOVADENSIS</i> LEAVES AND ITS MAJOR COMPOUND (1-BUTYL-3,4- METHYLENEDIOXYBENZENE) AGAINST THE MAIZE WEEVIL, <i>SITOPHILUS</i> <i>ZEAMAI</i> S.....	132
--	-----

1 INTRODUÇÃO

Várias famílias de plantas, como a Piperaceae, Zingiberaceae, Chenopodiaceae, Verbenaceae, Asteraceae, Lauraceae, Myrtaceae e outras, apresentam compostos secundários, com propriedades inseticidas (ESTRELA et al., 2006; CAMPOLO et al., 2018). Esses compostos podem ser encontrados em extratos e óleos essenciais derivados de diferentes partes das plantas. Os óleos essenciais, podem ser extraídos utilizando técnicas como, hidrodestilação, arraste a vapor, maceração, fluido supercrítico, microondas etc. (AZIZ et al., 2018; CAMPOLO et al., 2018; REYES-JURADO et al., 2015).

Piper corcovadensis (Miq.) C.DC. (Piperaceae), popularmente conhecida como falso jaborandi, é uma espécie encontrada nas regiões Norte, Nordeste e Sudeste do Brasil (FACUNDO; MORAIS; BRAZ FILHO, 2004; MARQUES et al., 2010). O óleo essencial de folhas de *P. corcovadensis* (PcLEO), apresenta um fenilpropanoide (1-butil-3,4- Metilenodioxibenzeno - BMDDB) como constituinte majoritário. O uso do PcLEO, já foi descrito na literatura, como larvicida de *Aedes aegypti* L., apresentou toxicidade para a *Spodoptera frugiperda* Smith (praga do milho cultivado), alterando seus parâmetros nutricionais e fisiológicos (SILVA et al., 2016; DUTRA et al., 2019).

Etlingera elatior (Jack) R.M. Smith (Zingiberaceae), também chamada de bastão do imperador ou gengibre tocha, é uma planta originária da Ásia, bastante utilizada na culinária e como planta ornamental (ANZIAN et al., 2020; LOGES et al., 2008). O óleo essencial de diferentes partes desta planta, apresentam uma abrangente composição química, que podem variar entre compostos terpênicos, ácidos, aldeídos (dodecanal - NAL) e álcoois (dodecanol -NOL) (UD-DAULA et al., 2016; UD-DAULA, A.; BASHER, 2019). O óleo essencial das inflorescências de *E. elatior* (EelEO) demonstrou-se, repelente para insetos adultos de *Sitophilus zeamais* (ISHII; MATSUZAWA; VAIRAPPAN, 2010), além disso, apresentou também atividade antimicrobiana (SUSANTI et al., 2013), antioxidante (ANZIAN et al., 2017) e atividade deterrente e larvicida para *A. aegypti* (BEZERRA-SILVA et al., 2016).

Os compostos voláteis são mediadores importantes na comunicação e interação das plantas com o meio ambiente. Estes compostos, podem ser

derivados de óleos essenciais obtidos de folhas, inflorescências, caule, frutos etc. E constituem cerca de 1% dos metabólitos secundários das plantas, sendo constituídos principalmente por terpenos, fenilpropanóides, álcoois, aldeídos, ácidos graxos e derivados de aminoácidos. Os voláteis das plantas veem sendo investigados, quanto suas atividades biológicas e farmacológicas, incluindo antibacteriana, como estratégia de defesa na agricultura, inseticida para adultos de *Sitophilus oryzae* e *Ulomoides dermestoides*, larvicida e adulticida frente *A. aegypti* (DUDAREVA et al., 2006; LIU et al., 2020; MAHIZAN et al., 2019; NERI; MARI; BRIGATI, 2006; PLATA-RUEDA et al., 2020; SARMA et al., 2019).

Sitophilus zeamais (Motschulsky), também chamado de gorgulho do milho, é considerado uma praga primária interna (DOMINGOS GALLO; NETO; PEREIRA, 2002; LORINI et al., 2010). Estes insetos, penetram profundamente nos grãos, completando seu desenvolvimento biológico dentro dos mesmos. O que causa avarias, favorecendo o surgimento de fungos e ácaros nesses grãos perdas de valores nutricionais e consequentemente econômicos (POTENZA et al., 2004; BOTTON et al., 2005).

Aedes aegypti, bastante disseminado em países tropicais e subtropicais, é transmissor da febre amarela, dengue, febre zika e chikungunya, já é considerado como um dos vetores mais alarmantes, devido as várias doenças que causa e por seu controle ser interesse de saúde pública (BRASIL, 2019; MLAKAR et al., 2016). Este inseto, apresenta características antropofílicas de alimentação e reprodução, além de possuir capacidade de se adaptar a diferentes condições ambientais (HIRAGI et al., 2009; TAUIL, 2002).

O combate desses insetos, geralmente é feito utilizando inseticidas químicos sintético, que são tóxicos ao meio ambiente e organismos não-alvos. O uso excessivo destes inseticidas, tem levado ao desenvolvimento de populações de insetos resistentes. Formas menos agressivas de controle têm sido procuradas (CORRÊA; SALGADO, 2011; ASKAR; NASSAR, 2016).

Os inseticidas botânicos, derivados de óleos essenciais e seus constituintes ativos, veem sendo estudados como uma possível alternativa a estes inseticidas sintéticos. Já que, geralmente apresentam menor toxicidade em organismos não alvos e baixa ação residual (BENELLI, 2015; HERRERA et al., 2017).

Assim, o presente trabalho estuda possíveis atividades inseticidas dos óleos essenciais de *P. corcovadensis* e *E. elatior*, assim como dos seus compostos majoritários frente a *S. zeamais*. E investiga a atividade inseticida de compostos voláteis, que se mostraram responsáveis pela atividade larvívora do *A. aegypti*, dodecanol, dodecanal, α -pineno e β -pineno em outras fases aquáticas de desenvolvimento do mosquito (ovo e pupa).

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar o potencial inseticida de óleos essenciais e seus compostos majoritários frente ao *Sitophilus zeamais* e *Aedes aegypti*.

1.1.2 Objetivos específicos

Estudo da atividade inseticida do PcLEO e BMDB contra *S. zeamais*

- Investigar a toxicidade fumigação, contato e ingestão frente a adultos de *S. zeamais*;
- Analisar os parâmetros nutricionais e índice de deterrência alimentar para as dietas contendo o PcLEO e BMDB;
- Avaliar a atividade de enzimas digestivas (do tipo tripsina para) dos insetos sob o efeito do PcLEO e BMDB;

Estudo da atividade inseticida do EeIEO e NAL e NOL contra *S. zeamais*

- Investigar a toxicidade fumigação, contato e ingestão frente a adultos de *S. zeamais*;
- Analisar os parâmetros nutricionais e índice de deterrência alimentar para as dietas contendo o EeIEO, NAL e NOL;

Estudo da atividade ovicida e pupicida de compostos voláteis contra *A. aegypti*

- Avaliar a atividade inseticida dos compostos voláteis, que se mostraram responsáveis pela atividade larvicida do *A. aegypti*, dodecanol, Dodecanal, α -pineno e β -pineno em outras fases aquáticas de desenvolvimento do mosquito (ovo e pupa).
- Avaliar a atividade inseticida das misturas binárias destes compostos voláteis frente a *A. aegypti*, nas fases de ovo e pupa.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 IMPORTÂNCIA AGROECONÔMICA DO MILHO

O milho (*Zea mays* L.) é um cereal pertencente à família Poaceae, que se adapta a diferentes tipos de ecossistemas e condições climáticas, o que viabiliza a sua propagação por todo o mundo (PETERSON, 2003; BEDEKE et al., 2019). Além disso, é considerado como o grão mais importante em termos de produção, devido ao desenvolvimento de genótipos regulares e geneticamente modificados, que apresentam alto poder germinativo (CAIRNS et al., 2012; PERERA; WEERASINGHE, 2014).

Por ser fonte de nutrientes (proteínas, fibras, vitaminas e minerais) (ADIMASSU; KESSLER; STROOSNIJDER, 2014; AI; JANE, 2016; LOY; LUNDY, 2018), o milho vem sendo bastante usado como alimento humano e fonte energética para ração de animais, além da sua aplicação na produção de combustível renovável (etanol), como matéria prima na indústria de produtos secundários, tais com: óleo, amido, glicose, xarope, farinhas, entre outros, o que destaca a importância econômica deste grão (POREDA et al., 2014; VELAYUDHAN; KIM; NYACHOTI, 2015; CHAUBEY, 2018; SALIM; SERNASALDIVAR; CARRILLO, 2018; TISSOT; MACHADO, 2020).

A produção mundial de milho 2020/2021, de acordo com o segundo levantamento do USDA (Departamento de Agricultura dos Estados Unidos), está prevista para 1.188,5 milhões de toneladas, indicando um aumento de 6,7% sobre a safra de 2019/2020. Atualmente, o Brasil ocupa a terceira posição na produção global de milho, ficando atrás apenas dos Estados Unidos e da China. Estes três países juntos, foram responsáveis por cerca de 63% de toda a produção de milho no ano de 2019. O estoque mundial deste grão na última safra foi de 169,5 milhões de toneladas, estando o Brasil em quarto lugar, tendo estocado 4,4 milhões de toneladas (DEPARTAMENTO DE AGRICULTURA DOS EUA, 2020; FEDERAÇÃO DAS INDÚSTRIAS DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2020).

A necessidade crescente por produtos alimentares e a busca por matérias primas por parte das indústrias, torna a procura por grãos contínua,

principalmente nos períodos de entressafra e seca. Deste modo, a etapa de armazenamento é imprescindível para suprir essa demanda (ABATE et al., 2015; SINGH; KAUR, 2018).

A logística do processo de estocagem, começa desde a pré-colheita no campo até a comercialização (exportação e importação) destes cereais, visando garantir a qualidade dos grãos (JAYAS, 2012; BEFIKADU, 2014; CARVALHO et al., 2017; CHAUBEY, 2017; BORREANI et al., 2018)

Para não haver grandes prejuízos quantitativos e qualitativos, medidas como: controle de pragas, monitoramento de temperatura e de umidade nos locais onde os grãos serão armazenados, são aplicadas (PATINO et al., 2013; LORINI et al., 2015; CARVALHO et al., 2017).

Quando estas medidas são empregadas de forma inadequada e/ou não funcionam, o ataque de insetos-praga é a principal causa de perda dos grãos. Pois além de causarem a deterioração, esses insetos promovem o aparecimento de fungos e roedores, depreciando significativamente os grãos (MASON, 2018; SAWICKA; EGBUNA, 2020).

2.2 INSETOS-PRAGA DE GRÃOS ARMAZENADOS

Pragas agrícolas são população de organismos capazes de causar danos, reduzindo a quantidade e/ou a qualidade dos grãos, forragens, flores e madeiras. Essas pragas, podem atacar durante a colheita, processamento, armazenagem e transporte (PADÍN; DAL BELLO; FABRIZIO, 2002; RAJENDRAN, 2020).

Os insetos considerados pragas agrícolas ocasionam avarias e prejuízos financeiros. Além disso, esses insetos possuem um alto nível populacional e jamais produzem danos econômicos inferiores ao necessário para evitá-los (PEREIRA et al., 2009). Insetos-praga de grãos armazenados estão divididos em cinco ordens. As duas que mais se destacam em importância econômica são: a Coleoptera (pequenos carunchos ou gorgulhos) e Lepidoptera (mariposas ou traças), (FARONI, 2008). Estes insetos podem ser classificados como pragas primárias ou secundárias (LORINI, 2009).

As pragas primárias, rompem o grão inteiro e sadio e estão divididas em dois grupos:

- Primárias internas - perfuram os grãos e sementes e os penetram completando seu ciclo evolutivo no interior do grão. Além disso, alimentam-se de todo o conteúdo interno do grão, favorecendo a presença de outros agentes de deterioração. São exemplos de insetos-praga primários internos, *Sitophilus zeamais* (Linnaeus), *Zabrotes subfasciatus* (Boheman), *Acanthoscelides obtectus* (Say), e *Sitotroga cerealella* (Olivier), etc (FARONI, 2008; LORINI, Irineu, 2009; LORINI, I. et al., 2010).
- Primárias externas - destroem a parte exterior do grão podendo se alimentar da parte interna. A destruição do grão ocorre apenas para fins de alimentação. Além disso, estas pragas não se desenvolvem no interior dos grãos. Exemplos deste tipo de praga seriam a *Plodia interpunctella* (Hübner), *Lasioderma serricorne* (Fabricius) e *Tenebroides mauritanicus* (Linnaeus) (FARONI, 2008; LORINI, Irineu, 2009; LORINI, I. et al., 2010).

As pragas secundárias, não conseguem romper os grãos sadios e para se alimentarem, precisam que estes estejam trincados acidentalmente ou danificados pelas pragas primárias. Além dos grãos, as pragas secundárias podem infestar seus produtos processados, como farinhas, fubás e rações. Como exemplos deste tipo de praga destacam-se a *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens), *Oryzaephilus surinamensis* (Linnaeus) e *Tribolium castaneum* (Herbst) e outros (FARONI, 2008; LORINI, I. et al., 2010; LORINI, I. et al., 2015).

As pragas de grãos mais preocupantes, são aquelas que se reproduzem rapidamente, que ocorrem tanto no cultivo como no armazenamento e que conseguem atacar diferentes culturas, gerando perda na qualidade e valor de mercado, como o *S. zeamais*. (CANEPPELE et al., 2003; ANTUNES et al., 2011).

2.3 SITOPHILUS ZEAMAIIS

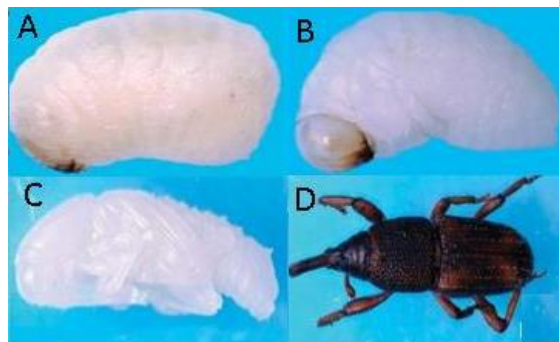
O *Sitophilus zeamais* Motsch., conhecido como gorgulho do milho, pertence à ordem Coleoptera e família Curculionidae. Este inseto holometábolo, apresenta desenvolvimento por metamorfose completa, de mudanças distintas entre suas fases (DOMINGOS GALLO; NETO; PEREIRA, 2002; LORINI et al., 2010; SCOPEL et al., 2018).

O ciclo de vida do gorgulho do milho, envolve quatro fases (ovo, larva, pupa e indivíduo adulto (DOMINGOS GALLO; NETO; PEREIRA, 2002). Os ovos apresentam coloração esbranquiçada, medindo em torno de 0,76 x 0,27 mm. A eclosão dos ovos se dá em torno de 6 dias após a oviposição em temperatura de aproximadamente 25 °C (DOMINGOS GALLO; NETO; PEREIRA, 2002).

As larvas passam por 4 ínstaes e apresentam uma coloração esbranquiçada a amarela-clara, com cabeça marrom escura (Figura 1 A), medem de 1 a 2 mm. Passam por 4 instares, onde o 1º, 2º, 3º e 4º ocorrem respectivamente dos dias 5-7; 9-11; 13-15; 17-19 após a oviposição. Além disso, as larvas se alimentam da parte interna dos grãos. (DOMINGOS GALLO; NETO; PEREIRA, 2002; LORINI et al., 2010).

Após a fase larval o inseto passa por um período de pré-pupa (Figura 1B). A pupas são de tonalidade esbranquiçada (Figura 1C) e é nesta etapa que ocorre a formação das pernas. Esse período dura de 6 a 7 dias até o desenvolvimento completo do inseto adulto (1 Figura D)(LORINI, 2009; LE et al., 2018).

Figura 1: Ciclo de vida do *S. zeamais*. (A) Larva após 13 dias de oviposição; (B) Pré-pupa após 21 dias de oviposição; (C) Pupa após 23 dias de oviposição; (D) Adultos após 31 dias de oviposição.

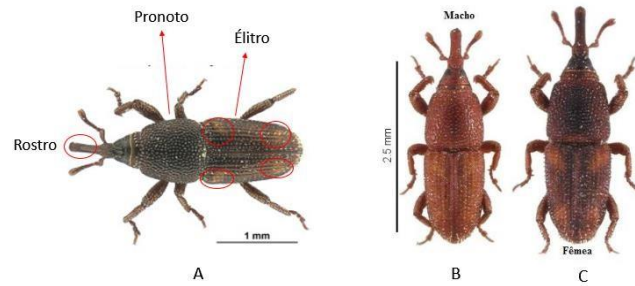


Fonte: Le, (2018).

O adulto apresenta coloração castanho escuro como quatro manchas avermelhadas nos élitros. Mede cerca de 3,0 mm de comprimento e possui a cabeça alongada para frente, na forma de um rostru curvado (Figura 2A). É através do rostru que é possível diferenciar os machos e as fêmeas. Os machos

exibem o rostro mais curto e grosso (Figura 2B), já as fêmeas mais longo e afilado (Figura 2C) (GALLO, 2002; BOTTON et al., 2005).

Figura 2: Inseto adulto e diferenças entre machos e fêmeas de *Sitophilus zeamais*. (A) Inseto adulto *S. zeamais* (Fonte: Hong, 2011), (B) Inseto macho com o rostro curto e grosso e (C) Inseto fêmea com o rostro longo e afilado

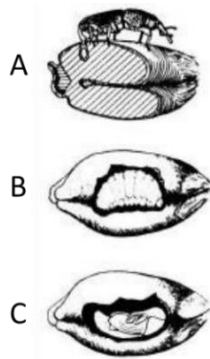


Fonte: Jean-Claude Ringenbach, disponível em:

http://jcringenbach.free.fr/website/beetles/curculionidea/Sitophilus_zeamais.htm. (Acesso em ago. 2020).

As fêmeas ovipositam no interior do grão, fazendo um pequeno orifício na superfície e selando com uma secreção serosa (Figura 3). Em média, uma fêmea consegue colocar cerca de 280 ovos durante toda a vida (de 8 a 10 gerações por ano), sendo a longevidade das fêmeas de 140 dias (tempo médio de oviposição de 104 dias), e a dos machos de 142 dias. O ciclo biológico completo (ovo até a adultos) dura aproximadamente de 34 dias (BOTTON et al., 2005; LORINI et al., 2015).

Figura 3: Oviposição de fêmeas de *S. zeamais*: (A) Fêmea ovipositando, (B) Larva em desenvolvimento e (C) Formação da pupa.



Fonte: disponível em <<http://foodqualityandsafety.wfp.org/types-of-insect-pests>> Acesso em ago. 2020.

Quando os insetos atingem a fase adulta, perfuram os grãos de forma irregular até atingir a superfície (Figura 4). Após saírem, com cerca de 3 dias já acasalam. Esses insetos, possuem alto potencial biótico, ou seja, infestam os grãos deixando uma quantidade elevada de descendentes em curto espaço de tempo (LORINI et al., 2010).

Figura 4: Grãos de milho danificados por gorgulhos.



Fonte: Agrotec nº2, Revista Técnico-Científica Agrícola, 2012.

O gorgulho do milho, é classificado como uma praga primária interna, e apresenta infestação cruzada, podendo infestar tanto grãos no campo como nos armazéns (DOMINGOS GALLO; NETO; PEREIRA, 2002; LORINI et al., 2010; SCOPEL et al., 2018).

Esta praga está difundida, em todo o mundo e pode atacar vários tipos de cultura (milho, arroz, trigo, cevada, sorgo), fruteiras (uva, maçã, ameixa e pêssago) e produtos processados (biscoito e macarrão), sendo o milho sua preferência (BOTTON et al., 2005; LORINI, 2009; NÖRNBERG et al., 2013).

Ademais, estes insetos causam deterioração nos cereais e em seus produtos, o que gera perda de peso e valor nutricional, diminuição no poder germinativo das sementes, desvalorização comercial (BOTTON et al., 2005; LORINI, 2009), além de atuarem como agente disseminador de fungos e pragas secundárias (POTENZA et al., 2004).

As pragas de grãos armazenados podem ser responsáveis por cerca de 20 a 40% das perdas no campo e de 30 a 90% durante a pós-colheita e armazenamento do milho. Calcula-se que o *S. zeamais* cause prejuízos de 32% na etapa de armazenamento de milho e em grãos não tratados, estima-se que

o valor pode chegar a 90% (MALLAH; SAPKOPA; KANDEL, 2018; GARIBA; DZIDZIENYO; EZIAH, 2021; LEMIĆ; ŠIMUNOVIĆ; PAJAČ ŽIVKOVIĆ, 2021).

Desse modo, o controle desses insetos é fator imprescindível para manter a quantidade e qualidade dos grãos.

2.4 CONTROLE DE PRAGAS DE GRÃOS ARMAZENADOS

A eficiência do método escolhido, para o controle de pragas está associada à rápida identificação dos ataques feitos por estes insetos, seja nas plantações ou nos armazéns. É preciso fazer a identificação da praga, da densidade populacional e da nocividade que estes insetos propiciam aos grãos (FARONI, 2008; SOLÀ; RIUDAVETS; AGUSTÍ, 2018). Para que haja o controle mais efetivo dessas pragas, o ideal é a utilização simultânea de programas preventivos e técnicas de controle (LORINI et al., 2015).

O uso de programas de Manejo Integrado de pragas (MIP), baseia-se nos níveis de danos causados por esses insetos. É necessário definir estes níveis para determinar as medidas de controle eficientes em termos econômicos (SALVADORI; PEREIRA, 2006). A utilização do MIP, reduz o uso de pesticidas, uma vez que os métodos de controle só são utilizados quando os níveis de danos indicam que o número de insetos extrapolou o limite econômico (FARONI, 2008; LORINI, 2009; LORINI et al., 2015).

O controle químico, é um método mais completo pois, não necessita ser utilizado juntamente com outras medidas (temperatura, umidade etc.), e envolve o uso de inseticidas (FARONI, 2008). Além de ser, o método mais empregado, devido a sua facilidade de uso, amplo espectro, baixo custo e boa eficiência (SCOPEL et al., 2018).

Inseticidas, são compostos químicos que podem ser aplicados direta ou indiretamente sobre os insetos e em diferentes fases do seu ciclo de vida. Eles podem atuar de forma letal, repelindo ou inibindo o crescimento dos insetos, ou ainda, conferindo efeito de deterrência alimentar, de oviposição ou de reprodução (VIEGAS, 2003). O inseticida ideal, tem que matar rapidamente as pragas, não causar mal aos seres humanos e ao meio ambiente, apresentar baixa ação residual, baixo nível de contaminação e não ter efeito em organismos

não alvo. Além disso, não deve ser caro e complicado de manusear (VIEGAS, 2003; KARERU; KIPKORIR; WAMAITHA, 2013).

O primeiro inseticida adotado para o controle de *S. zeamais* no Brasil (década de 1950), foi do grupo dos organoclorados, o DDT (dicloro-difenil-tricloroetano), e perdurou por quase 35 anos, mas teve seu uso proibido devido a sua persistência no meio ambiente e por promover o desenvolvimento de insetos resistentes (GUEDES et al., 1995; FRAGOSO; RIBEIRO et al., 2002; GUEDES; PETERNELLI, 2005).

Geralmente, a aplicação do controle químico por meio dos inseticidas, pode ser feita de forma curativa ou preventiva. O tratamento preventivo, é comumente realizado quando o período de armazenamento é superior a dois meses. Neste procedimento, ocorre a aplicação de inseticidas líquidos diretamente nos grãos, na correia transportadora ou na tubulação de fluxo. Este tratamento, visa proteger os grãos nos períodos de estocagem, transporte ou quando estes vão ser ensacados. Os inseticidas mais utilizados neste tratamento contra o *S. oryzae* e *S. zeamais*, são os organofosforados (pirimifós-metil e fenitrotona) (FARONI, 2008; DOS SANTOS et al., 2009; LORINI et al., 2015).

O tratamento curativo, utilizado em ambientes hermeticamente fechados, comumente utiliza inseticidas voláteis, através da técnica de fumigação (expurgo), onde o produto quando aplicado, sob condições controladas (temperatura e pressão) se transforma em gás causando a letalidade aos insetos. A fumigação tem como objetivo eliminar as populações de pragas nos seus vários estágios do ciclo biológico (BENHALIMA et al., 2004; SANTOS, 2004). Para a utilização desta técnica, é preciso se certificar que há uma boa vedação no local a ser expurgado, além de seguir as normas de segurança. Os fosfetos de alumínio e de magnésio e o brometo de metila são exemplos de inseticidas aplicados na forma curativa (DOS SANTOS et al., 2009; MOHAMMADINEJAD et al., 2021).

O uso indiscriminado desses inseticidas, vem ocasionando resíduos tóxicos nos grãos, surgimento de populações de insetos resistentes (RIBEIRO et al., 2002; CORRÊA; SALGADO, 2011), intoxicação dos trabalhadores que manipulam estes produtos (HIKAL; BAESHEN; SAID-AL AHL, 2017; MOHAMMADINEJAD et al., 2021) e impactos ambientais, tais como: eliminação

de inimigos naturais e de competidores alimentares, contaminação do solo e água (GALLO, 2002; FARONI, 2008).

Deste modo, a busca por novas estratégias que sejam economicamente, seguras, fáceis de manipular, que não agredam o meio ambiente e que sejam viáveis no controle de insetos, é um campo de investigação que vem sendo amplamente estudado (VIEGAS, 2003; JARDIM; ANDRADE, 2009). A grande diversidade de substâncias vegetais e o emprego destas, no controle de pragas de grãos armazenados surge como uma alternativa (RESTELLO; MENEGATT; MOSSI, 2009; EBADOLLAHI; ZIAEE; PALLA, 2020).

O controle botânico, utiliza-se inseticidas derivados de plantas. As plantas estão constantemente expostas a inimigos naturais (insetos, bactérias, fungos, ácaros etc.) e são capazes de sintetizar muitos compostos orgânicos como estratégia de defesa. Os compostos derivados de plantas podem ser divididos em dois grupos, os metabólitos primários e secundários (PARRA et al., 2002; SILVA; DE BRITO, 2015).

Os metabólitos primários, são essenciais e estão envolvidos em processos bioquímicos e na regulação de nutrientes das plantas, além de participarem do crescimento e desenvolvimento desses vegetais. São exemplos destes metabólitos proteínas, lipídeos e açúcares (VEBERIC et al., 2010; PARK, 2013; KIM; KANG; MURCIA et al., 2017; JIA-XI et al., 2019).

Os metabólitos secundários, têm papel importante na adaptação e comunicação das plantas, além de estarem envolvidos na defesa e em respostas aos estresses biótico e abiótico que estas sofrem (FUMAGALI et al., 2008; MURCIA et al., 2017; ZAYNAB et al., 2018; CANARINI et al., 2019). Os metabólitos secundários são classificados em três classes: os terpenos, os compostos fenólicos e os compostos contendo nitrogênio/enxofre (SIMÕES et al., 2007; TAIZ; ZEIGER, 2017). A composição dos metabólitos secundários das plantas, geralmente pode sofrer influência do meio ambiente. Muitos estudos, apontam que o clima, a temperatura, os raios ultravioleta e a disponibilidade de água, causam alterações na produção dessas substâncias (GOBBO-NETO; LOPES, 2007; KAMANULA et al., 2017).

Estudos têm mostrado, o potencial inseticida de metabólitos secundários presentes em extratos, óleos essenciais e compostos isolados de plantas e

metabólitos primários (lectinas) contra pragas de grãos armazenados. Esses inseticidas, podem ser produzidos a partir de diferentes partes da planta (folha, caule, raiz, tronco, flor, inflorescência) e utilizados em forma de extratos aquosos ou orgânicos, pós e óleos, afetando a sobrevivência, a nutrição, o desenvolvimento e o comportamentos dos insetos (COITINHO et al., 2006; CAMAROTI et al., 2018).

Camaroti et al., (2018) avaliaram os efeitos da ingestão de dietas artificiais a base do extrato salino de folhas de *Schinus terebinthifolius* (Raddi) e sua lectina (SteLL) frente a insetos adultos de *S. zeamais*. Eles constataram um forte efeito deterrente para o extrato, além da capacidade de inibir *in vitro* a atividade de protease do intestino do inseto. Enquanto a SteLL contribuiu para os efeitos antinutricionais, inibindo a atividade da protease e estimulando a atividade da amilase nos insetos.

Extratos foliares de *Cleistanthus collinus* (Roxb) foram testados em relação ao gorgulho do arroz, *S. oryzae*, e ao besouro *T. castaneum*. Estes extratos exibiram toxicidades residual e direta contra *S. oryzae* ($\geq 75\%$) e *T. castaneum* ($> 55\%$). Além disso, controlaram a produção adicional de progênie e apresentou potencial repelente para as duas pragas (GURU-PIRASANNA-PANDI et al., 2018).

Ileke et al. (2020), relataram a toxicidade de pós e extratos de folhas das espécies *Acanthus montanus* Nees, *Acanthospermum Hispidum* DC., *Alchornea laxiflora* Benth e *Argyreia nervosa* Burm. F. contra o *S. zeamais*. Os resultados mostraram que o pó e o extrato de *A. montanus* foram os mais potentes (65% e 80%, respectivamente) na mortalidade em insetos adultos após 24 horas de tratamento. De forma geral, os extratos foram mais tóxicos do que os pós das plantas testadas.

Os óleos essenciais (OE), também são bastante estudados para combater insetos-pragas. Plata-Rueda e col (2020), analisaram a toxicidade e repelência do óleo essencial de capim-limão (*Cymbopogon citratus* D.C.) e seus componentes (acetatos de citral e de geranil) contra adultos de *Ulomoides dermestoides* (Fairmaire), popularmente conhecido como besouro do amendoim. Os acetatos de citral e de geranil causaram alta toxicidade por contato e os insetos expostos a esses produtos apresentaram baixas taxas de respiração,

atividade locomotora reduzida e respostas de evasão às superfícies tratadas, alegando seu potencial para controlar essa praga.

Plata-Rueda et al. (2017), avaliaram a atividade inseticida do óleo essencial (OE) de *Allium sativum* L. e seus principais constituintes frente ao *Tenebrio molitor* L. (besouro da farinha). O óleo essencial foi mais tóxico para larva de *T. Molitor*. Já o dissulfeto de dialil foi mais tóxico que o sulfeto de dialil para pupa> larva> adulto, nesta sequência. Tanto o OE e seus dois constituintes principais induziram sintomas de intoxicação e necrose em larvas, pupas e adultos entre 20 e 40 horas após a exposição, conferindo alto potencial para o controle desta praga.

A relação entre a toxicidade aguda e a atividade de deterrência alimentar de dez compostos presentes comumente em óleos essenciais foi explorada a fim de determinar os que possuíam efeito antialimentar e toxinas agudas contra insetos adultos de três pragas de grãos armazenados (*T castaneum*, *R dominica* e *S oryzae*). O timol, carvacrol, eugenol e o trans-anetol foram tóxicos em determinadas concentrações e pragas. Dos compostos analisados, o linalol apresentou uma atividade dissuasora na alimentação contra as três espécies de pragas. Em tese, os besouros de *R. dominica* exigiram cerca de 20 vezes a concentração para impedir a alimentação em comparação com *S. oryzae* e mais do que duas vezes em comparação com *T. castaneum* (KANDA; KAUR; KOUL, 2017).

Os efeitos tóxicos, de repelência e da taxa de respiração causados por constituintes terpenóides dos óleos essenciais de canela e cravo-da-índia foram analisados frente ao *S. granarius*. Dentre os compostos químicos presentes nos OEs de canela e cravo-da-índia, o eugenol foi o que possuíu toxicidade de contato mais forte. Além disso, os constituintes dos OEs de canela e cravo-da-índia comprometeram a taxa de respiração de *S. granarius* até 3 h após a exposição e em relação ao teste de repelência houve alteração no padrão comportamental dos insetos. Este estudo concluiu que a ação inseticida desses OEs pode ser devido ao sinergismo dos constituintes terpênicos e à sua capacidade de penetrar no corpo do inseto ou através do sistema respiratório (PLATA-RUEDA et al., 2018).

Rosa e et al., (2019), relataram a atividade OEs das espécies *Anethum graveolens* L., *Petroselinum crispum* L., *Foeniculum vulgare* Miller e *Cuminum cyminum* L.) e quatro compostos voláteis ((S) -carvona, cuminaldeído, estragol e (+) -fenchone) frente ao *S. zeamais* adulto. O óleo que apresentou melhor toxicidade por contato foi o de *A. graveolens* e entre os compostos, de mais destaque foi o (S)-Carvone.

Em outro estudo, Araújo et al. (2019), descreveram a atividade fumigante do óleo de folhas de *Piper hispidinervum* (C. DC) frente a adultos de *S. zeamais*. O óleo essencial de *Croton pulegioidorus* (Baill) também foi avaliado quanto sua toxicidade por contato em seis populações do gorgulho do milho. Este OE apresentou efeito inseticida em todas as populações da praga e após 60 dias de armazenamento, reduziu significativamente o surgimento de adultos nestas populações (SANTOS et al., 2019).

Essas atividades inseticidas de lectinas, extratos, óleos essenciais ou compostos isolados, podem atuar de diferentes maneiras. Tais como, repelência, inibição de oviposição, influência no desenvolvimento, na alimentação, na reprodução, podendo provocar a mortalidade na fase adulta ou imatura (MENEZES, 2005; SUTHISUT; FIELDS; CHANDRAPATYA, 2011; JIDE-OJO, 2013; OLIVEIRA et al., 2018; LANGSI et al., 2020; PATIÑO-BAYONA et al., 2021).

2.5 INSETICIDAS BOTÂNICOS PARA O GÊNERO *SITOPHILUS*

Os inseticidas botânicos, podem afetar os insetos de várias formas, principalmente quando o responsável por sua ação é um complexo químico formados por várias substâncias, como é o caso dos óleos essenciais (UPADHYAY, 2016). Esses inseticidas podem ser aplicados de forma tópica (diretamente no inseto), residual/superficial (a aplicação ocorre na superfície dos grãos/embalagens) ou por fumigação (utilização de compostos voláteis em lugar hermético) (ZETTLER; ARTHUR, 2000; PARAMASIVAM; SELVI, 2017).

De acordo com Rajashekar e col. (2012), os inseticidas botânicos são convencionalmente classificados de acordo com seu modo de atuação, podendo ser eles, tóxicos, inibidores de alimentação, repelentes, atrativos, retardadores

de crescimento e quimioesterilizantes. Essa divisão, tem mais um caráter didático, já que as moléculas ativas nos inseticidas, podem agir atuando de diferentes maneiras no mesmo inseto.

Os inseticidas tóxicos, são aqueles que causam a morte do inseto por intoxicação. A ação tóxica de OEs ou extratos vegetais está relacionada com a interação de certos compostos ativos (ou misturas de compostos) que agem no sistema nervoso central dos insetos. Óleos essenciais e seus constituintes majoritários, têm sido relatados como tóxicos em diversas pragas de grãos armazenados (MENEZES, 2005; HIKAL; BAESHEN; SAID-AL, 2017; DA SILVA et al., 2019).

Os OEs de canela (*Cinnamomum zeylanicum* Blume), cravo (*Syzygium aromaticum* L.) e anis (*Pimpinella anisum* L.) exibiram toxicidade fumigante contra *S. oryzae* (TU et al., 2018). Os óleos essenciais das folhas de *Cupressus lusitânica* (Mill.) e *Eucalyptus saligna* (Smith) mostraram toxicidade por contato superficial, quando testados às pragas de *Acanthoscelides obtectus* (Say), *Sitotroga cerealella* (Olivier) e *S. zeamais* (BETT et al., 2016). Compostos terpenóides (eugenol, cariofileno, α -pineno, α -humuleno e α -felandreno) foram tóxicos por contato tópico frente a *S. granarius*. Além disso, os insetos do teste diminuíram suas taxas respiratórias e evitaram/reduziram sua mobilidade em superfícies tratadas com estes compostos (PLATA-RUEDA et al., 2018). Em outro estudo, o OE de *Citrus reticulata* (L.) apresentou toxicidade por contato tópico e por fumigação frente ao *S. granarius* (GERMINARA et al., 2017).

Deterrentes alimentares, também chamados de agente antialimentar, são inseticidas que inibem ou interrompem a alimentação dos insetos (TALULDER, 2006; RAJASHEKAR; BAKTHAVATSALAM; SHIVANANDAPPA, 2012; LIAO et al., 2017). Esses compostos que agem por ingestão, penetram no organismo do inseto por via oral, interferindo na capacidade de digestão e em mecanismos enzimáticos. Geralmente não são tóxicos ou possuem baixa toxicidade para seres humanos (CORRÊA; SALGADO, 2011; HIKAL; BAESHEN; SAID-AL AHL, 2017).

O sistema digestivo de vários insetos, vem sendo foco de inúmeros estudos, por ser alvo de agentes inseticidas para controlar espécies. As funções digestivas, fornecem ótimos modelos para o estudo de enzimas ligadas a

digestão. A procura por métodos de controle, utilizando biomoléculas (inibidores de enzimas) que agem através do intestino, vem sendo testadas, assim como, óleos essenciais, lectinas e compostos isolados como deterrentes alimentares de inseto-pragas (HOROWITZ; ISHAAYA, 2004; FRAZÃO et al., 2018).

O óleo essencial das folhas de *Croton rudolphianus* (Müll.) mostrou e nenhum efeito de deterrência alimentar frente a insetos adultos de *S. zeamais*. Enquanto o OE de inflorescências de *Alpinia purpurata* (Viell.) apresentou fraca deterrência alimentar frente ao gorgulho do milho. O extrato de sementes de *Moringa oleifera* (Lam.) apresentou efeito dissuasor moderado e a sua lectina de WSMoL não se mostrou como um bom agente dissuasor para insetos de *S. zeamais*. Além disso, o extrato estimulou a atividade da amilase e endoglucanase, enquanto a lectina estimulou, *in vitro*, a atividade do tipo tripsina do intestino dos insetos analisados. Em outro estudo, a lectina do rizoma *Microgramma vaciniifolia* Langsd. & Fisch. (MvRL) obteve ação dissuasora moderada frente a esta mesma praga. A MvRL também foi capaz de inibir as atividades de b-glicosidase e a-amilase *in vitro*. É válido ressaltar que os óleos, extratos e lectinas citados, mesmo os que não foram relatados como agente de deterrência alimentar, alteraram os efeitos nutricionais dos insetos (LIRA et al., 2015; ALBUQUERQUE et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2020; RIBEIRO et al., 2020). Frazão e col. (2018), estudaram a resistência de cinco cultivares de milho na nutrição de insetos adultos de *S. zeamais*. Os extratos de todos os cultivares foram capazes de inibir a atividade da tripsina bovina.

Os inseticidas repelentes, impedem os insetos de se aproximarem das plantas, prevenindo ataques e a oviposição destes, nos grãos. Os repelentes, podem ser utilizados como barreiras de proteção nos armazéns de grãos ou em embalagens, evitando o ataque de insetos-praga. (MENEZES, 2005; ISMAN; AKHTAR, 2007; RAJASHEKAR; BAKTHAVATSALAM; SHIVANANDAPPA, 2012; HIKAL; BAESHEN; SAID-AL AHL, 2017).

Óleos essenciais e seus constituintes, mostraram efeitos repelentes para pragas de grãos armazenados, tais como o OE de *Humulus lupulus* (L.) e os terpenos (α -humuleno, β -mirceno e β -cariofileno) frente a *S. granarius*, OE de *Lippia sidoides* e seu composto majoritário (timol) contra *S. zeamais* e o OE de

Clausena anisata (Willd.) frente ao *S. oryzae* (MOSES et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2020; PAVENTI et al., 2020).

Os inseticidas atrativos, podem ser constituídos por substâncias químicas, extraídas de plantas ou insetos. Além disso, são capazes de atuar na atração de inimigos naturais e polinizadores (HIKAL; BAESHEN; SAID-AL AHL, 2017). Na agricultura, alguns métodos de controle, estão sendo estudados. Dentre estes, destacam-se a utilização de feromônios (sexuais) que são empregados em armadilhas baseadas em técnicas de monitoramento, coleta massal, confundimento e a sinalização química de inseto-planta para reconhecimento de hospedeiros em grãos (CORRÊA; SANT'ANA, 2007; SALAMANCA; SOUZA; RODRIGUEZ-SAONA, 2018; FURLAN et al., 2020).

Tang (2016), relatou a atração das fêmeas de *Theocolax elegans* Westwood (espécie de vespa parasita), inimigo natural de *S. zeamais*, onde foi demonstrado que odores liberados pela saliva das larvas de *S. zeamais*, no arroz, induziram essa atração. Outro estudo, sugeriu que a ação conjunta do relevo cuticular e a composição química do epicutícula dos grãos de milho, tem papel primordial, no reconhecimento e atração pela fonte de alimento e regulação da reprodução de *S. zeamais*. Esses dados facilitam a criação de meios que possam bloquear esses compostos impedindo que esses insetos achem os grãos de milho (USSEGLIO et al., 2018).

Os retardadores de crescimento (inibidores de desenvolvimento) são definidos como inseticidas que conferem efeitos deletérios no crescimento e desenvolvimento dos insetos, podendo reduzir o peso e aumentar o período de transformação de um estágio para outro durante seu ciclo de vida (TALULDER, 2006; UPADHYAY, 2016). Já os quimioesterilizantes, são inseticidas que interferem no potencial reprodutivo dos insetos (MORRISON et al., 2010). Esse tipo de inseticida, pode causar esterilidade temporária ou permanente em um ou ambos os sexos, além de prevenir a maturação dos insetos jovens a um estágio adulto (NAVARRO-LLOPIS et al., 2011).

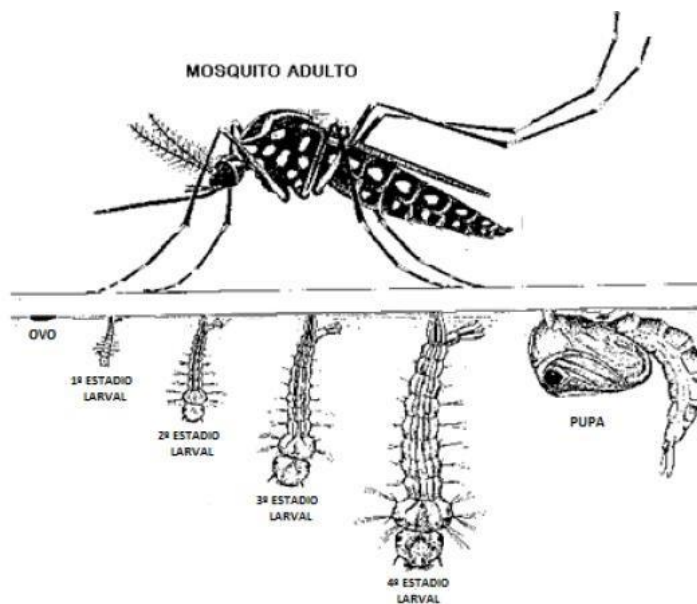
O óleo essencial de *A. sativum* inibiu completamente o surgimento de adultos de *S. oryzae* e *T. castaneum* (EL-ZUN et al., 2016). Pós de sementes *Basella alba* (L.) e folhas das *Operculina turpethum* (Linn.) e *Calotropis gigantea* (L.), promoveram o retardamento e reduziram a emergência de insetos adultos

de *S. zeamais* (HAQUE et al., 2000). Em outro estudo, óleos de sementes de nim (*Azadirachta indica*) apresentaram propriedades inseticidas e inibidoras da reprodução contra o *S. zeamais* (NUKENINE et al., 2011).

2.6 *AEDES AEGYPTI*

Aedes aegypti Linnaeus pertencente à família *Culicidae*, é o principal mosquito vetor na América, das arboviroses que causam febre amarela, dengue, chikungunya e Zika. Doenças infecciosas emergentes e reemergentes, que apresentam altas taxas de mortalidade. Por este motivo, seu controle é considerado interesse de saúde pública (PLIEGO; VELÁZQUEZ-CASTRO; COLLAR, 2017; CRUZ et al., 2020; GARZÓN et al., 2021). Atualmente sua distribuição não ocorre apenas nas regiões tropicais e subtropicais, estando difundida também em regiões de clima temperado (KRAMER et al., 2020; LWANDE et al., 2020; MENSCH et al., 2021). Os mosquitos de *A. aegypti* são cosmopolita e seu ciclo de vida acontece em quatro fases: ovo, larva, pupa e adulto (Figura 5) e dura em média 10 dias entre a primeira fase e a última (MARINHO et al., 2016; ANOOPKUMAR et al., 2017).

Figura 5: Ciclo de vida do *A. aegypti*.



Fonte: <https://dengue.cecom.unicamp.br/mosquito-aedes-aegypti/>. (Acessado em 12/07/2021).

Os ovos são alongados, preto e elípticos, lembram a forma de um charuto. (CONSOLI; OLIVEIRA, 1994; SUMAN et al., 2011). Fatores como: redução da umidade, seca, elevação ou abaixamento nas temperaturas, estimulam o processo de quiescência embrionária (resistência à dessecação do ovo -ERD), que pode durar meses, sem perder significativamente a viabilidade de eclodirem para larvas em estação favorável (LWANDE et al., 2020; MENSCH et al., 2021). Esta estratégia, favorece persistência deste vetor, gerando uma dificuldade para realização seu controle (SOARES-PINHEIRO et al., 2016).

Larvas de *A. aegypti* passam por quatro instas (L1-L4), são alongadas, vermiformes e esbranquiçadas. Além disso, são exclusivamente aquáticas e se alimentam de materiais ou partículas orgânicas que estão presentes na água. A mudança entre os ínstares ocorre aproximadamente a cada 24 horas. No L4, as larvas param de se alimentar, devido a sua transformação para a fase pupal (BAR; ANDREW, 2013; CONSOLI; OLIVEIRA, 1994; SCHAPER; HERNÁNDEZ-CHAVARRÍA, 2006). As pupas (estádio aquático), têm aspecto de vírgula, não se alimentam e são bastantes móveis quando perturbadas, no entanto se mantêm flutuando sob a superfície, para facilitar a emergência do inseto adulto. Esta fase dura aproximadamente dois dias. Logo após emergir, o inseto adulto fica nas paredes do recipiente, permitindo o endurecimento do exoesqueleto e das asas (CONSOLI; OLIVEIRA, 1994; KOENRAADT, 2008; BAR; ANDREW, 2013).

Os mosquitos de *A. aegypti* adulto são escuros, com faixas brancas nas bases dos segmentos tarsais, os machos possuem antenas plumosas com palpos mais longos do que as fêmeas (DE MORAIS et al., 2019). Medem cerca de 3 a 6 mm de comprimento e podem viver cerca de 30 a 35 dias. É nesta fase, que ocorre a reprodução do inseto, 24 horas depois de emergirem eles já podem acasalar (FARNESI et al., 2015). Fêmeas e machos se alimentam de carboidratos, no entanto, para a maturação dos ovos, as fêmeas necessitam de repasto sanguíneo. Além disso, conseguem fazer a ingestão múltipla de sangue durante um único ciclo gonadotrófico, o que aumenta as chances de contrair e transmitir o vírus (YANG, 2014; DAVID et al., 2016; FARNESI et al., 2021). Após a cópula, a oviposição ocorre em reservatórios tanto naturais quanto artificiais, com pequenos volumes de água, de modo que os ovos fiquem acima da linha

d'água e geralmente são colocados em manchas escuras que servem como uma espécie de camuflagem, assim os ovos acabam não sendo muito afetados pelos métodos atuais de controle baseados na remoção do local de postura ou ataque por pesticidas (WONG et al., 2011; FARNESI et al., 2017, 2018).

2.7 CONTROLE DE *Aedes Aegypti*

Na ausência de vacinas eficazes e baratas para imunização humana contra a dengue, chikungunya e Zika, métodos de controle populacional de insetos vetores, ainda são a principal estratégia para a contenção dessas doenças (GRISALES et al., 2013; DINIZ et al., 2015; KITTAYAPONG et al., 2019).

O controle de insetos como o *A. aegypti*, que tem uma importância para a saúde pública, visa principalmente interromper a cadeia de transmissão do vetor, a fim de minimizar os riscos de possíveis surtos epidêmicos. Alguns trabalhos relatam que para um controle mais efetivo é necessário a integração dos métodos de controle, estes devem se adequar à realidade de cada local. Os mecanismos de controle para o combate do *A. aegypti*, podem ser classificados em: mecânico, biológico e químico (DINIZ et al., 2015; LAURA DE SENE AMÂNCIO ZARA et al., 2016; DONALISIO; FREITAS; ZUBEN, 2017; YAKOB et al., 2017).

O controle mecânico (físico), promove a remoção de possíveis ou já existentes criadouros do mosquito. No Brasil, esse controle geralmente é realizado pelos Agentes de Combate a Endemias ou Agentes Comunitários, que atuam esclarecendo a população acerca da adoção de medidas que interrompam o ciclo do vetor. Estes agentes, também trabalham realizando o controle químico e biológico (DINIZ et al., 2015; LIMA; GOULART; ROLIM NETO, 2015; ZARA et al., 2016; BRASIL, 2019).

O controle biológico, utiliza-se de patógenos ou predadores que tenham potencial para reduzir o *A. aegypti*. O emprego de patógenos está relacionado a bactérias, fungos e parasitas que liberam toxinas. Como opções de predadores estão peixes e girinos que podem se alimentar/destruírem ovos, larvas e pupas (SCHOLTE et al., 2004; SEYE et al., 2009; EVANS; ELLIOT; BARRETO, 2018;

DA SILVA et al., 2020). No entanto, deve-se considerar esse tipo de controle analisando o custo ecológico da introdução dessas espécies para não haver ameaça à fauna aquática nativa (AZEVEDO-SANTOS et al., 2017; BOWATTE et al., 2013; RANATHUNGE et al., 2021).

O controle químico, é a forma mais utilizada de combate ao *A. aegypti* e baseia-se no uso de inseticidas sintéticos. Estes, podem ser aplicados nos insetos de forma direta ou indireta, para diminuir a incidência em diferentes fases do seu ciclo de vida. Os Inseticidas podem ser chamados de acordo com a fase que atuam: ovicida, larvicida, pupicida e adulticidas. De forma geral, os mais empregados são os utilizados para combater larvas e insetos adultos (WEERATUNGA et al., 2017).

O uso demasiado e prolongado de inseticidas pode causar o surgimento de populações resistentes. No Brasil, o uso indiscriminado de organofosforados como temefós (larvicida) e piretróides, como deltametrina (adulticida), fez com que surgissem populações resistentes de *A. aegypti* por todo país (BESERRA et al., 2007; MANJARRES-SUAREZ; MELO-SANTOS et al., 2010; OLIVERO-VERBEL, 2013; MACIEL-DE-FREITAS et al., 2014; BELLINATO et al., 2016; VALLE et al., 2019; HAYD et al., 2020). Além disso, esses inseticidas causam impactos ambientais e efeitos à saúde humana (FONSECA-GONZÁLEZ et al., 2011; MANJARRES-SUAREZ; OLIVERO-VERBEL, 2013).

A prevenção juntamente aos métodos de controle já estabelecidos, mostram-se insuficientes para manter um baixo índice de incidência de *A. aegypti*, acontecendo vários casos de reincidência das doenças. Assim, é importante a busca de abordagens de controle mais sustentáveis e ecológicas para combate desse vetor (BOND et al., 2019; KITTAYAPONG et al., 2019; MACORIS et al., 2018).

2.8 INSETICIDAS BOTÂNICOS PARA *Aedes aegypti*

As plantas sintetizam compostos voláteis orgânicos, que agem como polinizadores, comunicadores ou como mecanismo de defesa. E são classificados de acordo com suas estruturas químicas e vias biossintéticas. Misturas complexas destes compostos, podem ser denominadas de óleo

essencial (OE). Alguns óleos essenciais e seus constituintes majoritário, vem sendo estudados como inseticidas botânicos, pois além de serem menos nocivos meio ambiente e ao homem, são uma mistura de diferentes compostos bioativos, o que oferece menos chance de desenvolvimento de resistência. Estes OE e seus compostos voláteis, para o controle de insetos vetores, podem agir de forma individual ou sinérgica (DIAS; MORAES, 2014; TURLINGS; ERB, 2018; HAMMERBACHER; COUTINHO; GERSHENZON, 2019).

O óleo essencial de *Mentha arvensis* (compostos principais: mentol e acetato de mentila) mostrou ser, um potencial larvicida (CL₅₀ de 78,1 ppm) para o controle de *A. aegypti*. Além disso, quando adicionado a 5% de vanilina, repeliu mosquitos adultos de *A. aegypti* (MANH; TUYET, 2020). Lucia e colaboradores (2007), avaliaram a atividade do OE de *Eucalyptus grandis*, terebintina (produto natural obtido através da resina de árvores do gênero *Pinu*) e seus principais compostos (α - e β -pineno e 1,8-cineol), frente a larvas de *A. aegypti* no 3 e 4º ínstares. Os resultados indicam que α -pineno e β -pineno (CL₅₀ 15,4 e 12,1 ppm, respectivamente) atuaram como os principais componentes larvicidas do óleo e da terebintina. OE de folhas, caules e inflorescências de *Piper capitarianum* cujos principais constituintes foram trans-cariofileno, α -humuleno, β -mirceno, mostraram-se ativos frente a larvas (L-3) de *A. aegypti*, sendo o OE das inflorescências, mais ativo (LC₅₀=87,6 μ g / mL) (FRANÇA et al., 2021).

OE de três plantas (*Syzygium aromaticum*; *Illicium verum*, *Trachyspermum ammi*) e suas combinações binárias, também foram testados contra larvas (L3) de *A. aegypti*. Os OE de *T. ammi*, *I. verum* e *S. aromaticum* e os compostos timol, trans - anetol e eugenol exibiram atividade larvicida com valores de CL₅₀ 39,48; 41,30; 66,90; 59,76; 50,19 e 60,89 mg/L respectivamente. Os resultados obtidos para as misturas binárias 1:1 mostram as interações sinérgicas entre os óleos, sendo o CL₅₀ para as combinações de (49,07 mg/L - *S. aromaticum* + *I. verum*), (48,54 mg/L - *S. aromaticum* + *T. ammi*) e (27,67 mg/L - *I. verum* + *T. ammi*). O melhor resultado foi para o complexo de β -ciclodextrina + *I. verum* + *T. ammi* (CL₅₀ de 23,93 mg/L). Em geral, o resultado deste estudo chama a atenção para a capacidade de combinações sinérgicas de OE como um larvicida de *A. aegypti* (PANDIYAN; MATHEW; MUNUSAMY, 2019).

Sarma e colaboradores (2019), estudaram a atividade larvica e adultica contra o *A. aegypti*, de cinco OE (*Mentha piperita*, *Ocimum sanctum*, *Eucalyptus maculata*, *Allium sativum* e *Callistemon linearis*), dois compostos majoritários de cada OE (carvona, limoneno, eugenol, eudesmol, dissulfeto de dialilo, trissulfeto de dialila, α -pineno e eucaliptol) e os inseticidas sintéticos temefós (larvica) e o malation (adultica). Os OE foram testados de forma individual, já os compostos voláteis derivados de planta e os sintéticos, ainda foram testados em 28 combinações binárias. Os OE que apresentaram melhor atividade foram OE de *M. piperita* (larvica - LC_{50} de 0,42 ppm), OE de *C. linearis* (adultica - LC_{50} de 23,37 ppm). Em relação aos compostos, o eudesmol apresentou melhor atividade larvica e adultica (LC_{50} de 2,25 ppm e de 1,82 ppm respectivamente). O Temefós apresentou concentração letal mediana de 0,43 ppm e o malation de 5,44 ppm. Em relação as combinações, as mistura mais eficiente frente as larvas e aos adultos foram respectivamente, dissulfeto de dialilo/temefós e limoneno/carvona ambas apresentaram 100% de mortalidade. As atividades inseticidas dos OE que apresentaram melhores resultados, provavelmente estão relacionadas a mistura de compostos presentes no óleo, visto que, a atuação individual de seus compostos principais, não tiveram resultados tão bons.

A atividade dissuasora de oviposição de óleos essenciais de três cultivares de gengibre (*Etlingera elatior*) foram avaliadas contra fêmeas de *A. aegypti*. Os voláteis das inflorescências de *E. elatior* eram ricos em álcoois e aldeídos (dodecanol e dodecanal – constituintes principais) e continham uma variedade de mono e sesquiterpenos. Os óleos essenciais dos três cultivares testados, exibiram atividade dissuasora, sendo os compostos majoritários do EeEO, os responsáveis pela atividade (BEZERRA-SILVA et al., 2016). O óleo essencial das inflorescências das variantes vermelha e rosa de *Alpínia purpurata* (β -pineno e α -pineno - compostos majoritários), mostraram CL_{50} de 80,7 e 71,5 ppm respectivamente, frente a larvas de *A. aegypti* (L-4). Já as atividades larvicidas dos compostos puros foram relativamente baixas em comparação aos OE testados. OE das duas variantes apresentaram a 100 ppm, efeito dissuasor de oviposição para fêmeas de *A. aegypti*, conferindo assim uma boa alternativa de controle para este vetor (SANTOS et al., 2012). A maioria dos trabalhos

referentes ao controle do *A. aegypt* investigam inseticidas botânicos que agem na fase de larvas e adultos ou como deterrente de oviposição (DIAS; MORAES, 2014). É importante ampliar esta busca, para que surjam cada vez mais, alternativas para conter esses insetos e diminuir os casos de surtos das doenças transmitidas.

2.9 ÓLEOS ESSENCIAIS

Os óleos essenciais, também conhecido como óleos voláteis, podem ser definidos como uma complexa mistura de substâncias odoríferas, voláteis e lipofílicas (SIMÕES et al., 2007; BAKKALI et al., 2008; SIENKIEWICZ; DENYS; KOWALCZYK, 2011).

Dependendo da família botânica, os OEs são armazenados em estruturas secretoras especializadas diferentes (Lauraceae e Piperaceae - células parenquimáticas, Pinaceae e Rutaceae - bolsas lisígenas ou esquizolisígenas, Lamiaceae – glandulares). Além disso, vários órgãos das plantas, como folhas, inflorescências, ramos, rizomas, semente, caule etc. podem armazenar óleo essencial. No entanto, a concentração é maior em estruturas mais verdes, devido às vias metabólicas da fotossíntese. Ademais, sua composição varia de acordo com a parte da planta que vai ser utilizada para extração. Fatores como diversidade genética, época de coleta, formas de plantio, solo e técnica de extração, também podem influenciar a composição dos óleos essenciais (SAITO; SCRAMIN, 2000; SIMÕES et al., 2007; BAKKALI et al., 2008; PIMIENTA-RAMÍREZ et al., 2016).

De modo geral, a composição dos OEs está ligada aos processos de metabolitos secundários que ocorrem nas plantas. Estes compostos são principalmente terpenos (mono e sesquiterpeno) e fenilpropanóides. Mas outros tipos de compostos, como álcoois, aldeídos, fenóis, cetonas, ésteres, também podem estar presentes na formação desses óleos (SAITO; SCRAMIN, 2000; SILVA; BRITO; JÚNIOR, 2006; BIZZO; HOVELL; REZENDE, 2009).

Os compostos químicos que constituem os OEs apresentam diferentes concentrações. Os compostos mais abundantes em um óleo, são conhecidos como componentes majoritários/principais e são característicos de cada espécie

vegetal. Já os compostos que apresentam quantidades muito pequenas, são chamados de traços. Geralmente estes constituintes são identificados através de cromatografia e espectroscopia (SARKIC; STAPPEN, 2018; ZHAO et al., 2005).

A cromatografia gasosa acoplada a espectroscopia de massa (CG-EM), é usada para análise qualitativa dos compostos voláteis. Os espectros de massa (EM), são utilizados muitas vezes como método de identificação, através da comparação destes espectros com os registrados nas bibliotecas de referências padrão (exemplo). Porém, quando há picos de isômeros ou de substâncias semelhantes no CG-EM, a identificação torna-se mais difícil. Por isso, além da comparação de espectros, é imprescindível calcular o índice de retenção (IR), para cada componente do óleo. O IR, é obtido a partir da análise dos tempos de retenção dos compostos presentes na amostra de OE, dos padrões de hidrocarboneto e a combinação do óleo essencial com a mistura de padrões, aplicando-os na equação de Kratz (DOOL; KRATZ, 1962; ADAMS, 1997). Já a quantificação dos constituintes identificados nos óleos essenciais é obtida com base nas áreas dos picos cromatográficos correspondentes, conforme registrado por GC-DIC (Cromatografia gasosa - Detector por Ionização de Chama) e geralmente é realizado em triplicata para obtenção da média aritmética das porcentagens de cada composto e seu desvio padrão (SILVA et al., 2016).

Os métodos de obtenção de óleos essenciais podem variar de acordo com a parte da planta que será extraída, a quantidade de óleo e características atribuídas ao produto final. As técnicas mais comuns são: prensagem, destilação por arraste de vapor, hidrodestilação, extração com solventes orgânicos, CO₂ supercrítico, extração por soxhlet, extração por ultrassom e microondas (BOUTEKEDJIRET et al., 2003; FERHAT; MEKLATI; CHEMAT, 2007; SIMÕES et al., 2007; DONELIAN et al., 2009; LI et al., 2009; PÉRINO-ISSARTIER et al., 2013; KIRALAN et al., 2014; BOUKROUFA et al., 2015; HATAMI; JOHNER; MEIRELES, 2018).

A hidrodestilação é um dos processos mais utilizados, devido a versatilidade, baixa complexidade e custo (JEYARATNAM et al., 2016; RICHTER; SCHELLENBERG, 2007). Nesta técnica, o material vegetal permanece em contato com a água em ebulição, o vapor abre as paredes

celulares e ocorre a evaporação do óleo que se encontra entre as células da planta. O vapor (mistura de óleo e água), é resfriado através de um condensador, ocorrendo a formação de duas fases líquidas imiscíveis (o óleo essencial e o hidrolato) que são separadas facilmente e podem ser testadas quanto as suas atividades biológicas (LEMOUCHI et al., 2017; MACIAG; KALEMBA, 2015; NAPOLI; DATTILO; RUBERTO, 2020).

A utilização dos óleos essenciais é bastante ampla, podendo ser utilizados como matéria-prima em cosméticos (CARVALHO; ESTEVINHO; SANTOS, 2016; DORNIC et al., 2018; SARKIC; STAPPEN, 2018), na indústria de alimentos (SÁNCHEZ et al., 2011; SIVAKUMAR; BAUTISTA-BAÑOS, 2014; ADASZYŃSKA-SKWIRZYŃSKA; SZCZERBIŃSKA, 2017), produtos de higiene e limpeza (SILVA; BRITO; JÚNIOR, 2006; RASOOLI; SHAYEGH; ASTANEH, 2009; ALSHEHRI, 2018), na fabricação de tintas (CHAUBEY, 2008; MATAN, 2012), para combater vetores de doenças como, a dengue (SANTOS et al., 2012; BEZERRA-SILVA et al., 2016), malária (SANEI-DEHKORDI et al., 2016; ALSHEBLY et al., 2017), doença de chagas (FIGUEIREDO et al., 2017; DE SOUZA et al., 2018) e esquistossomose (MAGALHÃES et al., 2012; ISLAM et al., 2020), na agricultura, para o controle de pragas em plantações de tomate (CAMPOLO et al., 2017; UMPIÉRREZ et al., 2017), feijão (ALVES et al., 2019), trigo (CHAHAL; BANSAL; KAUR, 2016), arroz (KRINSKI; FOERSTER, 2016), milho (NUKENINE; JACOB, 2017; SILVA et al., 2017; NEGRINI et al., 2019; LU et al., 2020), como bactericidas (SOUZA et al., 2016; OLOLADE et al., 2017; ELCOCKS; SPENCER-PHILLIPS; ADUKWU, 2020), fungicida (MEDEIROS et al., 2016; ÜSTÜNER; KORDALI; BOZHÜYÜK, 2018; ABDEL-KAWY et al., 2019), antimicótica (BALAN; GEETHA, 2020; ELISA et al., 2019), anti-inflamatória (HAN; PARKER, 2017; CARDIA et al., 2018; BORGES et al., 2019), antioxidante (DE ARAÚJO et al., 2017; CHOU et al., 2018; BORAH et al., 2019), entre outras.

2.10 CONSIDERAÇÕES BOTÂNICAS

2.10.1 Família *Piperaceae*

A família Piperaceae, tem distribuição pantropical (pode ser encontrada em regiões tropicais de ambos os hemisférios). Sendo composta por plantas eretas, arbustos escandentes, vinhas suspensas, ervas e pequenas árvores. Suas folhas podem ser estipuladas, alternas, opostas ou verticiladas. Com flores aclamídeas, andróginas ou unissexuadas, protegidas por bractéolas reunidas em inflorescências do tipo espiga ou racemo e geralmente apresentam caules nodosos (TEBBS, 1993; IWAZAKI; SOUZA; OLIVEIRA, 2006; SCOTT et al., 2008; GOGOSZ et al., 2012).

Esta família, é composta por oito gêneros com cerca de 3700 espécies distribuídas em todo o mundo. No Brasil, é possível encontrar cinco desses gêneros (*Piper*, *Peperomia*, *Potomorphe*, *Ottonia* e *Sarcorhachis*) e aproximadamente 500 espécies. Estas localizadas em florestas, principalmente em áreas de Mata Atlântica (BARDELLI; KIRIZAWA; SOUSA, 2008; VIEIRA et al., 2011; GOGOSZ et al., 2012; CHRISTENHUSZ; BYNG, 2016)

As espécies de Piperaceae, são bastantes conhecidas devido as propriedades aromáticas de várias de suas plantas (SCOTT et al., 2008; SILVA et al., 2020). Além disso, a muito tempo são usadas, na medicina popular e como aditivos alimentares (conferindo baixo risco a saúde humana). Sendo também empregadas na agricultura, como inseticidas (SCOTT et al., 2003; LEE, 2005; BALDOQUI et al., 2009; DE SOUZA et al., 2009; JOHANA et al., 2018; MARTÍNEZ-BAUTISTA et al., 2019).

Os principais gêneros da família Piperaceae são, *Piper* e *Peperomia*. Sendo o gênero *Piper*, o maior, com cerca de 265 espécies (BARDELLI; KIRIZAWA; SOUSA, 2008; VIEIRA et al., 2011). As plantas deste gênero também conhecidas como pimenta, são bem diversificadas e possuem uma grande variedade de compostos (fenilpropanóides, lignanas/neolignanas, pironas, amidas alifáticas e aromáticas, alcaloides), o que está diretamente associado as suas propriedades químicas e atividades biológicas (SAKLANI; KUTTY, 2008; BALDOQUI et al., 2009; GOGOSZ et al., 2012).

Uma espécie de *Piper*, bastante estudada é a *Piper nigrum*, popularmente chamada de pimenta do reino ou pimenta preta, é um dos condimentos, mais utilizados no mundo. E apresenta aplicação em medicamentos, conservantes e perfumes. O componente ativo da *P. nigrum* é a piperina, um alcaloide,

responsável por seu sabor picante. Também é conhecido, por suas notáveis ações farmacológicas, larvicida e inseticida. Além disso, esse composto inibe várias enzimas metabólicas e aumenta a biodisponibilidade oral de vacinas, medicamentos e nutrientes (AHMAD et al., 2012; DAMANHOURI, 2014; SALEHI et al., 2019; TIWARI; MAHADIK; GABHE, 2020).

Extratos e óleos essenciais de outras espécies do gênero *Piper*, já foram relatados conferindo atividades biológicas nas áreas de saúde e agrícola (MESQUITA et al., 2005; NAKAMURA et al., 2006; MISNI et al., 2009; GASPARETTO et al., 2017; CHAABAN et al., 2018; ALVES et al., 2019; DA SILVA et al., 2019). Além disso, certos alcaloides e fenilpropanóides isolados deste gênero, têm mostrado atividade antioxidante, alelopática e inseticida (HEMATPOOR et al., 2018).

De forma geral, uma grande quantidade e variedade de constituintes químicos estão presentes em OEs de espécies de *Piper* (CRUZ et al., 2012). De acordo com Mgbeahuruike et al. (2017), mais de 270 compostos, já foram identificados em óleos desse gênero.

Para facilitar os estudos, Thin e col. (2018), propuseram uma divisão a partir dos compostos principais de OEs de *Piper*. Tomando como base as classes químicas, eles são divididos em seis grupos. Óleos essenciais predominado por compostos: (I) monoterpênicos, (II) sesquiterpênicos, (III) mono e sesquiterpênicos, (IV) fenilpropanóides, (V) compostos benzênicos e (VI) compostos não terpenóides.

Assim, a partir desta classificação iremos focar nos OEs do grupo IV, cujo seus principais constituintes são fenilpropanóides. Já que, o composto majoritário do óleo essencial da *P. corcovadensis*, o 1-butil-3,4-Metilenodioxibenzeno (BMDB), pertence a esta mesma classe química e ambos (óleo e composto) são nossos objetos de estudo.

Um dos principais fenilpropanóides, relatado como constituinte majoritários de várias espécies de *Piper* é o safrol. Sendo ele, um precursor de muitos produtos usados como inseticidas naturais e nas indústrias de perfumaria (WALIA; SAHA; PARMAR, 2004; ANDRADE et al., 2008; SALLEH et al., 2011).

Os óleos essenciais de folhas e caule de *Piper caninum* (Blume.), apresentaram o safrol, como constituinte majoritário, com porcentagens de

17,1% e 25,5% respectivamente. Testes antimicrobianos, realizados com os óleos revelaram que ambos exibiram forte atividade contra todas as cepas de bactérias testadas (*Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Pseudomonas putida* e *Escherichia coli*) (SALLEH et al., 2011).

O safrol também foi relatado, como composto predominante no óleo essencial de folhas de: *Piper auritum* Kunth - 93,2% (CABALLERO-GALLARDO et al., 2014), *Piper callosum* Ruiz & Pav. - 53,8% (ALMEIDA et al., 2018), *Piper hispidinervium* C. DC. - 81% (MAIA et al., 1987) e *Piper mikanianum* (Kunth) - 82% (DE ABREU et al., 2002). Assim como, no OE de flores de *Piper betle* L. (27,6%) (HWANG et al., 1992) e de partes aéreas de *P. mikanianum* (67,8%) e *Piper xylosteoides* Kunth (48,5%) (FERRAZ et al., 2010).

Outros trabalhos apontam diferentes fenilpropanóides como constituintes principais de espécies deste gênero. Ribeiro e col. (2016), identificaram os compostos E-asarona (32,6% – caule) e Z- asarona (30,4% - folhas) de OEs de *Piper marginatum* Jacq. Já o OE de folhas de *P. betle* mostrou o chavibetol (53,1%), como composto majoritário (RIMANDO et al., 1986).

Os óleos essenciais de caules finos e folhas de *Piper divaricatum* G. Mey. (SILVA et al., 2014) e *Piper aducum* L. (VOLPE et al., 2016) apresentaram o metileugenol (75%) e dillapiol (69,3%) respectivamente, como compostos predominantes em seus óleos. O dillapiol (57,7%) também foi o constituinte mais abrangente no OE de folhas de *P. hispidinervium* (SANTANA et al., 2016).

A espécie de *Piper klotzschianum* (Kunth), foi estudada quanto a composição de OEs de diferentes partes da planta. Sendo o composto 1-butil-3,4-metilenodioxibenzeno (BMDB) o majoritário para os óleos de raízes (96%), caule (84,7%), folhas (81,04%) e sementes (36%) (DO NASCIMENTO et al., 2013). O óleo essencial de folhas de *P. corcovadensis*, também apresentou o BMDB (30,62%), como composto majoritário (SILVA et al., 2016).

Estes óleos essenciais do gênero *Piper*, também foram estudados quanto as suas atividades biológicas. Como pode ser visto na tabela 1.

Tabela 1. Atividade biológica de várias espécies do gênero *Piper*

Espécie	Parte da planta usada para extração do OE	Composto majoritário	Atividade biológica	Referência
<i>Piper aducum</i>	Folhas e caules finos	Dillapiol	Antifúngica; antimicrobiana; atividade larvicida frente a <i>Aedes aegypti</i> ; antifúngica; antimicrobiana; atividade inseticida frente ao <i>Diaphorina citri</i>	(NAVICKIENE et al., 2006; LARA - JÚNIOR, 2012; OLIVEIRA et al., 2013; VOLPE et al., 2016)
<i>Piper auritum</i> (Kunth)	Folha	Safrol	Atividade antileishmania, antifúngica; repelente contra <i>Tribolium castaneum</i>	(MONZOTE et al., 2010; PINEDA et al., 2012; CABALLERO-GALLARDO et al., 2014)
<i>Piper betle</i>	Folha	Chavibeol	Antioxidantes; antibactericida; antifúngica e antimicrobiana	(PRAKASH et al., 2010; SAXENA et al., 2014)
	Flor	Safrol		
<i>Piper callosum</i>	Folhas	Safrol	Atividade inseticida frente a <i>Solenopsis saevissima</i> ; atividade	(SOUTO et al., 2012; ALMEIDA et al., 2018)

			<i>contra Rhizopus oryzae</i>	
<i>Piper caninum</i>	Folha	Safrol	Antioxidantes; antimicrobiana; citotoxicidade	(SALLEH et al., 2011; SALLEH; AHMAD; YEN, 2015; DANIEL et al., 2019;)
	Caule			
<i>Piper corcovadensis</i>	Folha	1-butil-3,4-Metilenodioxibenzeno	Atividade larvicida frente <i>Aedes aegypti</i> ; atividade inseticida contra <i>Spodoptera Frugiperda</i>	(SILVA et al., 2016; DUTRA et al., 2019)
<i>Piper divaricatum</i>	Folhas e caules finos	Metileugenol	Antioxidantes; antibactericida; antifúngica e antimicrobiana	(BARBOSA et al., 2012; SILVA et al., 2014)
<i>Piper hispidinervum</i>	Folha	Safrol	Atividade amebicida; antifúngica	(ZACARONI et al., 2000; ANDRÉS et al., 2017)
		Dillapiol		
<i>Piper klotzschianum</i>	Folha	1-butil-3,4-Metilenodioxibenzeno	Atividade larvicida frente <i>Aedes aegypti</i> ; antitumoral	(DO NASCIMENTO et al., 2013; LIMA et al., 2019)
	Caule	1-butil-3,4-Metilenodioxibenzeno		
	Raiz	1-butil-3,4-Metilenodioxibenzeno		

	Semente	1-butil-3,4-Metilenodioxibenzeno		
<i>Piper marginatum</i>	Folha	Z- asarone	Atividade inseticida frente <i>Tetranychus urticae</i> e <i>Neoseiulus californicus</i> larvicida e de oviposição contra <i>Aedes aegypti</i> ; Atividade leishmanicida; antimicrobiana	(AUTRAN et al., 2009; PÉREZ et al., 2010; RIBEIRO; CAMARA; RAMOS, 2016; MACÊDO et al., 2020)
	Caule	E- asarone		
<i>Piper mikanianum</i>	Folha	Safrol	Antimicrobiana	(CARNEIRO et al., 2020)
<i>Piper xylosteoides</i>	Partes aéreas	Safrol	Antibacteriana	(DOGNINI et al., 2012)

Fonte: A autora (2021)

Diante desta pesquisa, plantas do gênero *Piper*, principalmente as que possuem compostos majoritários da classe de fenilpropanóides, mostram-se promissoras, já que apresentam diferentes atividades biológicas.

2.10.2 *Piper corcovadensis*

A espécie *Piper corcovadensis* (Figura 06), também conhecida como falso jaborandi ou João brandinho, é um arbusto nativo do Brasil. Geralmente é encontrada nas regiões Norte, Nordeste e Sudeste do país, suas folhas, raízes e caules são bastante utilizados na medicina popular para tratar gripe, tosse e

reumatismo. Por conta da sua ação analgésica, é usado para combater dores de dente (FACUNDO; MORAIS; BRAZ FILHO, 2004; MARQUES et al., 2010).

Figura 6: Folhas da *P. corcovadensis*



Fonte: A autora (2021)

Fernandez et al. (2019), estudaram os constituintes químicos presentes no extrato bruto das raízes de *P. corcovadensis* e avaliaram a atividade antibacteriana contra o *Mycobacterium tuberculosis* (Mtb). Em outro trabalho, o extrato e um dos seus principais constituintes (piperovatina), mostraram resultados promissores *in vitro* para o desenvolvimento de novos fármacos. Recentemente, o extrato bruto e a piperovatina foram avaliados frente às larvas no 3º instar de *A. aegypti*, ambos indicaram alto potencial larvicida (FERNANDEZ et al., 2020).

O PcLEO, tem como constituinte principal o 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB) (DUTRA et al., 2019; SILVA et al., 2016). Este óleo conferiu atividade larvicida em larvas de *A. aegypti* (SILVA et al., 2016) e apresentou toxicidade para a praga de milho cultivado, *S. frugiperda* (DUTRA et al., 2019).

Ainda há poucos relatos na literatura, que abordem o uso de PcLEO e do BMDB. Por isso, trabalhos que proponham estudar novas perspectivas de aplicação, principalmente para controle de pragas e mosquitos é relevante.

2.10.3 Família Zingiberaceae

A família *Zingiberaceae*, é a maior da ordem Zingiberales, constituída por 1500 espécies em 53 gêneros. Suas plantas, conseguem se estabelecer em diferentes condições, mas encontram-se principalmente distribuídas nos trópicos. São plantas aromáticas, perenes, com caule flexível e rizoma carnudo. As espécies de *Zingiberaceae*, geralmente crescem de forma natural em áreas úmidas e sombreadas (ALONSO; SOUSA-SILVA, 2010; NAÏVE, 2017; PITOPANG et al., 2019).

Os membros desta família, serve como matéria prima para as indústrias alimentícia, de cosméticos, de tinturas e de medicamentos, devido às suas propriedades organolépticas e sua composição química. As espécies de *Zingiberaceae* apresentam vários fitoquímicos, desde alcaloides, carboidratos, proteínas, ácidos fenólicos e flavonóides. Os óleos essenciais destas plantas, são empregados como conservantes naturais em perfumes, dadas suas atividades antimicrobianas e antifúngicas comprovadas (BHUNIA; MONDAL, 2012; IVANOVIĆ; RAJESWARY et al., 2018; MAKOTER; RAZBORŠEK, 2021).

Dentre os gêneros desta família, *Alpinia* e *Etlingera* se destacam por suas espécies serem cultivadas e comercializadas como plantas ornamentais. No Brasil, o cultivo de plantas ornamentais encontra-se presente em todas as regiões, sendo uma atividade econômica em potencial crescimento, principalmente pelo clima (tropical e temperado). Além disso, espécies desses gêneros foram relatadas por possuírem constituintes secundários bioativo (CARNEIRO et al., 2014; FRANÇA et al., 2019; LACERDA et al., 2020).

Estes gêneros, apresentam compostos das classes: flavonoides, terpenos, alcaloides, álcoois, cetonas e está pluralidade, que permite alguns óleos essenciais e extratos obtidos por plantas destes gêneros, exibirem atividades inseticidas, antioxidante, bactericida, fungicida, entre outras (CHANG et al., 2012; KHODAVANDI et al., 2013; SUDHAKARAN; RAMESH KUMAR; RADHA, 2019; DAI et al., 2020; FALKOWSKI et al., 2020; SIREGAR; PRADANA; RAHMI, 2020; FENG et al., 2021).

2.10.4 *Etlingera elatior* (Jack) R.M. Smith

Etlingera elatior, também conhecida como gengibre tocha ou bastão do imperador, é uma herbácea tropical, robusta e perene. Esta planta ornamental é caracterizada por sua inflorescência chamativa que lembra uma tocha (Figura 7), é composta por brácteas sustentadas por um pedúnculo longo e robusto (UNEMOTO et al., 2011; WIJEKOON; BHAT; KARIM, 2011; CHOON; DING, 2016; NOR et al., 2020)

O bastão do imperador, é uma planta aromática, bastante utilizada para realçar o sabor dos pratos tradicionais na culinária sul Asiática. Também é empregada, como conservante de alimentos, na medicina tradicional é consumida para reduzir diabetes e hipertensão, possui propriedades antioxidantes, antibacterianas e antifúngicas. Além disso, em países como Austrália, Brasil, Estados Unidos da América, Hong Kong e Tailândia são utilizadas planta ornamental (WIJEKOON et al., 2011; CHOON; DING, 2016; ISMAIL et al., 2019; MARZLAN et al., 2020).

Figura 7: Inflorescência *E. elatior* variação vermelha



Fonte: A autora

As inflorescências de *E. elatior*, podem ser encontradas em três variações de cores, sendo a vermelha e a rosa (rosa mais escuro) difundidas por todo o mundo. No Brasil, no estado de Pernambuco (região Nordeste) é cultivada a variante porcelana (rosa claro). No entanto, a inflorescência da cor vermelha é a mais comum (LOGES et al., 2008; CHOON; DING, 2016; ARAÚJO et al., 2018; JUWITA; PUSPITASARI; LEVITA, 2018).

De modo geral, os óleos essenciais das inflorescências dessa espécie, apresentam como principais constituintes o dodecanol (álcool), dodecanal (aldeído) e α -pineno (terpenóide). Esta composição pode variar de acordo com a temperatura, solo, tipo de cultivo, época do ano, técnica de extração. Além disso, quanto maior for o tempo de secagem das inflorescências, mais ricas em aldeídos e álcoois e menor a proporção de compostos terpênicos (ZOGHBI; ANDRADE, 2005; BEZERRA-SILVA et al., 2016; ANZIAN et al., 2017).

EelEO já foi testado contra bactérias patogênicas (*Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*, *Salmonella typhi*, *Vibrio species* e *Escherichia coli*), apresentando boa atividade bactericidas (WIJEKOON et al., 2013; ANZIAN et al., 2020; MARZLAN et al., 2020). Seu efeito antioxidante também já foi relatado (KHOR et al., 2017). Bezerra-Silva e colaboradores (2016), descreveram a atividade larvicida e de deterrência de oviposição frente ao *A. aegypt*, onde concluíram que os compostos majoritários do óleo (dodecanal e dodecanol), foram os responsáveis pelas atividades inseticidas do óleo.

3 PATENTE

FORMULAÇÃO Á BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS ARMAZENADOS

Número do Processo: BR 10 2020 012313 0

[01] A presente invenção refere-se ao desenvolvimento de uma formulação a base do BMDDB (1-Butil-3,4-Metilenodioxibenzeno), que pode ser encontrado no óleo essencial de Piper corcovadensis (Miq.) C. DC, a mesma visa o controle do Sitophilus zeamais (praga do milho).

[02] O milho (Zea mays) é um dos grãos mais produzidos e cultivados no mundo. Calcula-se que a safra mundial desse cereal 2019/20 chegue a 1.099,2 milhões de toneladas e a safra brasileira fique em torno de 101,0 milhões de toneladas. O que mostra a importância econômica desse cereal. (FIESP, Federação das Indústrias do Estado de São Paulo. Safra Mundial de Milho 2019/20 – 2º Levantamento do USDA).

[03] No Brasil, o milho está difundido em praticamente todo território, principalmente por ser uma cultura que se adapta a diferentes ecossistemas e por sua ampla utilização (alimentação humana, de animais, matéria-prima para as indústrias, biocombustível). Além, da possibilidade de armazenamento por longos períodos, sem prejuízos significativos à qualidade dos grãos.

[04] Estima-se, que de 20 a 30% do milho produzido em países em desenvolvimento é perdido durante o armazenamento. Geralmente, a qualidade dos grãos armazenados, é afetada pela ação de insetos-pragas, sendo o *S. zeamais* (gorgulho do milho) um dos mais preocupantes (TEFERA et al. Crop Protection, 30, 240-245, 2011).

[05] O *S. zeamais* ataca grãos íntegros e sadios no cultivo e armazenamento, apresenta elevado grau de multiplicação, reduz o peso e a qualidade física e fisiológica dos grãos e favorece o aparecimento de ácaros e fungos. Além de infestar outras culturas, como aveia, arroz, cevada, trigo e alimentos processados.

[06] O controle de *S. zeamais*, em grãos de milho armazenado, é realizado através de inseticidas sintéticos, por conta da sua facilidade de uso e pela viabilidade econômica. Estes inseticidas têm sido usados em larga escala,

ocasionando populações de pragas mais resistentes, grãos com resíduos e intoxicação de homens e animais.

[07] Todos esses fatores descritos, somado à crescente exigência de se produzir alimentos sem resíduos tóxicos, tem despertado o interesse para a busca de alternativas mais eficientes e menos agressivas ao meio ambiente e ao ser humano. Neste contexto, a produção de inseticidas derivados de plantas torna-se mais atrativa, já que nesses produtos os compostos encontrados, em sua grande maioria, são rapidamente degradados resultando, em uma baixa persistência e uma baixa ação residual, além de apresentar baixo custo e ser de fácil preparação.

[08] A *Piper corcovadensis*, popularmente conhecida como falso jaborandi, é uma planta pertencente à família Piperaceae, encontrada geralmente nas regiões norte, nordeste e sudeste do Brasil. Na medicina popular suas folhas são usadas para tratamento de reumatismo, gripe, tosse e dor de dente.

[09] O óleo essencial de folhas de *P. corcovadensis*, é constituído por monoterpenos, sesquiterpenos e fenilpropanóide, sendo o BMDB o componente majoritário, variando de 30 a 35%. Silva e colaboradores, relataram atividade larvicida para o *Aedes aegypti* do óleo essencial de *P. corcovadensis* e do seu composto majoritário, onde o composto mostrou melhor resultado. (SILVA et al. Exp. Parasitol. 165: 64-70, 2016). Em estudo mais recente, Dutra, et al., observou que o óleo essencial desta mesma espécie de planta, alterou os parâmetros nutricionais da lagarta do cartucho (*Spodoptera frugiperda*) apresentando toxicidade para esta praga de milho cultivado. (DUTRA et al. Biotech Histochem. 8: 1-16, 2019).

[10] Os óleos essenciais e seus compostos majoritário, bem como, extratos de plantas, podem ser utilizados para a formulação de inseticidas. Essas formulações são mais estáveis do que o óleo essencial puro e agem, eliminando, controlando ou repelindo pragas agrícolas em diferentes estágios de seu desenvolvimento.

[11] Várias publicações de patentes estão voltadas para a produção de formulações, tais como: MY150708 que se refere a um produto baseado no óleo essencial de *Zingiber officinale* para o controle de pragas. A patente de número PI0514051-0A que descreve o uso de um composto derivado de quinolina que

apresenta atividade inseticida para fins agrícola e de horticultura. BR 102018010368-7 A2 trata-se de uma formulação de óleo essencial de *Piper aduncum*, para composição de produtos de uso tópico e de ambientes internos e externos, atuando como agente repelente para mosquitos dos gêneros *Aedes* sp., *Culex* sp. e *Anopheles* sp.. BR 112017008232-2 A2 descreve uma formulação à base do limoneno, composto presente em óleos essenciais de *Citrus limon*, com amplos fins inseticidas. E a patente PI9700636-0A que apresenta o processo de obtenção e síntese do feromônio de agregação produzido pelo *S. zeamais*.

[12] Apesar de várias patentes terem sido publicadas, registrando novos produtos à base de óleos essenciais e compostos derivados de plantas para o controle de pragas, não foi observado o uso de um produto botânico com efeitos inseticida a base do BMDB para o controle de pragas de grãos armazenados. Desta forma, a presente invenção trata-se de um produto inovador e atrativo, o qual pode vir a ser utilizado em conjunto com outros métodos para o controle de pragas na agricultura.

[13] Com o intuito de encontrar uma nova alternativa natural que cause menor impacto ambiental e que combata, controle e/ou proteja os grãos armazenados de insetos-pragas, desenvolveu-se a presente formulação, que se mostra eficiente contra o *S. zeamais*.

[14] O composto 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno foi sintetizado a partir 4-bromo-1,2-(metilenedioxi)benzono. Sua caracterização foi realizada através de análises via RMN (Ressonância Magnética Nuclear) de ¹H, ¹³C e cromatografia (CG/EM) (Figura 1).

[15] A formulação foi preparada adicionando-se 10 mg do BMDB e 1 ml de acetona. Optou-se por não utilizar água na formulação, pois a umidade nas sementes de milho pode proporcionar germinação e criar um ambiente favorável para o surgimento de fungos.

[16] Para a realização do teste de toxicidade por fumigação, um disco de papel filtro com 4 cm de diâmetro foi colocado no lado interno da tampa de um pote plástico (diâmetro: 4,5 cm, altura: 5,0 cm e volume: 80 ml). 20 µL de cada concentração foi adicionada a diferentes papéis filtro. As concentrações (0,0166; 0,083; 0,166; 1,66 mg/g de inseto), foram obtidas a partir da formulação do

BMDB. Após a evaporação do solvente, foram adicionados vinte insetos, em seguida a tampa foi firmemente colocada no pote, para formar uma câmara selada. O teste controle foi realizado com a acetona. Os ensaios e o controle foram realizados em quadruplicata, e a mortalidade foi avaliada após sete dias (Figura 2).

[17] O teste de toxicidade por contato também foi realizado utilizando a formulação do BMDB, no entanto, outras concentrações foram testadas (1,25; 2,5; 6,25; 12,5 e 25mg/L de ar). Após a preparação das concentrações uma alíquota de 0,5 µL de cada, foi aplicada topicamente no dorso da região torácica dos insetos adultos. Posteriormente, os insetos submetidos a cada tratamento foram transferidos separadamente para potes plásticos. 20 insetos foram usados por pote. A taxa de mortalidade foi observada durante 7 dias. O tratamento controle foi realizado com a acetona. E todos os ensaios e o controle foram realizados em quadruplicata (Figura 3).

[18] Os dados obtidos foram analisados estatisticamente utilizando o teste t de Student, onde valores com $p < 0,05$ dão evidência a hipótese alternativa, ou seja, o conjunto de dados analisados possuem diferenças significativas entre os valores médios, e isso significa que ele tem atividade inseticida.

[19] A partir dos resultados foi possível observar, que a formulação apresentou atividade contra o *S. zeamais*, ao contrário do controle. Indicando assim, que a formulação a base do composto BMDB é capaz de inibir/controlar, através da mortalidade, o gorgulho do milho. Como mostrado na figura 4 e 5 respectivamente.

[20] A formulação contra o *S. zeamais*, apresentou DL_{50} igual a 0,109 mg/g de inseto ($\pm 0,05$) para o teste de toxicidade por contato e CL_{50} de 1,65 mg/ml ($\pm 0,05$) para a toxicidade por fumigação.

[21] A formulação retratada na presente invenção, pode ser aplicada diretamente sobre os grãos, já que a mesma, não é produzida com água. Além disso, pode ser utilizada durante o armazenamento, como pulverizador e/ou em forma de pastilhas fumigantes, pois o princípio ativo contido na formulação é volátil. Assim, como pode também ser usada na colheita, como forma de prevenir insetos-praga.

[22] Os resultados obtidos através das invenções relatadas, comprovam a alta potencialidade do composto majoritário BMDB atuando com inseticida frente ao *S. zeamais*. Além disso, a formulação produzida é de fácil obtenção e manuseio, baixo custo e possui ampla utilização. Mostrando, a importância da mesma, para o manejo e controle de pragas agrícolas.

[23] Assim, por todos os motivos relatados, a formulação a base do BMDB, é um meio versátil, eficiente, prático e seguro para ser aplicado diretamente na forma líquida, no controle de pragas similares ao *S. zeamais*, servindo para o pequeno e grande produtor. Além disso, as quantidades que devem ser aplicadas podem variar de acordo com as necessidades de uso.

[24] Os resultados da invenção descrita, permite uma série de variação da formulação produzida, no que diz respeito aos métodos e usos relacionados ao efeito inseticida do BMDB, como constituinte único ou misturado com outros componentes, mantendo-se assim, dentro da proteção determinada pelas reivindicações anexas.

3. 1 REIVINDICAÇÕES

1. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS
2. caracterizada por ser uma solução formada a partir do composto o 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno (BMDb) e acetona.
3. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS caracterizada por ser um inseticida cujo composto ativo é o 1-Butil-3,4-Metilenodioxibenzeno (BMDb), pertencente a classe dos fenilpropanóides e derivado do safrol. Que pode ser obtido por síntese ou isolado da planta.
4. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por compreender o BMDb, pertencente a classe dos fenilpropanóides, no qual na solução, a concentração do mesmo pode variar de 0,1% a 99%.
5. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 caracterizada por conter uma solução do BMDb e solvente (acetona), contudo não limitando o uso apenas desse solvente.
6. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 2 caracterizada por conter de 1,0 a 99,9 % de acetona, sem excluir outras concentrações (inferiores ou superiores a estas), nem diferentes solventes na formulação do produto.
7. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 a 4 caracterizada por conter o BMDb com atividade inseticida frente a *Sitophilus zeamais*, sem excluir outras pragas.
8. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 a 5 caracterizada por abranger a aplicação do BMDb, nos grãos na fase da colheita

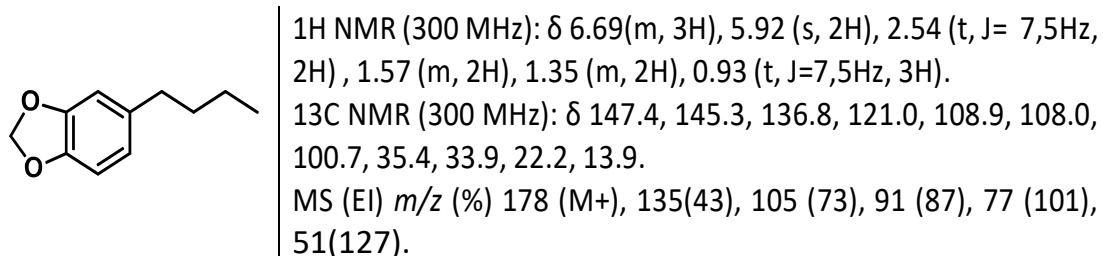
e/ou armazenamento, onde se deseja controlar ou eliminar insetos.

9. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 a 6 caracterizada pela aplicação ser superficial em grãos (particularmente os de milho) e/ou nos insetos (*S. zeamais*), não excluindo a aplicação em qualquer outro grão e inseto.

10. FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS de acordo com a reivindicação 1 a 7 caracterizada por sua ação fumigante e de contato, não excluindo qualquer outra técnica de aplicação.

3.2 CARACTERIZAÇÃO E RESULTADOS DOS PROCESSOS DE TESTAGEM DA FORMULAÇÃO À BASE DO 1- BUTIL - 3,4 – METILENODIOXIBENZENO PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS

Figura 1: Caracterização do BMDB



Fonte: A autora (2020)

Figura 2: Ensaio de fumigação



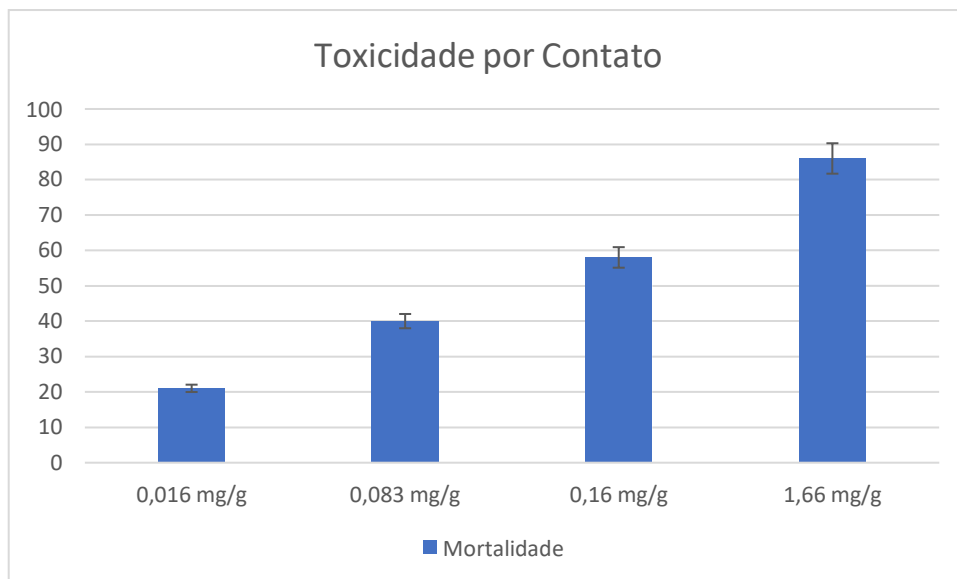
Fonte: A autora (2020)

Figura 3: Ensaio de contato



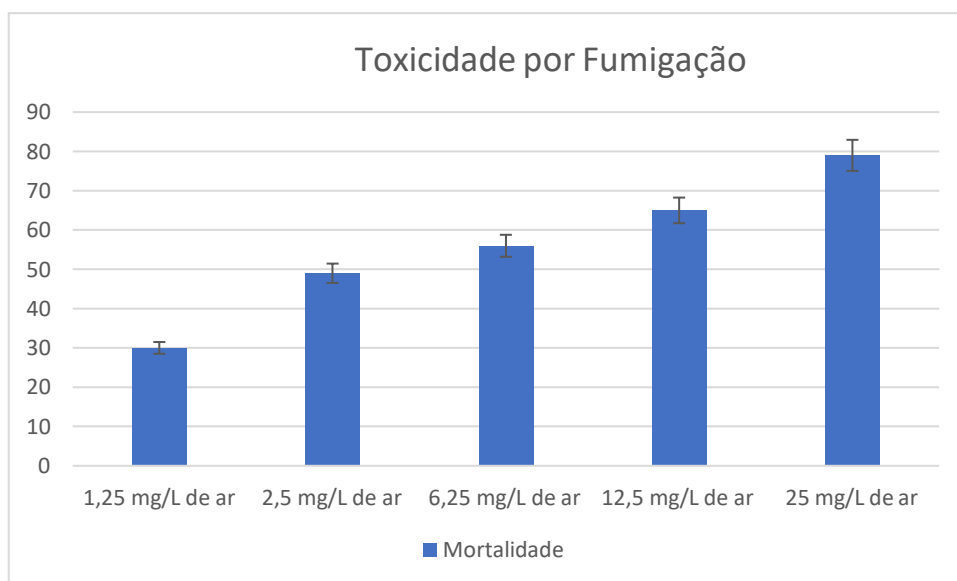
Fonte: A autora (2020)

Figura 4: Taxa de mortalidade do ensaio de Contato



Fonte: A autora (2020)

Figura 5: Taxa de mortalidade do ensaio de Fumigação



Fonte: A autora (2020)

3.3 RESUMO

FORMULAÇÃO À BASE DO 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno PARA O CONTROLE DE PRAGAS EM GRÃOS

Trata-se de uma formulação inseticida a base do 1- Butil - 3,4 – Metilenodioxibenzeno (BMDB), obtido de forma sintética, que pode ser aplicada sob os grãos ou em partes de planta durante o plantio, colheita e armazenamento. Pode ser usada na forma líquida, de pó, como pastilha, por ser um meio versátil, eficiente, prático e seguro. Além de prevenir, reduzir e/ou combater os insetos-pragas de grãos, seu uso pode variar de acordo com a necessidade do produtor.

4 ARTIGO 1- AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE INSETICIDA DO ÓLEO ESSENCIAL DE INFLORESCÊNCIAS DE *ETLINGERA ELATIOR* E SEUS CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS FRENTE AO *SITOPHILUS ZEAMAI*S

Camila Soledade de Lira Pimentel^a, Bheatriz Nunes de Lima Albuquerque^a, Suyana Karolyne Lino da Rocha^a, Armande Marsan^b, Kamilla Andrade Dutra^a, Patrícia Maria Guedes Paiva^c, Thiago Henrique Napoleão^{c*}, Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro^a

^aDepartamento de Química Fundamental, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brazil.

^bInstitut Universitaire et Technologique, Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne, Créteil, France.

^cDepartamento de Bioquímica, Centro de Biociências, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brazil.

RESUMO

Os óleos essenciais (OE) são alternativas promissoras para o manejo de insetos-praga, como o *Sitophilus zeamais* (Motschulsky). Já que este controle vem sendo feito a base de inseticidas sintéticos que promovem efeitos ambientais e a saúde humana e população de insetos resistentes. No presente estudo, a constituição química do óleo essencial de inflorescências de *Etlíngera elatior* (EelEO) e as atividades inseticida dele e de seus dois compostos majoritários foram avaliados contra *S. zeamais*. O OE foi extraído por hidrodestilação e caracterizado por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (CG-EM). Os principais compostos presentes no óleo foram o dodecanal (58,31%), dodecanol (20,33%), β -cariofileno (4,21%), α -pineno (2,66%), n-decanol (2,52%) e β -farnesene (2,46%). O EelEO, dodecanal (NAL) e o dodecanol (NOL), apresentaram toxicidade por fumigação (CL₅₀ de 0,83; 0,51 e 3,05 μ L/L de ar, respectivamente) e por contato (DL₅₀ de 476; 348 e 94,5 μ g/g de inseto, respectivamente) frente a *S. zeamais*. Quando ingeridos em dietas artificiais, o EelEO, NAL e NOL causaram alterações em todos os parâmetros nutricionais dos insetos, além de promoverem a mortalidade e a partir de 20,0 mg/g

apresentaram forte efeito de deterrência alimentar. Foi possível observar que o EelEO e o NAL se comportaram de forma semelhante em todos os ensaios, o que pode ser explicado pela composição do óleo que é predominantemente formada por este aldeído. O NOL exibiu melhores resultados, exceto para a toxicidade por fumigação. Os resultados obtidos indicaram o potencial inseticida do EelEO, NAL e NOL, já que foram tóxicos de diferentes maneiras, mostrando-se como uma alternativa natural para o controle de *S. zeamais*.

Palavras chaves: Zingiberaceae, compostos voláteis, inseticida botânico, praga de grão armazenado, deterrente alimentar; agente fumigante.

1. Introdução

Etlingera elatior (Jack.) RM Smith, é uma planta aromática de crescimento rápido, pertencente à família Zingiberaceae. Popularmente chamada de gengibre tocha e/ou bastão do imperador (WIJEKOON et al., 2011; ANZIAN et al., 2020). É nativa da Sumatra e Indonésia, sendo encontrada principalmente, no sudeste da Ásia, Austrália, Brasil, e Estados Unidos da América (CHOON; DING, 2016; NOR et al., 2020). Suas folhas, inflorescências e rizomas têm sido usadas, na medicina popular, culinária, na indústria (servindo de matéria prima para sabonetes, xampus e perfumes) e como planta ornamental (CHAN; LIM; OMAR, 2007; KRAJARNG; CHULASIRI; WATANAPOKASIN, 2017; WIJEKOON et al., 2011; AZRI et al., 2019).

Além disso, estudos destacam as atividades biológicas encontradas em extratos e óleos essenciais de diferentes partes de *E. elatior*. Extratos metanólicos de folhas e caules do bastão do imperador, conferiram bons resultados frente a bactérias (*Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enterica*, *Staphylococcus aureus* e *Streptococcus mutans*) (CHAN; LIM; WONG, 2011; SAHIDIN et al., 2019). O extrato metanólico dos rizomas de *E. elatior* apresentou potencial antibacteriano e antioxidante (WAHYUNI et al., 2019). Já os extratos das inflorescências, atuaram como agente antifúngico para controlar as doenças da antracnose, causaram inibição do crescimento de *Colletotrichum gloeosporioides* e exibiram atividades antibacterianas contra *Bacillus cereus*, *B. subtilis*, *S. aureus*, *Listeria monocytogenes*, *Propionibacterium acnes* e *S. aureus* (PUNNAWICH et al., 2009; WIJEKOON et al., 2013; NURUL et al., 2019).

O óleo obtido de uma mistura de todas as partes de *E. elatior*, apresentou propriedades antioxidantes e antibacterianas (ABDELWAHAB et al., 2010). Já o O óleo essencial de inflorescência de *E. elatior* (EeIEO), foi ativo frente a *S. aureus*, *B. cereus*, *B. subtilis*, *L. monocytogenes*, *Candida albicans* e *Cryptococcus neoformans*, *Salmonella typhi*, *Vibrio species* e *Escherichia coli* (WIJEKOON et al., 2011; SUSANTI et al., 2013; ANZIAN et al., 2020; MARZLAN et al., 2020). O óleo essencial de inflorescência de *E. elatior* (EeIEO), se mostrou um bom deterrente de oviposição para o *A. aegypti* (BEZERRA-SILVA et al., 2016) e apresentou efeito antioxidante (KHOR et al., 2017).

Estas atividades dos extratos e óleos essenciais do bastão do imperador, podem estar associadas a variedade de constituintes biologicamente ativos presentes nos mesmos (ZOGHBI; ANDRADE, 2005). A composição química de extratos e óleos essenciais de *E. elatior* incluem, álcoois (dodecanol, 1-Hexadecanol), aldeídos (dodecanal, acetato de 1-tetradecila), ácidos (ácido dodecanóico, ácido tetradecanóico), terpenos (β -pineno e 1-dodeceno), taninos, flavonóides, saponinas, esteroides entre outros (ANZIAN et al., 2017; BEZERRA-SILVA et al., 2016; ZOGHBI; ANDRADE, 2005). Diante da variedade de compostos, as plantas aromáticas têm sido estudadas para o controle/combate de insetos pragas.

O *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Curculionidae), também conhecido como gorgulho do milho, é uma praga primária interna presente principalmente em regiões quentes e úmidas do mundo. Além disso, apresenta hábito cosmopolita, podendo atacar culturas, fruteiras, e produtos processados, sendo o milho sua preferência (BOTTON et al., 2005; NÖRNBERG et al., 2013; LORINI et al., 2015; SCOPEL et al., 2018).

Desse modo, o controle desses insetos é fator imprescindível para manter a quantidade e qualidade dos grãos. O ataque desses insetos, ocasionam deterioração nos grãos, reduzem o peso, valor nutricional e poder germinativo das sementes, desencadeando uma desvalorização comercial (BOTTON et al., 2005; LORINI et al., 2015). Estima-se que o *S. zeamais* seja responsável por grandes perdas dos grãos de milho, cerca de 15 a 40% no campo e no armazenamento e de 13 a 20% na etapa de processamento. Esses danos podem aumentar para pequenos produtores, podendo chegar a 90% (ABASS et al., 2014; NWOSU; ADEDIRE; OGUNWOLU, 2015; GARIBA; DZIDZIENYO; EZIAH, 2021; SSERUMAGA et al., 2021).

Além do prejuízo econômico, estas pragas estão associadas a segurança alimentar, visto que, atuam como agentes disseminadores fungos, ácaros e bactérias, que podem produzir compostos químicos que causem reações alérgicas nos seres humanos e animais domésticos (BARRA et al., 2013; HUBERT et al., 2018; MITINA; SELITSKAYA; SCHENIKOVA, 2020). Ademais, o uso de pesticidas sintéticos como os fumigantes a base de fosfina e inseticidas, incluindo piretróides e organofosforados, têm sido utilizados frequentemente para o controle desta praga, causando efeitos adversos como contaminação ambiental, residual e resistência de insetos (GONZALES CORREA et al., 2015; SANTOS et al., 2016; VÉLEZ et al., 2019).

Atualmente, a busca por alternativas mais seguras e viáveis passa por produtos botânicos. De modo geral, as plantas sintetizam inúmeros compostos orgânicos como estratégia de defesa. Alguns desses compostos já são utilizados como inseticidas, pois em sua maioria apresentam pouca ameaça à saúde

humana e ao meio ambiente (BRITO et al., 2021; CHAUDHARI et al., 2021; DE SOUZA et al., 2018; FREITAS et al., 2016).

Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a atividade inseticida do óleo essencial de inflorescências vermelhas de *E. elatior* e seus compostos majoritários (dodecanal e dodecanol) através de ensaios de contato e fumigação em adultos de *S. zeamais*. Além de analisar os parâmetros nutricionais e a atividade de enzimas digestivas (amilase) sob o efeito do óleo e dos compostos majoritários.

2. Material e métodos

2.1. Obtenção dos compostos

O dodecanal (NAL) e o n- dodecanol (NOL) utilizados neste trabalho, foram adquiridos da Sigma-Aldrich.

2.2. Material vegetal

As inflorescências de *E. elatior* (variação vermelha) foram adquiridas de um produtor local (Florix Flora Tropical, Recife, PE, Brazil). Uma amostra do material vegetal foi verificada por Jefferson Rodrigues Maciel (Jardim Botânico do Recife, Recife, PE, Brasil), e uma exsicata foi depositada no herbário do Jardim Botânico do Recife, com número de identificação J.R. MACIEL 1654.

2.3. Extração do óleo essencial das inflorescências de E. elatior (EeIEO)

O óleo essencial de *E. elatior* foi obtido a partir de 500 g de inflorescências (variação vermelha), devidamente trituradas e homogeneizadas com água destilada, utilizando a técnica de hidrodestilação em aparelho tipo Clevenger por

3 horas. O EeIEO, foi tratado com sulfato de sódio anidro P.A. e armazenado a -24 °C para a realização dos bioensaios e análise cromatográfica.

2.4. *Análise por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (CG-EM)*

A análise química dos constituintes do EeIEO foi feita através do CG-EM usando um sistema quadrupolo (5975C Series GC / MS - Agilent Technologies, Palo Alto, CA, EUA) equipado com uma coluna não polar (DB-5 Agilent J&W de 60 m × 0,25 mm, espessura do filme 0,25 µm). 1 µL da solução teste (EeIEO e hexano) e uma solução padrão de hidrocarbonetos C8 – C30 (Sigma – Aldrich, EUA), foram injetadas em uma divisão split 1:50, sendo a temperatura do equipamento mantida por 3 min a 60 °C, depois aumentada 2,5 °C por minuto até atingir 240 °C, sendo mantida por 10 min. Em relação ao gás de transporte (gás hélio), a pressão foi mantida a 100 kPa em fluxo constante de 1 mL/min. A interface da MS foi de 70 eV, na faixa de 20–350 m/z a 0,5 varredura/s (AUTTRAN et al., 2009).

2.5. *Identificação químicas do EeIEO*

Através do tempo de retenção de cada composto presente no óleo, do padrão de hidrocarbonetos e da combinação dos mesmos, foi calculado o índice de retenção (IR), seguindo a fórmula de Van den Dool e Kratz (DOOL; KRATZ, 1962). A identificação dos componentes do EeIEO, foi realizada através da similaridade dos valores do IR e comparação entre os espectros de massa encontrados nas bibliotecas de referência (MassFinder 4, NIST08 e Wiley Registry TM 9ª edição) (ADAMS, 2007). As áreas dos picos nos cromatogramas

foram integradas a fim de obter o sinal iônico total, estes valores foram utilizados para determinar a proporção relativa de cada composto.

2.6. *Insetos*

Sitophilus zeamais adultos, foram criados no Laboratório de Bioquímica de Proteínas da Universidade Federal de Pernambuco (autorização: nº 36301; do Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade - ICMBio). Os insetos foram mantidos em recipientes de vidro, com capacidade de 1 L e cobertos com TNT (tecido não tecido). Os grãos de milho utilizados na dieta destes insetos foram devidamente selecionados para serem livres de inseticidas e contaminação por insetos. As colônias foram mantidas em câmara BOD a 25 °C, umidade relativa de 70% e fotoperíodo 12:12. Os insetos provenientes desta criação foram utilizados para os ensaios.

2.7. *Ensaio inseticidas*

2.7.1. *Toxicidade por fumigação*

Soluções de EeIEO, NAL ou NOL, todas diluídas em acetona, foram preparadas para fornecer doses de 0,102 a 6,15 µL / L de ar. 20 µL de cada amostra, foram dispostas em papel filtro (4 cm de diâmetro), com espera de 30 s (tempo suficiente para evaporação do solvente no papel), 20 insetos adultos de *S. zeamais*, foram adicionados a um pote plástico (diâmetro: 4,5 cm; altura: 5,0 cm; volume: 80 mL), posteriormente os papeis filtro com as amostras foram fixados firmemente no lado interno da tampa do pote afim de formar uma câmara selada (CHU; LIU; LIU, 2010). Após 24 h, os insetos foram transferidos para outros recipientes, onde foram incubados (condições: 28 °C em BOD, por 7 dias). Os ensaios foram realizados em quadruplicata, e a taxa de mortalidade foi

avaliada após sete dias. Para o tratamento controle foi utilizado a acetona, seguindo os mesmos procedimentos.

2.7.2. *Toxicidade por contato*

Soluções com concentrações de: 16,6 a 996,0 µg/g do inseto, foram preparadas a partir da diluição do EeIEO, NAL ou NOL em acetona. 0,5 µL das soluções foi aplicada na região dorsal de insetos adultos. Em seguida, estes insetos foram transferidos de forma individual para potes plásticos (diâmetro: 4,5 cm; altura: 5,0 cm; volume: 80 mL). 20 insetos foram usados por pote, além disso os testes foram realizados em quadruplicata e a mortalidade foi avaliada após 7 dias. Para o tratamento controle, foi utilizado a acetona. Este ensaio foi realizado de acordo com o método de Liu e Ho (1999).

2.5.3. *Toxicidade por ingestão*

Para este ensaio, utilizou-se uma suspensão (2,0 g de trigo - Bunge Alimentos S.A., Benevides, Brasil e 5,0 mL de uma solução contendo EeIEO ou NAL ou NOL em acetona), as concentrações obtidas foram: 2,5; 5; 10; 20; 30 e 40 mg/g. Em uma placa de Petri (9 cm x 10 cm) 5 alíquotas de 200 µL de cada suspensão foram dispostas em discos, cada placa continha 5 discos. Estas placas, foram incubadas por 24 h a 37 °C. Ao final do tempo, as mesmas foram pesadas e em seguida adicionou-se 20 insetos adultos de *S. zeamais* (com massa conhecida) em cada placa. No tratamento controle, foi utilizado a farinha de trigo suspensa em acetona. Os ensaios foram avaliados após 7 dias e feitos em quadruplicata (condições: 28 °C em BOD). O ensaio de ingestão, foi realizado de acordo com uma adaptação do método de Xie et al. (1996), descrita por Napoleão et al. (2013).

A partir dos dados obtidos, foi possível calcular a taxa de mortalidade, os parâmetros nutricionais (Xie et al. 1996) e o índice de deterrência alimentar (FDI) (ISMAN et al., 1990). Os seguintes parâmetros nutricionais foram calculados: Taxa de consumo relativo = $C / (D \times \text{dias})$, em que C é a massa de alimento ingerido em mg e D corresponde à biomassa inicial do inseto em mg; Taxa relativa de ganho de biomassa = $E / (D \times \text{dias})$, em que E corresponde à biomassa adquirida/perdida pelos insetos em mg; Eficiência na conversão de alimentos ingeridos = $E / (C \times 100)$. Já o FDI, foi calculado da seguinte forma: $\text{FDI (\%)} = 100 \times [(D-E) / (D)]$, onde D é a massa ingerida pelos insetos no grupo controle e E é a massa ingerida pelos insetos no teste. A partir dos valores de FDI encontrados, foi possível classificar os tratamentos em: não-deterrente (FDI <20%), deterrente fraco ($50\% > \text{FDI} \geq 20\%$), deterrente moderado ($70\% > \text{FDI} \geq 50\%$) ou deterrente forte ($\text{IDE} \geq 70\%$) (LIU; GOH; HO, 2007).

2.5.4. *Preparações enzimáticas do intestino de adultos de S. zeamais*

Cinquenta insetos adultos de *S. zeamais* foram coletados e imobilizados a 4 °C por 10 min. O intestino de cada inseto foi dissecado manualmente e rapidamente homogeneizado utilizando 1 mL de uma solução tampão (Tris-HCl 0,1 M, pH 8,0, contendo 0,02 M de cloreto de cálcio). Os homogeneizados foram centrifugados a 9000 g por 15 min a 4 °C, os sobrenadantes que representam os extratos intestinais, foram coletados e avaliados quanto a atividade de enzimas. A preparação desses extratos foi seguindo a metodologia descrita por Napoleão et al. (2013).

2.8. *Análise estatística*

O desvio padrão (DP) e a diferença entre os grupos tratados foram calculados através do teste de Tukey de comparação múltipla, nível de significância de $p < 0,05$, foi utilizado o programa GraphPad Prism versão 4.0 para Windows (GraphPad Software, San Diego, California, USA). A CL_{50} e DL_{50} dos ensaios de fumigação e contato, respectivamente foram calculados usando a análise Probit com um intervalo de confiança de 95%, através do software StatPlus 2006 (AnalystSoft, Canada).

3. Resultados e discussão

3.1 Composição química do EeIEO

A análise de CG-EM resultou na identificação química de 23 compostos presentes no EeIEO. Sendo os constituintes majoritários, um aldeído (NAL - 58,31%), álcool (NOL - 20,33%) e sesquiterpeno (β -cariofileno - 4,21%). Outros compostos apareceram em quantidades entre 2 e 3%, são α -pineno (2,66%), n-decanal (2,52%), β -fareense (2,46%), enquanto os demais, apareceram em valores inferiores a 1,5%. Os resultados obtidos, estão qualitativamente de acordo com estudos anteriores. Bezerra-Silva e colaboradores (2016), relataram o NAL (49,37%) e NOL (31,53%). Da mesma forma, Zoghbi e Andrade, (2005), descreveram o NOL (42,5%) e NAL (14,5%).

Esta diferença quantitativa, pode estar relacionada a fatores como temperatura, sazonalidade, local, época da coleta, técnica de extração e tempo de secagem das inflorescências. Compostos pertencente a classe dos aldeídos e álcoois aparecem em maior proporção, quando o tempo de secagem é alto. O oposto é observado em compostos terpênicos (ZOGHBI; ANDRADE, 2005; PAULUS et al., 2013; BEZERRA-SILVA et al., 2016; ANZIAN et al., 2017).

3.2 Atividade Fumigante e por Contato

O EeIEO e seus constituintes NAL e NOL, mostraram-se tóxicos por fumigação e contato. Os resultados obtidos, sugerem que insetos de *S. zeamais* são mais sensíveis quando expostos ao NAL e EeIEO de forma fumigante. Insetos submetidos ao NOL, mostram ser mais suscetíveis por contato. O EeIEO, NAL e NOL promoveram toxicidade fumigante (Tabela 1) com CL_{50} de 0,83 (0,77-0,89); 0,51 (0,44-0,59) e 3,05 (2,81-3,29) $\mu\text{L/L}$ de ar, respectivamente. O efeito fumigante foi maior para o NAL, sendo seis vezes mais potente que o NOL. O EeIEO, mostrou resultado próximo ao aldeído. Este resultado, pode estar relacionado, a composição do óleo, visto que 58% de sua constituição é formada pelo NAL. Em relação a toxicidade por contato (Tabela 1), os valores de DL_{50} para o EeIEO, NAL e NOL foram de 476 (440 – 513); 348 (305 – 395) e 94,6 (86 – 103) $\mu\text{g/g}$ de inseto respectivamente. O NOL, apresentou maior efeito tóxico por contato e mais uma vez o EeIEO e NAL apresentaram valores semelhantes. Além disso, ao término dos experimentos, a taxa de mortalidade do controle (acetona) foi nula.

Tabela 1: Toxicidade por fumigação e contato do EeIEO, NAL e NOL

Tratamento	TOXICIDADE POR FUMIGAÇÃO			TOXICIDADE POR CONTATO		
	CL_{50} $\mu\text{L / L}$ de ar	χ^2	GL	DL_{50} $\mu\text{g / g}$ de inseto	χ^2	GL
EeIEO	0,83 (0,77-0,89)	1,15	8	476 (440 – 513)	1,16	11
NAL	0,51 (0,44-0,59)	1,47	6	348 (305 – 395)	0,8	7
NOL	3,05 (2,81-3,29)	1,40	10	94,6 (86 – 103)	0,99	11

χ^2 = Qui – quadrado, GL = Grau de liberdade

Uma série de estudos mostram OE e seus compostos, com potenciais inseticidas para o controle de pragas. Podendo agir pelas vias respiratória, onde ocorre a penetração destas substâncias voláteis através dos espiráculos, atuando no sistema nervoso dos insetos (efeito fumigante). Ou podem penetrar na epicutícula dos insetos onde irá atuar sobre as terminações nervosas (contato tópico) (LIRA et al., 2015; ROSA et al., 2019). Os OEs de *Stachys riederi* (QUAN; LIU; LIU, 2018), *Hypericum mexicanum*, *Hypericum juniperinum* e *Hypericum myricariifolium* (PATIÑO-BAYONA et al., 2021), *Cephalotaxus sinensis* (MA et al., 2020) conferiram atividade inseticida por fumigação e contato frente a *S. zeamais*. OE de *Cinnamomum cassia*, *Melaleuca alternifolia* e *Cananga odorata* (YANG; ISMAN; TAK, 2020) e apresentaram efeito tóxico fumigante em insetos adultos de *S. zeamais*. Já os OEs de *Murraya exótica* (LI et al., 2010), *Caryopteris incana* (SHA et al., 2011), *Laurelia sempervirens* (TORRES et al., 2014), *Croton pulegioides* (SANTOS et al., 2019) conferiram atividade por contato frente a praga do milho.

OE de *Croton rudolphianus* apresentou toxicidade por fumigação em adultos de *S. zeamais*, com $CL_{50} = 64 \mu\text{L} / \text{L}$ de ar. E por contato, apresentando CL_{50} de $70,64 \mu\text{L} / \text{mL}$ (RIBEIRO et al., 2020). Os constituintes majoritários deste OE também foram testados, conferindo efeitos tóxicos por contato, metil-chavicol ($LC_{50} = 76,12 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) e eugenol ($LC_{50} = 186,2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) (ZAIQ et al., 2018). OE de *Lippia javanica* apresentou toxicidade fumigante de $216 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ de ar frente a *S. zeamais*. Também foi analisado o efeito por contato do OE *L. javanica*, do perilaldeído e do linalol (principais constituintes) e uma mistura 1:1 entre esses compostos (CL_{50} de 6,22; 1,07; 1,82 e 0,85 mg/mL, respectivamente), onde a

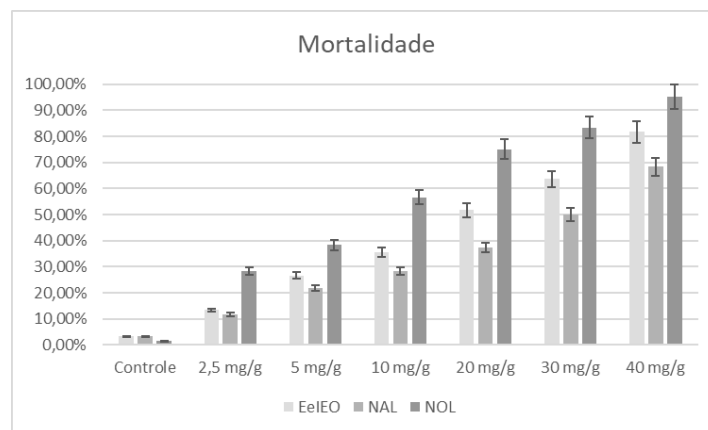
mistura dos compostos majoritários mostrou-se mais eficiente (KAMANULA et al., 2017).

OEs de plantas da família Zingiberaceae *Alpinia conchigera*, *Zingiber zerumbet*, *Curcuma zedoaria* e seus principais compostos: canfeno, cânfora, 1,8-cineol, α -humuleno, isoborneol, α -pineno, β -pineno e terpinen-4-ol também demonstraram efeitos tóxicos por fumigação. Sendo o OE da *A. conchigera* e os compostos 1,8-cineol e terpinen-4-ol, os que obtiveram melhor efeito com CL_{50} 85; 48 e 45 $\mu\text{L/L}$ no ar respectivamente (SUTHISUT; FIELDS; CHANDRAPATYA, 2011). O OE de *A. purpurata* também foi avaliado quanto sua toxicidade por fumigação (CL_{50} de 41,4 $\mu\text{L} / \text{L}$ de ar) e por contato, não apresentando efeito significantes frente a *S. zeamais* (LIRA et al., 2015). Oliveira e colaboradores (2018), testaram o OE de *Lippia sidoides* e seus compostos majoritários (timol e p -cimeno) frente a diferentes populações de *S. zeamais*, todas apresentaram efeito fumigante, sendo a população de Rio Branco – Acre, a mais susceptível com CL_{50} de 35,48 $\mu\text{L} / \text{L}$ de ar (OE); 65 $\mu\text{L} / \text{L}$ de ar (timol) e 1,24 $\mu\text{L} / \text{L}$ de ar (p -cimeno). A toxicidade por contato do OE de *Citrus sinensise* nove de seus constituintes químicos, foram avaliados contra *S. zeamais*. O OE apresentou $DL_{50} = 95,63 \mu\text{g} / \text{adulto}$ e dentre os compostos testados, o 3-careno apresentou a maior toxicidade por contato ($LD_{50} = 26,01 \mu\text{g} / \text{adulto}$) (OYEDEJI et al., 2020). Estes resultados, quando comparados aos encontrados no presente estudo, indicam o potencial fumigante, do EeIEO, NAL e NOL já que as CL_{50} encontradas foram menores. O EeIEO, NAL e NOL apresentaram efeito por contato, no entanto foram maiores do que os relatados na literatura.

3.3 Atividade por Ingestão

No presente estudo, foram avaliados os parâmetros nutricionais, índice de deterrência alimentar (FDI) e a sobrevivência de *S. zeamais* em dietas artificiais contendo EeIEO, NAL e NOL. Os parâmetros nutricionais dos insetos foram calculados após 7 dias de tratamento. Observou-se que a incorporação do EeIEO, NAL e NOL nas dietas interferiu em todos os parâmetros nutricionais dos insetos, induzindo a mortalidade (Figura 1) o que não foi observado no controle, havendo uma diferença significativa.

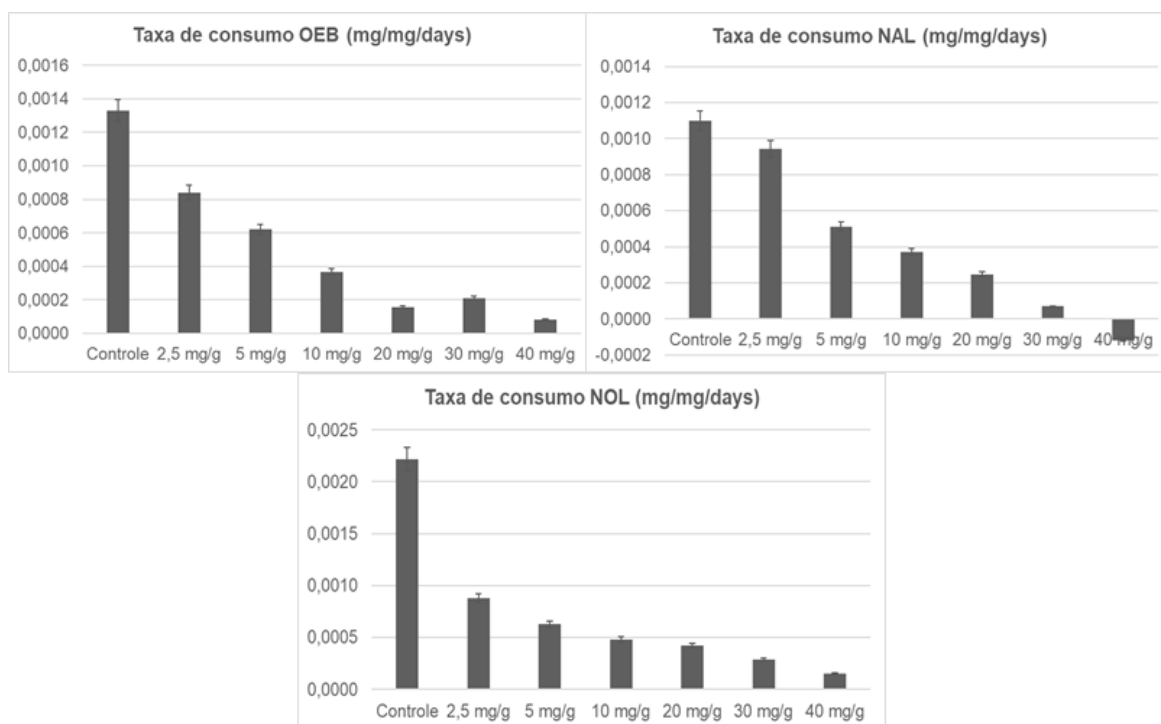
Figura 1. Taxa de mortalidade de *S. zeamais* em dietas artificiais contendo o EeIEO, NAL e NOL. O tratamento controle continha apenas farinha de trigo e acetona.



Fonte: A autora (2021)

A taxa de consumo relativo, apresentou uma redução nas três dietas testadas (Figura 2), quanto maior a concentração de EeIEO, NAL e NOL presente nas dietas, menor a taxa de consumo. O que indica, que os insetos ingeriram menos alimentos nas dietas artificiais do que na dieta controle.

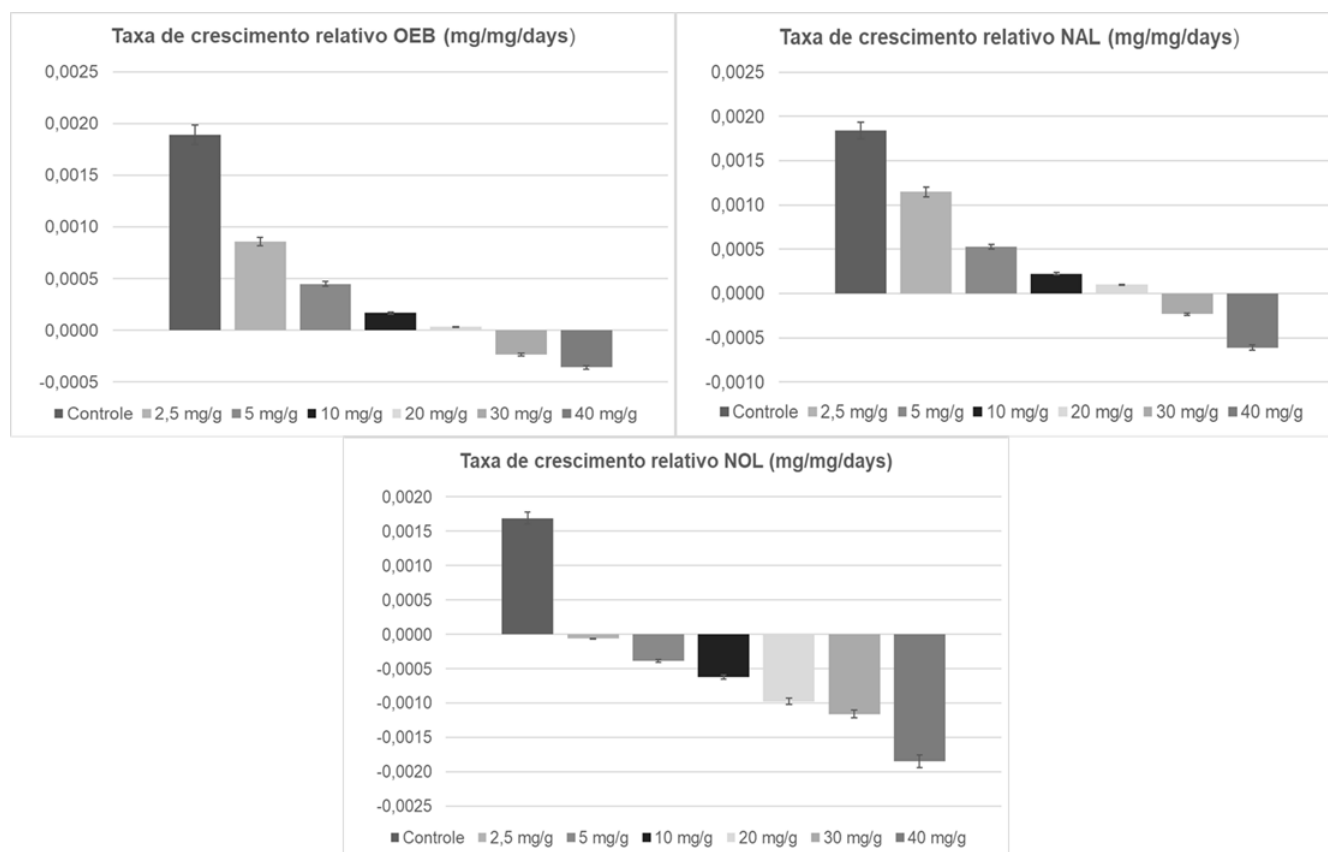
Figura 2. Parâmetros nutricionais de *S. zeamais* mantidos em dietas artificiais contendo EeIEO, NAL e NOL ou acetona no controle. Taxa de consumo relativo indica a quantidade de alimento consumido em mg por mg de peso corporal de inseto por dia.



Fonte: A autora (2021).

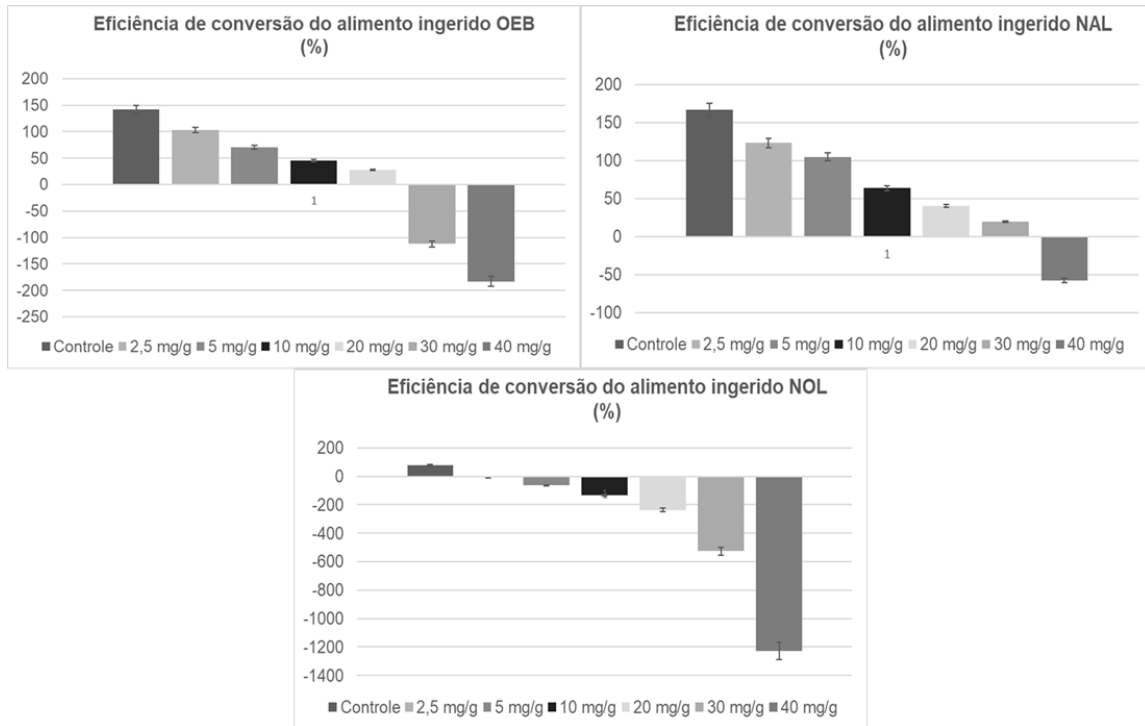
A variação da biomassa relativa (Figura 3) foi diminuindo conforme o aumento das concentrações em todas as dietas artificiais. Para todos os tratamentos com a dieta contendo o NOL, a taxa de biomassa foi negativa, revelando que o peso dos insetos foi menor. Além disso, os insetos submetidos aos três tipos de dietas artificiais tiveram dificuldade em incorporar o alimento ingerido (Figura 4). A eficiência na conversão dos alimentos ingeridos na dieta com o NOL foram todas negativas, indicando que os insetos precisaram metabolizar suas reservas de energia levando a uma perda de biomassa.

Figura 3: Parâmetros nutricionais de *S. zeamais* mantidos em dietas artificiais contendo EelEO, NAL e NOL ou acetona no controle. A taxa de crescimento relativo, indica a quantidade de biomassa em mg obtida diariamente por mg de peso corporal inicial.



Fonte: A autora (2021)

Figura 4: Parâmetros nutricionais de *S. zeamais* mantidos em dietas artificiais contendo EeEO, NAL e NOL ou acetona no controle. A taxa de crescimento relativo indica a quantidade de biomassa em mg obtida diariamente por mg de peso corporal inicial.



Fonte: A autora (2021)

O EeEO e NAL e NOL agiram como agentes de deterrência alimentar, apresentando efeito forte a partir da concentração de 20,0 mg/g. No entanto, este efeito foi observado no NOL desde a concentração de 5,0 mg/g. Esses resultados mostram que o óleo e seus constituintes majoritários apresentam toxicidade por ingestão. Tendo o EeEO e NAL efeitos parecidos na dieta dos insetos e sugerem que NOL é o agente aditivo que afeta a nutrição *S. zeamais*.

Outros trabalhos também relacionam o efeito de OE, compostos voláteis, extratos ou lectinas nas dietas de *S. zeamais*, a interferências nos parâmetros nutricionais destes insetos e FDI, podendo afetar a sobrevivência desses insetos (NAPOLEÃO et al., 2013; CAMAROTI et al., 2018; ROSA et al., 2019; ALBUQUERQUE et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2020). O OE das folhas de *C. rudolphianus* causou mortalidade em *S. zeamais*, devido à baixa eficiência na conversão de alimento ingerido e a dificuldade que este óleo gerou na

incorporação de nutrientes. Apesar de causar efeito na nutrição dos insetos, o óleo não apresentou qualquer efeito dissuasor na alimentação dos insetos testados (RIBEIRO et al., 2020). Já o óleo essencial de inflorescência de *A. purpurata*, não apresentou mortalidade e causou um fraco efeito dissuasor, mas interrompeu os parâmetros nutricionais de *S. zeamais*, uma vez que a taxa de ganho de biomassa e a conversão do alimento ingerido foram negativas ou próximas a zero (LIRA et al., 2015). Composto voláteis derivados de plantas como o eugenol, isoeugenol e metil eugenol, afetaram de forma negativa a nutrição de *S. zeamais*, desencadeando em uma maior mortalidade de (HUANG et al., 2002). O extrato etéreo do líquen *Ramalina complanata* e do composto ácido divaricático, também interferiram na conversão do alimento ingerido em biomassa, causando taxa moderada na sobrevivência dos insetos. Além disso, foi descrito efeito dissuasor forte para o extrato e moderado para o composto (DA SILVA et al., 2021).

4. Conclusões

Em conclusão, o EeIEO e NAL e NOL mostram-se como promissores agentes inseticidas para o manejo de *S. zeamais*. Uma vez que promoveram toxicidade por fumigação, contato e exerceram efeitos antinutricionais e forte efeito de deterrência alimentar, quando ingeridos pelos insetos. Além disso, o composto NOL, mostrou-se mais ativo do que o EeIEO e NAL.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, processos 422233/2018-8 (projeto de pesquisa) e 303404/2019-1 (bolsa pesquisador), a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e da Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco (FACEPE/ APQ- 0443-1.06/15) pela bolsa de pós-graduação.

Referências

ABASS, A. B. et al. Post-harvest food losses in a maize-based farming system of semi-arid savannah area of Tanzania. **Journal of Stored Products Research**, v. 57, n. January, p. 49–57, 2014.

ABDELWAHAB, S. I. et al. Chemical composition, antioxidant and antibacterial properties of the essential oils of *Etlingera elatior* and *Cinnamomum pubescens* Kochummen. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 90, n. 15, p. 2682–2688, 2010.

ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry**. 4^a ed. Carol Stream, IL: Allured Publishing Corporation, 2009.

ALBUQUERQUE, L. P. DE et al. Antinutritional effects of the chitin-binding lectin from *Microgramma vacciniifolia* rhizome (MvRL) on *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 88, 2020.

ANZIAN, A. et al. Antibacterial activity and metabolomics profiling of torch ginger (*Etlingera elatior* Jack) flower oil extracted using subcritical carbon dioxide (CO₂). **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2020, p. 1–8, 2020.

ANZIAN, A. BINTI et al. Chemical composition and antioxidant activity of Torch Ginger (*Etlingera elatior*) flower extract. **Food and Applied Bioscience Journal**, v. 5, p. 32–49, 2017.

AUTRAN, E. S. et al. Chemical composition, oviposition deterrent and larvicidal activities against *Aedes aegypti* of essential oils from *Piper marginatum* Jacq. (Piperaceae). **Bioresource Technology**, v. 100, n. 7, p. 2284–2288, 2009.

AZRI, F. A. et al. *Etlingera elatior*-Mediated Synthesis of Gold Nanoparticles and Their Application as Electrochemical Current Enhancer. **Molecules**, v. 24, n. 17, p. 3141, 2019.

BARRA, P. et al. Isolation and identification of entomopathogenic fungi and their

evaluation against *Tribolium confusum*, *Sitophilus zeamais*, and *Rhyzopertha dominica* in stored maize. **Journal of Pest Science**, v. 86, n. 2, p. 217–226, 2013.

BERNFELD, P. Amylases, α and β . In: **Methods in Enzymology**, v. 1, p. 149–158, 1955.

BEZERRA-SILVA, P. C. et al. Evaluation of the activity of the essential oil from an ornamental flower against *Aedes aegypti*: Electrophysiology, molecular dynamics and behavioral assays. **PLoS ONE**, v. 11, n. 2, p. 1–15, 2016.

BOTTON, M. et al. O gorgulho do milho *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) como praga em frutíferas de clima temperado. Circular técnica 58. Bento Gonçalves: **Embrapa**, 2005.

BRITO, V. D. et al. An alternative to reduce the use of the synthetic insecticide against the maize weevil *Sitophilus zeamais* through the synergistic action of *Pimenta racemosa* and *Citrus sinensis* essential oils with chlorpyrifos. **Journal of Pest Science**, v. 94, n. 2, p. 409–421, 28 mar. 2021.

CAMAROTI, J. R. S. L. et al. *Sitophilus zeamais* adults have survival and nutrition affected by *Schinus terebinthifolius* leaf extract and its lectin (SteLL). **Industrial Crops and Products**, v. 116, n. February, p. 81–89, 2018.

CHAN, E. W. C.; LIM, Y. Y.; OMAR, M. Antioxidant and antibacterial activity of leaves of *Etlingera* species (Zingiberaceae) in Peninsular Malaysia. **Food Chemistry**, v. 104, n. 4, p. 1586–1593, 2007.

CHAN, E. W. C.; LIM, Y. Y.; WONG, S. K. Phytochemistry and pharmacological properties of *Etlingera elatior*: A review. **Pharmacognosy Journal**, v. 3, n. 22, p. 6–10, 2011.

CHAUDHARI, A. K. et al. Essential oils and their bioactive compounds as eco-friendly novel green pesticides for management of storage insect pests: prospects and retrospects. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 28, n. 15, p. 18918–18940, 20 abr. 2021.

CHOON, S. Y.; DING, P. Growth Stages of Torch Ginger (*Etlingera elatior*) Plant. **Sains Malaysiana**, v. 45, n. 4, p. 507–515, 2016.

CHU, S. S.; LIU, Q. R.; LIU, Z. L. Insecticidal activity and chemical composition of the essential oil of *Artemisia vestita* from China against *Sitophilus zeamais*. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 38, n. 4, p. 489–492, 2010.

DA SILVA, A. S. et al. Insecticidal activity of the ether extract from the lichen *Ramalina complanata* and an isolated metabolite (divaricatic acid) against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera, Curculionidae). **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 35, p. 102049, ago. 2021.

DE SOUZA, T. DE A. et al. *Alpinia* Essential Oils and Their Major Components against *Rhodnius nasutus*, a Vector of Chagas Disease. **TheScientificWorldJournal**, v. 2018, p. 2393858, 2018.

DOOL, H. VAN DEN; KRATZ, P. DEC. A Generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition

chromatography. **J. Chromatog**, p. 463–471, 1962.

FREITAS, R. C. P. et al. Allyl isothiocyanate actions on populations of *Sitophilus zeamais* resistant to phosphine: Toxicity, emergence inhibition and repellency. **Journal of Stored Products Research**, v. 69, p. 257–264, 2016.

GARIBA, S. Y.; DZIDZIENYO, D. K.; EZIAH, V. Y. Assessment of four plant extracts as maize seed protectants against *Sitophilus zeamais* and *Prostephanus truncatus* in Ghana. **Cogent Food & Agriculture**, v. 7, n. 1, p. 1918426, 1 jan. 2021.

GONZALES CORREA, Y. D. C. et al. Locomotory and physiological responses induced by clove and cinnamon essential oils in the maize weevil *Sitophilus zeamais*. **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 125, n. October 2017, p. 31–37, 2015.

HUANG, Y. et al. Insecticidal properties of eugenol, isoeugenol and methyleugenol and their effects on nutrition of *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 38, n. 5, p. 403–412, 28 ago. 2002.

HUBERT, J. et al. Health Hazards Associated with Arthropod Infestation of Stored Products. **Annual Review of Entomology**, v. 63, p. 553–573, 2018.

ISMAN, M. B. et al. Insecticidal and antifeedant bioactivities of neem oils and their relationship to azadirachtin content. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 38, n. 6, p. 1406–1411, 1 jun. 1990.

KAMANULA, J. F. et al. Chemical variation and insecticidal activity of *Lippia javanica* (Burm. f.) Spreng essential oil against *Sitophilus zeamais* Motschulsky. **Industrial Crops and Products**, v. 110, p. 75–82, dez. 2017.

KHOR, P. Y. et al. Phytochemical, Antioxidant and Photo-Protective Activity Study of Bunga Kantan (*Etlingera elatior*) Essential Oil. **Journal of Applied Pharmaceutical Science**, v. 7, n. 8, p. 209–213, 2017.

KRAJARNG, A.; CHULASIRI, M.; WATANAPOKASIN, R. *Etlingera elatior* Extract promotes cell death in B16 melanoma cells via down-regulation of ERK and Akt signaling pathways. **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v. 17, n. 1, p. 415, 22 dez. 2017.

LI, W. Q. et al. Chemical composition and toxicity against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium castaneum* of the essential oil of *Murraya exotica* aerial parts. **Molecules**, v. 15, n. 8, p. 5831–5839, 2010.

LIRA, D. et al. Evaluation of the toxicity of essential oil from *Alpinia purpurata* in fl orescences to *Sitophilus zeamais* (maize weevil). **Crop Protection journal**, v. 71, p. 95–100, 2015.

LIU, Z. L.; GOH, S. H.; HO, S. H. Screening of Chinese medicinal herbs for bioactivity against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Stored Products Research**, v. 43, n. 3, p. 290–296, 2007.

LIU, Z. L.; HO, S. H. Bioactivity of the essential oil extracted from *Evodia*

rutaecarpa Hook f. et Thomas against the grain storage insects, *Sitophilus zeamais* Motsch. and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Stored Products Research**, v. 35, n. 4, p. 317–328, out. 1999.

LORINI, I. et al. Manejo Integrado de Pragas de Grãos e Sementes Armazenadas. **Embrapa**, p. 1–67, 2015.

MA, S. et al. Insecticidal activity of essential oil from *Cephalotaxus sinensis* and its main components against various agricultural pests. **Industrial Crops and Products**, v. 150, n. February, p. 112403, 2020.

MARZLAN, A. A. et al. Optimized supercritical CO₂ extraction conditions on yield and quality of torch ginger (*Etlingera elatior* (Jack) R. M. Smith) inflorescence essential oil Department of Food Technology, Faculty of Food Science and Technology, Universiti Putra Mala. 2020.

MITINA, G. V.; SELITSKAYA, O. G.; SCHENIKOVA, A. V. Effect of Volatile Compounds of the Entomopathogenic Fungi *Beauveria bassiana* (Bals.-Criv.) Vuill. and *Lecanicillium muscarium* R. Zare et W. Gams on the Behavior of *Sitophilus granarius* (L.) (Coleoptera, Dryophthoridae) and Evaluation of the Virulence of . **Entomological Review**, v. 100, n. 4, p. 456–462, 25 jul. 2020.

NAPOLEÃO, T. H. et al. Deleterious effects of Myracrodruon urundeuva leaf extract and lectin on the maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Coleoptera, Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 54, p. 26–33, 2013.

NOR, A. M. et al. Evaluation of antidiabetic activities of *Etlingera elatior* flower aqueous extract in vitro and in vivo. **Journal of Applied Pharmaceutical Science**, v. 10, n. 8, p. 43–51, 4 ago. 2020.

NÖRNBERG, S. D. et al. Population dynamics and distribution of *Sitophilus zeamais* in peach and apple orchards. **Pesquisa Agropecuaria Brasileira**, v. 48, n. 4, p. 358–364, 2013.

NURUL, S. D. et al. In vitro Antibacterial Properties of *Etlingera elatior* Flower Extracts against Acne-Inducing Bacteria: *Propionibacterium acnes* and *Staphylococcus aureus*. **IJUM Medical Journal Malaysia**, v. 18, n. 3, p. 128–135, 2019.

NWOSU, L. C.; ADEDIRE, C. O.; OGUNWOLU, E. O. Feeding site preference of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) on maize grain. **International Journal of Tropical Insect Science**, v. 35, n. 2, p. 62–68, 2015.

OLIVEIRA, A. P. et al. Essential oil of *Lippia sidoides* and its major compound thymol: Toxicity and walking response of populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Crop Protection**, v. 112, p. 33–38, out. 2018.

OLIVEIRA, A. P. S. DE et al. Evaluation of the insecticidal activity of *Moringa oleifera* seed extract and lectin (WSMoL) against *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 87, 2020.

OYEDEJI, A. O. et al. Insecticidal and biochemical activity of essential oil from *Citrus sinensis* peel and constituents on *Callosobruchus maculatus* and *Sitophilus zeamais*. **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 168, p.

104643, set. 2020.

PATÍÑO-BAYONA, W. R. et al. Essential oils of three *Hypericum* species from colombia: Chemical composition, insecticidal and repellent activity against *Sitophilus zeamais* motsch. (coleoptera: Curculionidae). **Records of Natural Products**, v. 15, n. 2, p. 111–121, 2021.

PAULUS, D. et al. Teor e composição química de óleo essencial de Cidró em função da sazonalidade e horário de colheita. **Horticultura Brasileira**, v. 31, n. 2, p. 203–209, 2013.

PUNNAWICH, Y. et al. Antifungal effects of Thai medicinal plants against *Collectotrichum gloeosporioides* Penz. **Philippine Agricultural Scientist**, v. 92, n. 3, p. 265–270, 2009.

QUAN, M.; LIU, Q. Z.; LIU, Z. L. Identification of insecticidal constituents from the essential oil from the aerial parts *Stachys riederi* var. Japonica. **Molecules**, v. 23, n. 5, 2018.

RIBEIRO, I. A. T. DE A. et al. Chemical characterization and insecticidal effect against *Sitophilus zeamais* (maize weevil) of essential oil from *Croton rudolphianus* leaves. **Crop Protection**, v. 129, 2020.

ROSA, J. S. et al. Bioactivity of some Apiaceae essential oils and their constituents against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Bulletin of Entomological Research**, 2019.

SAHIDIN, I. et al. Antibacterial and radical scavenger activities of extract and compounds of Wualae (*Etlíngera elatior*) stems from Southeast Sulawesi. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 546, n. 6, p. 0–6, 2019.

SANTOS et al. Insecticidal activity of Tagetes sp. on *Sitophilus zeamais* Mots. **International Journal of Environmental & Agriculture Research**, v. 2, n. 4, p. 31–38, 2016.

SANTOS, P. É. M. DOS et al. Contact toxicity of essential oil of *Croton pulegioides* baill on *Sitophilus zeamais* motschulsky. **Revista Caatinga**, v. 32, n. 2, p. 329–335, 2019.

SCOPEL, W. et al. Bioatividade de macerados de Anthemis sp., *Coriandrum sativum* e *Piper nigrum* contra *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Evidência - Ciência e Biotecnologia**, v. 18, n. 1, p. 95–109, 2018.

SHA, S. C. et al. Chemical composition and toxic activity of essential oil of *Caryopteris incana* against *Sitophilus zeamais*. **African Journal of Biotechnology**, v. 10, n. 42, p. 8416–8480, 2011.

SSERUMAGA, J. P. et al. Evaluation of early-generation tropical maize testcrosses for grain-yield potential and weevil (*Sitophilus zeamais* Motschulsky) resistance. **Crop Protection**, v. 139, 2021.

SUSANTI, D. et al. Antimicrobial Activity and Chemical Composition of Essential Oil of Malaysian *Etlíngera elatior* (Jack) R.M. Smith Flowers. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 16, n. 2, p. 294–299, 2013.

SUTHISUT, D.; FIELDS, P. G.; CHANDRAPATYA, A. Contact toxicity, feeding reduction, and repellency of essential oils from three plants from the Ginger family (Zingiberaceae) and their major components against *Sitophilus zeamais* and *tribolium castaneum*. **Journal of Economic Entomology**, v. 104, n. 4, p. 1445–1454, 2011.

TORRES, C. et al. Insecticidal activity of laurelia sempervirens (Ruiz & pav.) tul. essential oil against *Sitophilus zeamais* motschulsky. **Chilean Journal of Agricultural Research**, v. 74, n. 4, p. 421–426, 2014.

VÉLEZ, M. et al. Walking activity and dispersal on deltamethrin- and spinosad-treated grains by the maize weevil *Sitophilus zeamais*. **Crop Protection**, v. 118, p. 50–56, abr. 2019.

WAHYUNI, W. et al. Antibacterial and antioxidant potentials of methanol extract and secondary metabolites from Wualae rhizome (*Etlingera elatior*). **Current Research on Biosciences and Biotechnology**, v. 1, n. 1, p. 13–16, 2019.

WIJEKOON, J. O. et al. Evaluation of nutritional quality of torch ginger (*Etlingera elatior* Jack.) inflorescence. **International Food Research Journal**, v. 18, n. 4, p. 1415–1420, 2011.

WIJEKOON, M. M. J. O. et al. Chemical Composition and Antimicrobial Activity of Essential Oil and Solvent Extracts of Torch Ginger Inflorescence (*Etlingera elatior* Jack.). **International Journal of Food Properties**, v. 16, n. 6, p. 1200–1210, 18 ago. 2013.

XIE, Y.; BODNARYK, R.; FIELDS, P. Insects . Eight species of insects were tested in this study: the rice weevil - *Sitophilus oryzae*. **The Canadian Entomology**, v. 128, n. 1621, p. 865–875, 1996.

YANG, Y.; ISMAN, M. B.; TAK, J.-H. Insecticidal Activity of 28 Essential Oils and a Commercial Product Containing *Cinnamomum cassia* Bark Essential Oil against *Sitophilus zeamais* Motschulsky. **Insects**, v. 11, n. 8, p. 474, 2020.

ZAIO, Y. P. et al. Cinnamaldehyde and related phenylpropanoids, natural repellents, and insecticides against *Sitophilus zeamais* (Motsch.). A chemical structure-bioactivity relationship. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, 2018.

ZOGHBI, M. D. G. B.; ANDRADE, E. H. A. Volatiles of the *Etlingera elatior* (Jack) R. M. Sm. and Zingiber spectabile Griff.: Two Zingiberaceae Cultivated in the Amazon. **Journal of Essential Oil Research**, v. 17, n. 2, p. 209–211, 2005.

5 ARTIGO 2- ATIVIDADES OVICIDA E PUPICIDA DE COMPOSTOS PRESENTES EM PLANTAS ORNAMENTAIS DO NORDESTE BRASILEIRO (*ALPINIA PURPURATAE* *ETLINGERA ELATIOR*) CONTRA *AEDES AEGYPTI*

Camila Soledade de Lira Pimentel^a, Bheatriz Nunes de Lima Albuquerque^a, Suyana Karolyne Lino da Rocha^a, Patrícia Cristina Bezerra-Silva^a; Kamilla Andrade Dutra^a, Patrícia Maria Guedes Paiva^b, Thiago Henrique Napoleão^b, Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro^a

^a*Departamento de Química Fundamental, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brazil.*

^b*Departamento de Bioquímica, Centro de Biociências, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brazil.*

RESUMO

Compostos derivados de óleos essenciais com bioatividade verificadas têm sido amplamente estudados a fim de serem empregados na contenção do mosquito *Aedes aegypti*, importante transmissor de arboviroses. Os óleos essenciais de *Etlíngera elatior* e *Alpinia purpurata* mostraram-se ativos contra larvas desse mosquito, levando isso em consideração, o objetivo desse trabalho foi verificar a atividade inseticida dos compostos dodecanol, dodecanal, α -pineno e β -pineno, presentes nesses óleos essenciais, em outras fases aquáticas de desenvolvimento do mosquito, como ovo e pupa. Para realização do teste ovicida e pupicida, cerca de 50 ovos ou 20 pupas foram colocados em solução de diferentes concentrações dos compostos e a taxa de eclosão (para ovos) e emergência de adultos (para pupas) foi avaliada em 24, 48h para ovicida e adicionalmente 72h e 96h para pupicida. Resultados preliminares indicam que o dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno são capazes de inibir a eclosão de larvas em concentrações de 200-1000ppm, com inibição chegando a 100% a partir de 800ppm. Os componentes dodecanol e dodecanal também apresentaram mortalidade para pupas, impedindo a emergência de mosquitos

nas máximas concentrações testadas, tendo melhores resultados, o dodecanol, que obteve 100% de mortalidade em apenas 10 ppm. Em conclusão, dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno vêm se mostrando uma alternativa para o controle de populações de *A. aegypti*, em todos os seus estágios aquáticos.

Palavras-chave: *Alpinia purpurata*, *Etlingeria elatior*, dodecanol, dodecanal, α -pineno, β -pineno e *A. aegypti*

1. Introdução

Dentre as famílias botânicas amplamente estudadas em pesquisas a fim de se obterem compostos com atividade biológica destaca-se a família Zingiberaceae que engloba mais de 1.500 espécies distribuídas em 53 gêneros e que podem ser encontrados principalmente em regiões tropicais (Lamb et al. 2013; Dias; Moares, 2014; Mbadiko et al., 2020).

Etlingera spp. e *Alpinia* spp. são exemplos de gêneros de plantas pertencentes a esta família, que além de serem evidenciadas como plantas ornamentais são também utilizadas na culinária e medicina popular em regiões asiáticas. Os dois gêneros juntos somam mais de 400 espécies, das quais podem ser obtidos extratos e óleos essenciais com propriedades antioxidante, citotóxica, antiproliferativa, além das atividades biológicas habituais antimicrobiana, antifúngica e inseticida (Chan et al. 2011, Santos et al. 2012, Ghasemzadeh et al. 2015, Rajeswary et al., 2018; Lacerda et al., 2020; Zhang et al., 2020; Ying et al., 2021).

Produtos obtidos de espécies botânicas são considerados como métodos de controle biológico para conter vetores de doenças, de acordo com “Handbook Integrated Vector Management” elaborado pela Organização Mundial da Saúde (OMS). O inseto adulto *Aedes (Stegomyia) aegypti* L. é o vetor das arboviroses Dengue, Chikungunya e Zika, que no ano de 2020 no Brasil, juntas, proporcionaram 1.056.950 casos prováveis. O controle integrado desse mosquito hoje é a opção de contenção dessas doenças no país e no mundo (OMS 2012, Kittayapong et al., 2019; Ministério da Saúde 2020). As fases aquáticas do mosquito (ovo, larva e pupa) são mais fáceis de controlar do que a fase adulta (que são aéreas, o que dificulta sua localização nos espaços) pois

elas são confinadas a corpos d'água (Kahamba et al., 2020; Nikam, 2021). Assim sendo os óleos essenciais das espécies *Etlintera elatior* e *Alpinia purpurata* são conhecidas na literatura por atuarem como larvicidas do mosquito *A. aegypti* de acordo com Santos et al. (2012) e Silva et al. (2013), respectivamente (Funasa 2001, OMS 2012).

Os óleos essenciais dessas espécies de plantas têm em sua composição química, em concentrações majoritárias, os constituintes dodecanal e dodecanol e que são um aldeído e um álcool, respectivamente para *E. elatior* e os monoterpenos β -pineno e α -pineno para *A. purpurata*, ambos os constituintes também tem sua atividade larvicida para o *A. aegypti* descritas na literatura, sendo o dodecanal e o dodecanol os indicados como responsáveis por essa atividade no óleo essencial de *E. elatior* (Santos et al. 2012, Silva et al. 2013, Silva et al. 2016).

Esses resultados sugerem que os compostos encontrados nos óleos essenciais de *E. elatior* e *A. purpurata* podem apresentar atividade para as outras fases aquáticas do mosquito, levando isso em consideração, o objetivo desse trabalho foi verificar a atividade ovicida e pupicida dos compostos dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno a fim de interromperem as fases de desenvolvimento de ovo e pupa para o mosquito *A. aegypti*.

2. Material e métodos

2.1. *Aedes aegypti*

Os ovos e pupas utilizados na pesquisa são provenientes da criação de *A. aegypti* condicionada no insetário do laboratório de Ecologia Química da Universidade Federal de Pernambuco sob condições de $28 \pm 1^\circ\text{C}$, $70 \pm 5\%$ de

umidade relativa e fotoperíodo de 14C:10E. Os mosquitos adultos foram mantidos em gaiolas com uma solução de sacarose a 10%, e as fêmeas foram também alimentadas com sangue de pombos a fim de se tornarem aptas para postura. A postura é feita em copos de vidro contendo água destilada e papel de filtro como substrato. As larvas foram criadas em bandejas plásticas e alimentadas com uma dieta de ração comercial para gatos até alcançarem a fase de pupa.

2.2. Produtos químicos

O dodecanal (pureza $\geq 95\%$), n- dodecanol (pureza $\geq 98\%$), β -pineno (pureza $\geq 99\%$) e α -pineno (pureza $\geq 98\%$) utilizados nos ensaios, foram adquiridos da Sigma-Aldrich (Reino Unido).

2.3. Ensaio ovicida

Para o ensaio ovicida, papéis de filtro contendo 50 ovos (selecionados com o auxílio de um estereomicroscópio considerando sua integridade) foram colocados em 50 mL de soluções de diferentes concentrações do dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno (200, 400, 600, 800 e 1000 ppm) em Tween 80 (dodecanal e dodecanol) e acetona (β -pineno e α -pineno). Os ensaios foram realizados para cada concentração de cada produto químico em triplicata. Para cada ensaio um controle negativo foi preparado com água destilada contendo a mesma quantidade do cossolvente (Tween 80 ou acetona) utilizado na solução. A taxa de eclosão foi avaliada em 24 e 48h do início do ensaio. O efeito ovicida foi considerado a partir do número de larvas que eclodiram após esse período (adaptado de Reagan et al., 2014; Fernandes et al., 2020).

2.4. Ensaio pupicida

Vinte pupas foram condicionadas em 20 mL de soluções de diferentes concentrações do dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno (1, 5, 10, 50, 100 e 200 ppm) em copinhos de plástico descartáveis (50 mL). Os ensaios foram realizados para cada concentração de cada produto químico em triplicata e para cada ensaio um controle negativo foi preparado com água destilada contendo a mesma quantidade do co-solvente, podendo ser Tween 80 (dodecanal e dodecanol) ou acetona (β -pineno e α -pineno) utilizado na solução. A emergência de adultos ou a mortalidade das pupas foram avaliadas em 24, 48h, 72h e 96h após o início do ensaio (adaptado de Murugan et al., 2012).

3. Resultados e discussão

Os resultados preliminares do ensaio ovicida indicam que os compostos dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno são capazes de inibir a eclosão das larvas de *A. aegypti* em concentrações progressivas de 200 a 1000 ppm alcançando uma inibição de 100%, já na concentração de 800 ppm para dodecanal e dodecanol, este último inibe 96% em 600 ppm (tabela 1). Ao mesmo tempo que nos monoterpenos β -pineno e α -pineno na concentração de 1000 ppm alcançam uma mortalidade de 90 e 75,3% respectivamente (tabela 1).

Tabela 1. Taxa de inibição para o ensaio ovicida de *A. aegypti*, com os compostos dodecanal, dodecanol e β -pineno e α -pineno.

Concentração (ppm)	Taxa de inibição (%)			
	dodecanal	dodecanol	β - pineno	α -pineno

Controle	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00
200	10,70 ± 0,01	70,00 ± 0,02	0,07 ± 0,01	0,00 ± 0,00
400	30,00 ± 0,03	90,0 ± 0,00	18,10 ± 0,00	6,00 ± 0,02
600	80,00 ± 0,02	96,00 ± 0,02	58,00 ± 0,02	28,67 ± 0,01
800	100,00 ± 0,00	100,00 ± 0,00	80,70 ± 0,01	60,00 ± 0,02
1000	100,00 ± 0,00	100,00 ± 0,00	90,00 ± 0,02	75,33 ± 0,01

Já nos resultados preliminares do ensaio pupicida, os compostos dodecanal e dodecanol também apresentaram mortalidade para as pupas de *A. aegypti*, impedindo 100% da emergência de mosquitos nas concentrações 50 a 200 ppm, sendo que o dodecanol alcança essa mortalidade a partir da concentração de 10 ppm (tabela 2). Ao mesmo tempo que os monoterpenos β -pineno e α -pineno alcançam as mortalidades de 81,6 e 65%, respectivamente, na concentração de 200 ppm (tabela 2).

Tabela 2. Taxa de inibição para o ensaio pupicida de *A. aegypti*, com os compostos dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno.

Concentração (ppm)	Taxa de inibição (%)			
	dodecanal	dodecanol	β -pineno	α -pineno
Controle	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00
5	5,1 ± 0,00	15,0 ± 0,05	0,00 ± 0,00	0,00 ± 0,00
10	25,4 ± 0,01	100,0 ± 0,00	11,7 ± 0,03	5,00 ± 0,00
50	100,0 ± 0,00	100,0 ± 0,00	30,0 ± 0,05	13,33 ± 0,00
100	100,0 ± 0,00	100,0 ± 0,00	53,3 ± 0,06	30,0 ± 0,10
200	100,0 ± 0,00	100,0 ± 0,00	81,6 ± 0,03	65,0 ± 0,09

Os óleos essenciais obtidos a partir das inflorescências de *A. purpurata* e *E. elatior* têm suas atividades larvicidas para o *A. aegypti* descritas na literatura, as quais apresentam, para variedade vermelha e rosa de *A. purpurata* concentrações letais capazes de matar 50% (CL₅₀) das larvas em 80,7 e 71,5 ppm respectivamente, ao mesmo tempo que a *E. elatior* nas variedades vermelha (33,47 ppm); rosa (42,22 ppm) e porcelana (26,62 ppm), sendo então considerados óleos essenciais ativos e altamente ativos para as espécies de *A. purpurata* e *E. elatior*, nesta ordem, de acordo com a classificação de Cheng et al. (2003) que determina produtos naturais larvicidas com CL₅₀<100 ppm ativos, e aqueles com CL₅₀<50 ppm altamente ativos (Santos et al. 2012, Silva et al. 2013).

De acordo com Silva et al. (2013) os compostos dodecanal e o dodecanol são os indicados como responsáveis por essa atividade nos óleos essenciais das três variedades de *E. elatior* uma vez que esses compostos, sozinhos, apresentam uma CL₅₀ para as larvas de *A. aegypti* de 50,88 e 7,76 ppm, respectivamente. O que não acontece para os óleos essenciais das variedades vermelha e rosa de *A. purpurata* em que Santos et al. (2012) sugerem uma CL₅₀ para os compostos α -pineno e β -pineno acima de 100 ppm, indicando que o potencial ativo desses óleos está relacionado ao sinergismo entre os compostos. Mas vale salientar que resultados variáveis para atividade larvicida contra *A. aegypti* podem acontecer, é o que demonstram as CL₅₀ de α -pineno e β -pineno de 15,4 e 27,69 ppm, verificadas por Lucia et al. (2007) e Govindarajan (2010) respectivamente, o que pode ser justificado em decorrência de diferentes métodos de ensaio, levando em consideração as condições de temperatura, umidade e fotoperíodo nos laboratórios, além dos materiais e metodologias

experimentais, para isso a Organização Mundial da Saúde indica a padronização dos bioensaios e sendo assim possível a sua comparação (OMS 2009b, Dias 2014).

Resultados assim estimulam a linha de pesquisa de produtos naturais, abrindo margem para novos achados, como é o caso dos ensaios para atividade ovicida e pupicida presentes neste trabalho, dando continuidade as atividades frente a outras fases aquáticas do *A. aegypti*, em que os compostos dodecanol e dodecanal apresentaram mortalidade para pupas, impedindo a emergência de mosquitos em concentrações próximas a CL_{50} dos mesmos contra as larvas, tendo melhores resultados com o dodecanol, que obteve 100% de mortalidade em apenas 10ppm.

Vale salientar que as fases de larva e pupa são encontradas em ambientes aquáticos e essas em sítios de oviposição, onde também são colocados os ovos. Sendo assim outro ponto que deve ser levado em consideração na busca por compostos para inibir a eclosão das larvas e/ou impedir a emergência do adulto é a capacidade de utilização desses compostos em sítios de oviposição que é o que pode se verificar para os óleos essenciais de *A. purpurata* e *E. elatior*, que são descritos na literatura atuando no impedimento da postura dos ovos feita pelas fêmeas de *A. aegypti*, em 70% para *A. purpurata* e acima de 80% para *E. elatior* na concentração de 100 ppm, e ainda de acordo com Silva et al. (2016) os responsáveis por essa ação no óleo de *E. elatior* são os compostos dodecanal e dodecanol que impediram 71, 5 e 76,1% da oviposição das fêmeas de *A. aegypti* na concentração de 50 ppm, respectivamente (Peréz et al. 2007, Marina et al. 2011, Santos et al. 2012, Silva et al. 2016, Fiocruz 2018).

O ovo do mosquito *A. aegypti* é a fase mais resistente do ciclo de vida desse inseto pois podem se manter em condições adversas permitindo a sobrevivência prolongada dessa espécie. As altas concentrações de 800 e 1000 ppm verificadas para causar a inibição da eclosão das larvas para os compostos dodecanol, dodecanal e β -pineno podem ser justificadas devido ao ovo ser formado por três camadas, a primeira mais externa, é o exocório que é fino e transparente; a segunda localizada logo abaixo, é o endocório constituído por quitina, essa região é resistente a tensão e é insolúvel em água e pôr fim a terceira que é a mais interna das camadas, é encontrada a membrana vitelina que envolve o embrião, dificultando assim a ação dos compostos em menores concentrações (Consoli & Oliveira 1998, Silva e Silva, 1999, Pereira et al. 2006).

Contudo a presente pesquisa com o dodecanal, dodecanol, β -pineno e α -pineno verifica a capacidade de interrupção do ciclo de vida do mosquito *A. aegypti* a partir desses compostos, sugerindo que esses constituintes possam ser aliados na busca pelo controle deste inseto. A continuidade desta pesquisa é importante para fornecer mais informações, acerca do uso de compostos voláteis que possam agir em mais de uma fase no ciclo de vida do *A. aegypti*, aumentando a possibilidade de controle deste inseto.

Referências bibliográficas

- Bezerra-Silva, P. C.; Dutra, K. A.; Santos, G. K. N.; Silva, R. C. S.; Iulek, J.; Milet-Pinheiro, P.; Navarro, D. M. A. F. Evaluation of the Activity of the Essential Oil from an Ornamental Flower against *Aedes aegypti*: Electrophysiology, Molecular Dynamics and Behavioral Assays. PLoS ONE 11(2): e0150008. doi:10.1371/journal.pone.0150008.
- Chan, E. W. C.; Lim, Y. Y.; Wong, S.K. Phytochemistry and Pharmacological Properties of *Etlingera elatior*: A Review. Pharmacognosy Journal, v. 3, p. 6-10, 2011. DOI: 10.5530/pj.2011.22.2.

Cheng, S. S.; Chang, H. T.; Chang, S. T.; Tsai, K. H.; Chen, W. J. Bioactivity of selected plant essential oils against the yellow fever mosquito *Aedes aegypti* larvae. *Bioresource Technology*, v. 89, p. 99–102, 2003. DOI: 10.1016/S0960-8524(03)00008-7.

Consoli, R.A.G.B. & Oliveira R.L. Principais Mosquitos de Importância Sanitária no Brasil. Rio de Janeiro: Editora FIOCRUZ, 1998. 228p.

Dias, C. N.; Moraes, D. F. C. Essential oils and their compounds as *Aedes aegypti* L. (Diptera: Culicidae) larvicides: review. *Parasitology Research*, v. 113, p. 565–592, 2014. DOI 10.1007/s00436-013-3687-6.

Fernandes, D. A.; Rique, H. L.; Oliveira, L. H. G.; Santos, W. G. S.; Souza, M. F. V.; Nunes, F. C. Ovicidal, pupicidal, adulticidal, and repellent activity of *Helicteres velutina* K. Schum against *Aedes aegypti* L. (Diptera: Culicidae). *Brazilian Journal of Veterinary Medicine*, v. 43, 2021. DOI:10.29374/2527-2179.bjvm112120

FUNASA. Dengue instruções para pessoal de combate ao vetor: manual de normas técnicas. 3 ed. ed. Brasília: Ministério da Saúde: Fundação Nacional de Saúde, p. 84. 2001.

Ghasemzadeh, A.; Jaafar, H. Z. E.; Rahmat, A.; Ashkani, S. Secondary metabolites constituents and antioxidant, anticancer and antibacterial activities of *Etlingeria elatior* (Jack) R.M.Sm grown in different locations of Malaysia. *BioMedCentral Complementary and Alternative Medicine*, v. 15. 2015. DOI 10.1186/s12906-015-0838-6.

Govindarajan, M. Chemical composition and larvicidal activity of leaf essential oil from *Clausena anisata* (Willd.) Hook. f. ex Benth (Rutaceae) against three mosquito species. *Asian Pacific Journal of Tropical Medicine*, v. 3, p. 874-877, 2010, DOI:10.1016/S1995-7645(10)60210-6.

Kittayapong. P.; Ninphanomchai, S.; Limohpasmanee, W.; Chansang, C.; Chansang, U.; Mongkalagoon, P. Combined sterile insect technique and incompatible insect technique: The first proof-of-concept to suppress *Aedes aegypti* vector populations in semi-rural settings in Thailand. *PLoS Negl Trop Dis*, 2019. DOI: 10.1371/journal.pntd.0007771

Lacerda, C. F.; de Oliveira, E. V.; Neves, A. L. R.; . Gheyi, H. R.; Bezerra M. A.; Costa, C. A. G. Morphophysiological responses and mechanisms of salt tolerance in four ornamental perennial species under tropical climate. *Rev. Bras. Eng. Agríc. Ambient.*, v. 24, n. 10, p. 656 -663, 2020. DOI: 10.1590/1807-1929/agriambi.v24n10p656-663

Lamb, A.; Gobilik, J.; Ardiyani, M.; Poulsen, A. D. A Guide to Gingers of Borneo. NaturalHistory Publications (Borneo), Kota, Kinabalu, 2013.

Lengbiye, E. M.; Mbadiko, C. M.; Falanga, C. M.; Matondo, A.; Inkoto, C. L.; Ngoyi, E. M.; Kabengele, C. N.; Bongo, G. N.; Gbolo, B. Z.; Kilembe, J. T.; Domaine T. Mwanangombo2, Damien S. T. Tshibangu2, Tshilanda, D. D.,.

Mihigo, S. O.; Ngbolua, K. N.; Mpiana, P. T. Antiviral Activity, Phytochemistry and Toxicology of Some Medically Interesting Allium Species: A Mini Review. International Journal of Pathogen Research, v. 5, p. 64-77, 2020. DOI: 10.9734/IJPR/2020/v5i430145

Lucia, A.; Audino, P. G.; Seccacini, E.; Licastro, S.; Zerba, E.; Masuh, H. Larvicidal effect of *Eucalyptus grandis* essential oil and turpentine and their major components on *Aedes aegypti* larvae. Journal of the American Mosquito Control Association, v. 23, p. 299-303, 2007. DOI: 10.2987/8756-971X(2007)23[299:LEOEGE]2.0.CO;2.

Marina, C. F.; Bond, J. G.; Casas, M.; Muñoz, J.; Orozco, A.; Valle, J.; Williams, T. Spinosad as an effective larvicide for control of *Aedes albopictus* and *Aedes aegypti*, vectors of dengue in southern Mexico. Pest Management Science, v. 67, p.114-121, 2011, DOI: 10.1002/ps.2043.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. Boletim Epidemiológico Secretaria de Vigilância em Saúde. Vol. 51, N° 48, 2020.

OMS. Organização Mundial da Saúde. World Health Organization. Temephos in drinking-water: use for vector control in drinking-water sources and containers. WHO, Geneva, 2009.

OMS. Organização Mundial da Saúde. World Health Organization. Handbook for integrated vector management. WHO, Geneva. 2012.

Pereira, A.V. et al. Efeito ovicida e larvica do extrato de Azadirachta indica sobre mosquito *Aedes aegypti*. CCA/UFPB, Agropecuária Técnica. Areia, v.30, 107-111, 2009.

Rajeswary, M.; Govindarajan, M.; Alharbi, N. S.; Kadaikunnan, S.; Khaled, J. M.; Benelli, G. Zingiber cernuum (Zingiberaceae) essential oil as effective larvicide and oviposition deterrent on six mosquito vectors, with little non-target toxicity on four aquatic mosquito predators. Environ Sci Pollut Res, v. 25, p. 10307-10316, 2018. DOI: 10.1007/s11356-017-9093-3

Reegan, A. D.; Gandhi, M. R.; Paulraj, M. G.; Balakrishna, K.; Ignacimuthu, S. Effect of niloticin, a protolimonoid isolated from Limonia acidissima L. (Rutaceae) on the immature stages of dengue vector *Aedes aegypti* L. (Diptera: Culicidae). Acta Tropica, v. 139, p. 67-76, 2014. DOI: 10.1016/j.actatropica.2014.07.002.PMid:25019220.

Santos, G. K. N.; Dutra, K. A.; Barros, R. A.; Câmara, C. A. G.; Lira, D. D.; Gusmão, N. B.; Navarro, D. M. A. F. Essential oils from *Alpinia purpurata* (Zingiberaceae): Chemical composition, oviposition deterrence, larvicidal and antibacterial activity. Industrial Crops and Products, v. 40, p. 254–60, 2012. DOI: 10.1016/j.indcrop.2012.03.020.

Silva, P. C.; Navarro, D. M.; Dutra, K. A.; Santos, G. K. Composition, larvicidal, and deterrence oviposition activity of *Etlingera elatior* essential oils against *Aedes*

aegypti L. (Diptera: Culicidae). Abstracts of Papers of 245th ACS National Meeting & Exposition AGFD-215. 2013.

Ying, L.; Wang, D; Du, G. Analysis of Bioactive Components in the Fruit, Roots, and Leaves of *Alpinia oxyphylla* by UPLC-MS/MS. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine, v. 2021, 2021. DOI:10.1155/2021/5592518

Zhang, L.; Xiaoxin, L.; Ou, Z.; Ye, M.; Shi, Y.; Yubin, C.; Zhao, J.; Zheng, D.; & Xiang, H. Screening of chemical composition, anti-arthritis, antitumor and antioxidant capacities of essential oils from four Zingiberaceae herbs. Industrial Crops and Products. v.149.112342, 2020. DOI: 10.1016/j.indcrop.2020.112342.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

- O PcLEO, e o BMDB, conferiram toxicidade por fumigação, contato e ingestão frente a *S. zeamais*;
- PcLEO e o BMDB alteraram os parâmetros nutricionais dos insetos promovendo forte deterrência alimentar e inibiram as atividade de tripsina e α -amilase em adultos de *S. zeamais*;
- O BMDB mostrou-se como o composto ativo do PcLEO, apresentando um maior efeito sob adultos de *S. zeamais*;
- EeLEO e seus compostos majoritários (NAL e NOL) foram tóxicos por fumigação e contato.
- O EeLEO, NAL e NOL exibiram efeitos antinutricionais e forte efeito de deterrência alimentar frente ao *S. zeamais*.
- De forma geral o NOL demonstrou melhores atividade inseticidas frente a *S. zeamais*;
- Os compostos voláteis α – pineno, β – pineno, NAL e NOL revelaram atividade ovicida e pupicida frente a *A. aegypti*;
- Os resultados deste trabalho sugerem que óleos essenciais e seus compostos majoritários são uma alternativa promissora para o combate de insetos pragas e vetores.

REFERÊNCIAS

- ABATE, T. et al. Factors that transformed maize productivity in Ethiopia. **Food Security**, v. 7, n. 5, p. 965–981, 2015.
- ABDEL-KAWY, M. A. et al. Chemical composition and potentiation of insecticidal and fungicidal activities of *Citrus trifoliata* L. fruits essential oil against *Spodoptera littoralis*, *Fusarium oxysporum* and *Fusarium solani* via nano-cubosomes. **Natural Product Research**, p. 1–6, 2019.
- ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by gas chromatography / mass spectroscopy Robert P. Adams. **Journal of the American Society for Mass Spectrometry**, v. 8, n. 6, p. 671–672, 1997.
- ADASZYŃSKA-SKWIRZYŃSKA, M.; SZCZERBIŃSKA, D. Use of essential oils in broiler chicken production - A review. **Annals of Animal Science**, v. 17, n. 2, p. 317–335, 2017.
- ADIMASSU, Z.; KESSLER, A.; STROOSNIJDER, L. Farmers' strategies to perceived trends of rainfall and crop productivity in the Central Rift Valley of Ethiopia. **Environmental Development**, v. 11, p. 123–140, 2014.
- AHMAD, N. et al. Biological role of *Piper nigrum* L. (Black pepper): A review. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, v. 2, n. 3, p. 1945–1953, 2012.
- AHMED, A.; WON, J.-M.; RYU, H. R. **Method for producing corn stalk pulp and paper products from corn stalk pulp**. Depositante: Aziz Ahmed, Jong-Myoung Won, Hail Ryu. Titular: Aziz Ahmed. US20040256065A1. Depósito: 18 jun. 2003. Concessão: 23 dez. 2004. Disponível em: <https://patents.google.com/patent/US20040256065A1/en>. Acesso em: 18 jun. 2019.
- AI, Y.; JANE, J. L. Macronutrients in Corn and Human Nutrition. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, n. 3, p. 581–598, 2016.
- AITHANI, D.; MOHANTY, A. K. Value-added new materials from byproduct of corn based ethanol industries: Blends of plasticized corn gluten meal and poly(ε-caprolactone). **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 45, n. 18, p. 6147–6152, 2006.
- ALBUQUERQUE, L. P. DE et al. Antinutritional effects of the chitin-binding lectin from *Microgramma vacciniifolia* rhizome (MvRL) on *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 88, 2020.
- ALMEIDA, C. A. et al. *Piper* essential oils inhibit *Rhizopus oryzae* growth, biofilm formation, and rhizopuspepsin activity. **Canadian Journal of Infectious Diseases and Medical Microbiology**, v. 2018, 2018.

ALONSO, A. M.; SOUSA-SILVA, J. C. *Alpinia purpurata* (Vieill.) K. Schum.: planta ornamental para cultivo no Cerrado. **Embrapa Cerrados**, p. 2176-5081, 2010.

ALSHEBLY, M. M. et al. Toxicity of ar-curcumene and epi- β -bisabolol from *Hedychium larsenii* (Zingiberaceae) essential oil on malaria, chikungunya and Japanese encephalitis mosquito vectors. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 137, p. 149–157, 2017.

ALSHEHRI, F. A. The use of mouthwash containing essential oils (LISTERINE®) to improve oral health: A systematic review. **Saudi Dental Journal**, v. 30, n. 1, p. 2–6, 2018.

ALVES, M. DE S. et al. Efficacy of lemongrass essential oil and citral in controlling *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Chrysomelidae), a post-harvest cowpea insect pest. **Crop Protection**, v. 119, n. February, p. 191–196, 2019.

ANDRADE, E. H. A. et al. Variability in essential-oil composition of *Piper marginatum* sensu lato. **Chemistry and Biodiversity**, v. 5, n. 1, p. 197–208, 2008.

ANDRÉS, M. F. et al. Biocidal effects of *Piper hispidinervum* (Piperaceae) essential oil and synergism among its main components. **Food and Chemical Toxicology**, v. 109, p. 1086–1092, 2017.

ANOOPKUMAR, A. N. et al. Life Cycle, Bio-ecology and DNA Barcoding of mosquitoes *Aedes aegypti* (Linnaeus) and *Aedes albopictus* (Skuse). **Journal Of Communicable Diseases**, v. 49, n. 3, p. 32–41, 2017.

ANTUNES, L. E. G. et al. Physicochemical characteristics of corn damaged by *Sitophilus zeamais* during storage. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 15, n. 6, p. 615–620, 2011.

ANZIAN, A. et al. Antibacterial Activity and Metabolomics Profiling of Torch Ginger (*Etlingera elatior* Jack) Flower Oil Extracted Using Subcritical Carbon Dioxide (CO₂). **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2020, p. 1–8, 2020.

ANZIAN, A. BINTI et al. Chemical composition and antioxidant activity of Torch Ginger (*Etlingera elatior*) flower extract. **Food and Applied Bioscience Journal**, v. 5, p. 32–49, 2017.

ARAÚJO, A. M. N. DE et al. Toxicity and repellency of essential oils in the management of *Sitophilus zeamais*. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 23, n. 5, p. 372–377, 2019.

ARAÚJO, P. G. P. DE et al. Characterization and selection of torch ginger for cut flower. **Ornamental Horticulture**, v. 24, n. 4, p. 371–379, 6 nov. 2018.

ASKAR, S. I.; NASSAR, A. M. K. Efficiency of some essential oils and insecticides in the control of some *Sitophilus* insects (Coleoptera : Curculionidae). **Egyp. J. Plant Pro. Res**, v. 4, n. 2, p. 39–55, 2016.

AUTRAN, E. S. et al. Chemical composition, oviposition deterrent and larvicidal activities against *Aedes aegypti* of essential oils from *Piper marginatum* Jacq. (Piperaceae). **Bioresource Technology**, v. 100, n. 7, p. 2284–2288, 2009.

AZEVEDO-SANTOS, V. M. et al. Nonnative fish to control *Aedes* Mosquitoes: a controversial, harmful tool. **BioScience**, v. 67, n. 1, p. 84–90, 2017.

AZIZ, Z. A. A. et al. Essential oils: extraction techniques, pharmaceutical and therapeutic potential - A Review. **Current Drug Metabolism**, v. 19, n. 13, p. 1100–1110, 2018.

BAKKALI, F. et al. Biological effects of essential oils - A review. **Food and Chemical Toxicology**, v. 46, n. 2, p. 446–475, 2008.

BALAN, A.; GEETHA, R. Comparative evaluation of antimycotic activity of *Cucurbita maxima* seed oil and orange peel oil in reducing *Candida albicans* count. **Search.Ebscohost.Com**, v. 14, n. 7, p. 1210–1213, 2020.

BALDOQUI, D. C. et al. Flavonoid, lignan and terpenoid of *Piper umbellata* (piperaceae). **Quimica Nova**, v. 32, n. 5, p. 1107–1109, 2009.

BAR, A.; ANDREW, J. Morphology and morphometry of *Aedes aegypti* larvae. **Annual Review & Research in Biology**, v. 3, n. 1, p. 1–21, 2013.

BARBOSA, Q. P. S. et al. Chemical composition, circadian rhythm and antibacterial activity of essential oils of *Piper divaricatum*: A new source of safrole. **Quimica Nova**, v. 35, n. 9, p. 1806–1808, 2012.

BARDELLI, K. C.; KIRIZAWA, M.; SOUSA, A. V. G. DE. O gênero *Piper* L. (Piperaceae) da Mata atlântica da microbacia do sítio Cabuçu-Proguaru, Guarulhos, SP, Brasil. **Hoehnea**, v. 35, n. 4, p. 553–561, 2008.

BEDEKE, S. et al. Adoption of climate change adaptation strategies by maize-dependent smallholders in Ethiopia. **NJAS - Wageningen Journal of Life Sciences**, v. 88, n. August, p. 96–104, 2019.

BEFIKADU, D. Factors Affecting Quality of Grain Stored in Ethiopian Traditional Storage Structures and Opportunities for Improvement. **International Journal of Sciences: Journal of Basic and Applied Research**, v. 18, n. 1, p. 235–257, 2014.

BELLINATO, D. F. et al. Resistance Status to the Insecticides Temephos, Deltamethrin, and Diflubenzuron in Brazilian *Aedes aegypti* Populations. **BioMed Research International**, v. 2016, p. 1–12, 2016.

BENELLI, G. Research in mosquito control: current challenges for a brighter future. **Parasitology Research**, v. 114, n. 8, p. 2801–2805, 2015.

BENHALIMA, H. et al. Phosphine resistance in stored-product insects collected from various grain storage facilities in Morocco. **Journal of Stored Products Research**, v. 40, n. 3, p. 241–249, 2004.

BESERRA, E. B. et al. Resistência de populações de *Aedes aegypti* (L.) (Diptera: Culicidae) ao organofosforado temefós na Paraíba. **Neotropical Entomology**, v. 36, n. 2, p. 303–307, abr. 2007.

BETT, P. K. et al. Chemical composition of *Cupressus lusitanica* and *Eucalyptus saligna* leaf essential oils and bioactivity against major insect pests of stored food grains. **Industrial Crops and Products**, v. 82, p. 51–62, 2016.

BEZERRA-SILVA, P. C. et al. Evaluation of the activity of the essential oil from an ornamental flower against *Aedes aegypti*: Electrophysiology, molecular dynamics and behavioral assays. **Plos One**, v. 11, n. 2, p. 1–15, 2016.

BHUNIA, D.; MONDAL, A. K. Antibacterial activity of *Alpinia* L. (Zingiberaceae) from Santal and Lodha Tribal areas of Paschim Medinipur district in Eastern India. **Advances in BioResearch**, v. 3, n. 1, p. 54–63, 2012.

BIZZO, H. R.; HOVELL, A. M. C.; REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 588–594, 2009.

BOND, J. G. et al. Optimization of irradiation dose to *Aedes aegypti* and *Ae. albopictus* in a sterile insect technique program. **Plos One**, v. 14, n. 2, p. e0212520, 19 fev. 2019.

BORAH, A. et al. Chemical composition, antioxidant, anti-inflammatory, anti-microbial and in-vitro cytotoxic efficacy of essential oil of *Curcuma caesia* Roxb. leaves: An endangered medicinal plant of North East India. **Industrial Crops and Products**, v. 129, n. December 2018, p. 448–454, 2019.

BORGES, R. S. et al. *Rosmarinus officinalis* essential oil: A review of its phytochemistry, anti-inflammatory activity, and mechanisms of action involved. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 229, p. 29–45, 2019.

BORREANI, G. et al. Silage review: Factors affecting dry matter and quality losses in silages. **Journal of Dairy Science**, v. 101, n. 5, p. 3952–3979, 2018.

BOTTON, M. et al. O gorgulho do milho *Sitophilus zeamais* (Coleptera: Curculionidae) como praga em frutíferas de clima temperado. **Embrapa**, n. 58, 2005.

BOUKROUFA, M. et al. Bio-refinery of orange peels waste: A new concept based on integrated green and solvent free extraction processes using ultrasound and

microwave techniques to obtain essential oil, polyphenols and pectin. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 24, p. 72–79, 2015.

BOUTEKEDJIRET, C. et al. Extraction of rosemary essential oil by steam distillation and hydrodistillation. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 18, n. 6, p. 481–484, 2003.

BOWATTE, G. et al. Tadpoles as dengue mosquito (*Aedes aegypti*) egg predators. **Biological Control**, v. 67, n. 3, p. 469–474, dez. 2013.

BRASIL. Ministério da Saúde. **Manual sobre Medidas de Proteção à Saúde dos Agentes de Combate às Endemias**. Brasília, 2019.

CABALLERO-GALLARDO, K. et al. Chemical composition and bioactivity of *Piper auritum* and *P. multiplinervium* essential oils against the red flour beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst). **Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas**, v. 8, n. 3, p. 10–19, 2014.

CAIRNS, J. E. et al. Maize production in a changing climate. impacts, adaptation, and mitigation strategies. **Advances in Agronomy**, v. 114, p. 1–58, 2012.

CAMAROTI, J. R. S. L. et al. *Sitophilus zeamais* adults have survival and nutrition affected by *Schinus terebinthifolius* leaf extract and its lectin (SteLL). **Industrial Crops and Products**, v. 116, n. February, p. 81–89, 2018.

CAMPOLO, O. et al. *Citrus* peel essential oil nanoformulations to control the tomato borer, *Tuta absoluta*: Chemical properties and biological activity. **Scientific Reports**, v. 7, n. 1, p. 1–10, 2017.

CAMPOLO, O. et al. Essential Oils in Stored Product Insect Pest Control. **Journal of Food Quality**, v. 2018, 2018.

CANARINI, A. et al. Root exudation of primary metabolites: Mechanisms and their roles in plant responses to environmental stimuli. **Frontiers in Plant Science**, v. 10, 2019.

CANEPELE, M. A. B. et al. Correlation between the infestation level of *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1855 (Coleoptera, Curculionidae) and the quality factors of stored corn, *Zea mays* L. (Poaceae). **Revista Brasileira de Entomologia**, v. 47, n. 4, p. 625–630, 2003.

CARDIA, G. F. E. et al. Effect of Lavender (*Lavandula angustifolia*) Essential Oil on Acute Inflammatory Response . **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2018, p. 1–10, 2018.

CARNEIRO, D. N. M. et al. Estádios de abertura floral e condicionamento. **Revista Brasileira de Horticultura Ornamental**, v. 20, n. 2, p. 163–170, 2014.

CARNEIRO, J. N. P. et al. GC/MS analysis and antimicrobial activity of the *Piper*

mikanianum (Kunth) Steud. essential oil. **Food and Chemical Toxicology**, v. 135, p. 110987, 2020.

CARVALHO, A. et al. Integrated management of stored grain pests : implementation and monitoring of pests in the storage unit. **PR Coop. Tecn. Cient.**, v. 13, p. 36–61, 2017.

CARVALHO, I. T.; ESTEVINHO, B. N.; SANTOS, L. Application of microencapsulated essential oils in cosmetic and personal healthcare products - A review. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 38, n. 2, p. 109–119, 2016.

CHAABAN, A. et al. Chemical composition of piper gaudichaudianum essential oil and its bioactivity against *lucilia cuprina* (Diptera: Calliphoridae). **Journal of Essential Oil Research**, v. 30, n. 3, p. 159–166, 2018.

CHAHAL, K. K.; BANSAL, R.; KAUR, R. Chemistry and insecticidal potential of bay leaf essential oil against stored grain pest of wheat. **Journal of Applied and Natural Science**, v. 8, n. 4, p. 2049–2054, 2016.

CHANG, Y. Q. et al. Determination of Flavonoids in *Costus speciosus* and *Etlingera elatior* by Liquid Chromatography-Mass Spectrometry. **Analytical Letters**, v. 45, n. 4, p. 345–355, mar. 2012.

CHAUBEY, M. K. Fumigant toxicity of essential oils from some common spices against pulse beetle, *Callosobruchus chinensis* (Coleoptera: Bruchidae). **Journal of Oleo Science**, v. 57, n. 3, p. 171–179, 2008.

CHAUBEY, M. K. Evaluation of insecticidal properties of *Cuminum cyminum* and *Piper nigrum* essential oils against *Sitophilus zeamais*. **Journal of Entomology**, v. 14, n. 4, p. 148–154, 2017.

CHAUBEY, M. K. Study of insecticidal properties of *Trachyspermum ammi* and *Mentha arvensis* essential oils against *Sitophilus zeamais* L. (Coleoptera: Curculionidae). **Current Life Sciences**, v. 4, n. 1, p. 10–17, 2018.

CHENG, H. et al. Alkali extraction of hemicellulose from depithed corn stover and effects on soda-AQ pulping. **BioResources**, v. 6, n. 1, p. 196–206, 2011.

CHOON, S. Y.; DING, P. Growth Stages of Torch Ginger (*Etlingera elatior*) Plant. **Sains Malaysiana**, v. 45, n. 4, p. 507–515, 2016.

CHOU, S. T. et al. Chemical composition, antioxidant, anti-melanogenic and anti-inflammatory activities of *Glechoma hederacea* (Lamiaceae) essential oil. **Industrial Crops and Products**, v. 122, n. June, p. 675–685, 2018.

CHRISTENHUSZ, M. J. M.; BYNG, J. W. The number of known plants species in the world and its annual increase. **Phytotaxa**, v. 261, n. 3, p. 201–217, 2016.

COITINHO, R. L. B. DE C. et al. Atividade inseticida de óleos vegetais sobre *Sitophilus zeamais* (Coleoptera : Curculionidae) em milho armazenado. **Revista Caatinga**, v. 19, n. 2, p. 176–182, 2006.

CONSOLI, R. A. G. B.; OLIVEIRA, R. L. DE. **Principais mosquitos de importância sanitária no Brasil**. SciELO - Editora FIOCRUZ, 1994.

CORRÊA, A.; SANT'ANA, J. Ecologia química de insetos. In: CORRÊA, A.G; VIERIRA, P. C. **Produtos Naturais no Controle de Insetos**. 2. ed. São Carlos: UFSCar, 2007. p. 9–17.

CORRÊA, J. C. R.; SALGADO, H. R. N. Insecticidal activities of plants and applications: A review. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 13, n. 4, p. 500–506, 2011.

CRUZ, A. C. R. et al. Chikungunya virus detection in *Aedes aegypti* and *Culex quinquefasciatus* during an outbreak in the Amazon region. **Viruses**, v. 12, n. 8, 2020.

CRUZ, S. M. et al. Chemical diversity of essential oils of 15 *Piper* species from Guatemala. **Acta Horticulturae**, v. 964, p. 39–46, 2012.

DA SILVA, R. O. M. et al. Photoinduced antibacterial activity of the essential oils from *Eugenia brasiliensis* lam and *Piper mosenii* C. DC. by blue led light. **Antibiotics**, v. 8, n. 4, 2019.

DA SILVA, W. J. et al. The great potential of entomopathogenic bacteria *Xenorhabdus* and *Photorhabdus* for mosquito control: a review. **Parasites & Vectors**, v. 13, n. 1, p. 376, 29 dez. 2020.

DAI, D. N. et al. Antimicrobial Activity and Chemical Constituents of Essential Oil from the Leaves of *Alpinia globosa* and *Alpinia tonkinensis*. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 23, n. 2, p. 322–330, 3 mar. 2020.

DAMANHOURI, Z. A. A Review on Therapeutic Potential of *Piper nigrum* L. (Black Pepper): The King of Spices. **Medicinal & Aromatic Plants**, v. 03, n. 03, 2014.

DANIEL, N. et al. Chemical constituents, antioxidant, and cytotoxicity of essential oils of *Piper arborescens* and *Piper caninum*. **Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences**, v. 15, n. 6, p. 825–830, 2019.

DAVID, M. R. et al. Effects of environment, dietary regime and ageing on the dengue vector microbiota: evidence of a core microbiota throughout *Aedes aegypti* lifespan. **Memórias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 111, n. 9, p. 577–587, 25 ago. 2016.

DE ABREU, A. M. et al. *Piper mikanianum* (Kunth) Steudel from Santa Catarina, Brazil-A new source of safrole. **Journal of Essential Oil Research**, v. 14, n. 5,

p. 361–363, 2002.

DE ARAÚJO, A. M. N. et al. Lethal and sublethal responses of *Sitophilus zeamais* populations to essential oils. **Journal of Pest Science**, v. 90, n. 2, p. 589–600, 9 mar. 2017.

DE MORAIS, L. M. O. et al. Morphological study of *Aedes aegypti* and *Aedes albopictus* (Diptera: Culicidae) eggs by X-ray computed microtomography. **Micron**, v. 126, 2019.

DE SOUZA, L. A. et al. Vegetative propagation in Piperaceae species. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 52, n. 6, p. 1357–1361, 2009.

DE SOUZA, T. DE A. et al. *Alpinia* Essential Oils and Their Major Components against *Rhodnius nasutus*, a Vector of Chagas Disease. **TheScientificWorldJournal**, v. 2018, p. 2393858, 2018.

DEPARTAMENTO DE AGRICULTURA DOS EUA. **Agricultural Research Service**, 2020.

DIAS, C. N.; MORAES, D. F. C. Essential oils and their compounds as *Aedes aegypti* L. (Diptera: Culicidae) larvicides: review. **Parasitology Research**, v. 113, n. 2, p. 565–592, 22 fev. 2014.

DINIZ, D. F. A. et al. Fitness cost in field and laboratory *Aedes aegypti* populations associated with resistance to the insecticide temephos. **Parasites & Vectors**, v. 8, n. 1, p. 662, 30 dez. 2015.

DO NASCIMENTO, J. C. et al. Larvicidal activities and chemical composition of essential oils from *Piper klotzschianum* (Kunth) C. DC. (Piperaceae). **Pest Management Science**, v. 69, n. 11, p. 1267–1271, 2013.

DOGNINI, J. et al. Antibacterial activity of high safrole contain essential oils from *Piper xylosteoides* (Kunth) Steudel. **Journal of Essential Oil Research**, v. 24, n. 3, p. 241–244, 2012.

GALLO, D.; NAKANO, O.; SILVEIRA NETO, S.; et al. **Entomologia agrícola**. Piracicaba: FEALQ, 2002.

DONALISIO, M. R.; FREITAS, A. R. R.; ZUBEN, A. P. B. VON. Arboviruses emerging in Brazil: challenges for clinic and implications for public health. **Revista de Saúde Pública**, v. 51, p. 30, 2017.

DONELIAN, A. et al. Comparison of extraction of patchouli (*Pogostemon cablin*) essential oil with supercritical CO₂ and by steam distillation. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 48, n. 1, p. 15–20, 2009.

DOOL, H. VAN DEN; KRATZ, P. DEC. A Generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition

chromatography. **J. Chromatog**, p. 463–471, 1962.

DORNIC, N. et al. Aggregate exposure to common fragrance compounds: Comparison of the contribution of essential oils and cosmetics using probabilistic methods and the example of limonene. **Food and Chemical Toxicology**, v. 116, p. 77–85, 2018.

DOS SANTOS, J. C. et al. Toxicidade de inseticidas piretróides e organofosforados para populações brasileiras de *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Bioscience Journal**, v. 25, n. 6, p. 75–81, 2009.

DUDAREVA, N. et al. Plant volatiles: Recent advances and future perspectives. **Critical Reviews in Plant Sciences**, v. 25, n. 5, p. 417–440, 2006.

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

DUTRA, K. DE A. et al. Control of *Callosobruchus maculatus* (FABR.) (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) in *Vigna unguiculata* (L.) WALP. with essential oils from four *Citrus* spp. plants. **Journal of Stored Products Research**, v. 68, p. 25–32, 2016.

EBADOLLAHI, A.; ZIAEE, M.; PALLA, F. Essential oils extracted from different species of the lamiaceae plant family as prospective bioagents against several detrimental pests. **Molecules**, v. 25, n. 7, p. 1556, 2020.

EL-ZUN, H. et al. Comparative effects of certain plant oils, plant powders and insect growth regulators against *Sitophilus oryzae* (Linnaeus) and *Tribolium castanum* (Herbst) adults using two methods of application. **Journal of Plant Protection and Pathology**, v. 7, n. 11, p. 681–688, 2016.

ELCOCKS, E. R.; SPENCER-PHILLIPS, P. T. N.; ADUKWU, E. C. Rapid bactericidal effect of cinnamon bark essential oil against *Pseudomonas aeruginosa*. **Journal of Applied Microbiology**, v. 128, n. 4, p. 1025–1037, 2020.

ELISA, B. et al. Chemical composition and antimycotic activity of six essential oils (cumin, fennel, manuka, sweet orange, cedar and juniper) against different candida spp. **Natural product research**, 2019.

ESTRELA, J. L. V. et al. Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. **Pesquisa Agropecuaria Brasileira**, v. 41, n. 1, p. 217–222, 2006.

EVANS, H. C.; ELLIOT, S. L.; BARRETO, R. W. Entomopathogenic fungi and their potential for the management of *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) in the Americas. **Memórias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 113, n. 3, p. 206–214, 2018.

FACUNDO, V. A.; MORAIS, S. M.; BRAZ FILHO, R. Constituintes químicos de *Ottonia corcovadensis* miq. da floresta amazônica - Atribuição dos deslocamentos químicos dos átomos de hidrogênio e carbono. **Química Nova**, v. 27, n. 1, p. 79–83, 2004.

FALKOWSKI, M. et al. Towards the optimization of botanical insecticides research: *Aedes aegypti* larvicidal natural products in French Guiana. **Acta Tropica**, v. 201, p. 105179, jan. 2020.

FARNESI, L. C. et al. Physical features and chitin content of eggs from the mosquito vectors *Aedes aegypti*, *Anopheles aquasalis* and *Culex quinquefasciatus*: Connection with distinct levels of resistance to desiccation. **Journal of Insect Physiology**, v. 83, p. 43–52, dez. 2015.

FARNESI, L. C. et al. Darker eggs resist more to desiccation: The case of melanin in *Aedes*, *Anopheles* and *Culex* mosquito vectors. **BioRxiv**, p. 1–20, 2017.

FARNESI, L. C. et al. The influence of a light and dark cycle on the egg laying activity of *Aedes aegypti* (Linnaeus, 1762) (Diptera: Culicidae). **Memórias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 113, n. 4, p. 4–9, 5 fev. 2018.

FARNESI, L. C. et al. The influence of different sources of blood meals on the physiology of *Aedes aegypti* harboring *Wolbachia* wMel: mouse blood as an alternative for mosquito rearing. **Parasites & Vectors**, v. 14, n. 1, p. 21, 6 dez. 2021.

FARONI, L. R. D., & Silva, J. S. Manejo de pragas no ecossistema de grãos armazenados. In: SILVA, J. S. **Secagem e armazenagem de produtos agrícolas**. Viçosa: Aprenda Fácil, 2010.

FEDERAÇÃO DAS INDÚSTRIAS DO ESTADO DE SÃO PAULO. **Safra Mundial de Milho 2020/21 - 1º Levantamento do USDA**, 2020.

FENG, Y.-X. et al. The potential contribution of cymene isomers to insecticidal and repellent activities of the essential oil from *Alpinia zerumbet*. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 157, p. 105138, 2021.

FERHAT, M. A; MEKLATI, BRAHIM Y; CHEMAT, F. Comparison of different isolation methods of essential oil from *Citrus* fruits: cold pressing, hydrodistillation and microwave 'dry' distillation. **Flavour and fragrance journal**, v. 22, p. 494–504, 2007.

FERNANDEZ, C. M. M. et al. Anti-Mycobacterium tuberculosis activity of dichloromethane extract of *Piper corcovadensis* (Miq.) C. DC. roots and isolated compounds. **Industrial Crops and Products**, v. 131, p. 341–347, 2019.

FERNANDEZ, C. M. M. et al. Larvicidal activity of piperovatine and dichloromethane extract from *Piper corcovadensis* roots against mosquitoes *Aedes aegypti* L. **Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas**

Medicinales y Aromaticas, v. 19, n. 1, p. 142–148, 2020.

FERRAZ, A. D. B. F. et al. Acaricidal activity and chemical composition of the essential oil from three *Piper* species. **Parasitology Research**, v. 107, n. 1, p. 243–248, 2010.

FIGUEIREDO, M. B. et al. Lethal and sublethal effects of essential oil of *Lippia sidoides* (Verbenaceae) and monoterpenes on chagas' disease vector *Rhodnius prolixus*. **Memorias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 112, n. 1, p. 63–69, 2017.

FONSECA-GONZÁLEZ, I. et al. Insecticide resistance status of *Aedes aegypti* (L.) from Colombia. **Pest Management Science**, v. 67, n. 4, p. 430–437, 2011.

FRAGOSO, D. B.; GUEDES, R. N. C.; PETERNELLI, L. A. Developmental rates and population growth of insecticide-resistant and susceptible populations of *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 41, n. 3, p. 271–281, 2005.

FRANÇA, R. P. A. DE et al. Morphological and postharvest treatments in *Alpinia* cultivars. **Ornamental Horticulture**, v. 25, n. 3, p. 255–262, 2019.

FRANÇA, L. P. et al. *Piper capitarianum* essential oil: a promising insecticidal agent for the management of *Aedes aegypti* and *Aedes albopictus*. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 28, n. 8, p. 9760–9776, 2021.

FRAZÃO, C. A. V. et al. Resistance of maize cultivars to *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 85, p. 1–8, 2018.

FUMAGALI, E. et al. Produção de metabólitos secundários em cultura de células e tecidos de plantas: O exemplo dos gêneros *Tabernaemontana* e *Aspidosperma*. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 18, n. 4, p. 627–641, 2008.

FURLAN, L. et al. The use of click beetle pheromone traps to optimize the risk assessment of wireworm (Coleoptera: Elateridae) maize damage. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 1–12, 2020.

GARIBA, S. Y.; DZIDZIENYO, D. K.; EZIAH, V. Y. Assessment of four plant extracts as maize seed protectants against *Sitophilus zeamais* and *Prostephanus truncatus* in Ghana. **Cogent Food & Agriculture**, v. 7, n. 1, 2021.

GARZÓN, M. J. et al. Temperature and photoperiod effects on dormancy status and life cycle parameters in *Aedes albopictus* and *Aedes aegypti* from subtropical Argentina. **Medical and Veterinary Entomology**, v. 35, n. 1, p. 97–105, 22 mar. 2021.

GASPARETTO, A. et al. Seasonal variation in the chemical composition,

antimicrobial and mutagenic potential of essential oils from *Piper cernuum*. **Industrial Crops and Products**, v. 95, p. 256–263, 2017.

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

GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Plantas medicinais: Fatores de influência no conteúdo de metabólitos secundários. **Química Nova**, v. 30, n. 2, p. 374–381, 2007.

GOGOSZ, A. M. et al. Anatomia foliar comparativa de nove espécies do gênero *Piper* (Piperaceae). **Rodriguésia**, v. 63, n. 2, p. 405–417, 2012.

GRISALES, N. et al. Temephos resistance in *Aedes aegypti* in Colombia compromises dengue vector control. **PLoS Neglected Tropical Diseases**, v. 7, n. 9, p. e2438, 19 set. 2013.

GUEDES, R. N. C. et al. Resistance to DDT and pyrethroids in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 31, n. 2, p. 145–150, 1995.

GURU-PIRASANNA-PANDI, G. et al. Toxicological effect of underutilized plant, *Cleistanthus collinus* leaf extracts against two major stored grain pests, the rice weevil, *Sitophilus oryzae* and red flour beetle, *Tribolium castaneum*. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 154, n. February, p. 92–99, 2018.

HAMMERBACHER, A.; COUTINHO, T. A.; GERSHENZON, J. Roles of plant volatiles in defence against microbial pathogens and microbial exploitation of volatiles. **Plant Cell and Environment**, v. 42, n. 10, p. 2827–2843, 2019.

HAN, X.; PARKER, T. L. Anti-inflammatory activity of clove (*Eugenia caryophyllata*) essential oil in human dermal fibroblasts. **Pharmaceutical Biology**, v. 55, n. 1, p. 1619–1622, 2017.

HAQUE, M. A. et al. Development-inhibiting activity of some tropical plants against *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 36, n. 3, p. 281–287, 2000.

HATAMI, T.; JOHNER, J. C. F.; MEIRELES, M. A. A. Extraction and fractionation of fennel using supercritical fluid extraction assisted by cold pressing. **Industrial Crops and Products**, v. 123, n. June, p. 661–666, 2018.

HAYD, R. L. N. et al. Evaluation of resistance to pyrethroid and organophosphate adulticides and kdr genotyping in *Aedes aegypti* populations from Roraima, the northernmost Brazilian State. **Parasites and Vectors**, v. 13, n. 1, p. 1–9, 2020.

HEMATPOOR, A. et al. Phenylpropanoids isolated from *Piper sarmentosum* Roxb. induce apoptosis in breast cancer cells through reactive oxygen species

and mitochondrial-dependent pathways. **Chemico-Biological Interactions**, v. 279, p. 210–218, 2018.

HERRERA, J. M. et al. An insecticide formulation of terpene ketones against *Sitophilus zeamais* and its incorporation into low density polyethylene films. **Crop Protection**, v. 98, p. 33–39, 2017.

HIKAL, W. M.; BAESHEN, R. S.; SAID-AL AHL, H. A. H. Botanical insecticide as simple extractives for pest control. **Cogent Biology**, v. 3, n. 1, p. 1–16, 2017.

HIRAGI, C. et al. Variabilidade Genética em Populações de *Aedes aegypti* (L.) (Diptera: Culicidae) Utilizando Marcadores de RAPD. **Neotropical Entomology**, v. 38, n. 4, p. 542–547, 2009.

HOROWITZ, A. R.; ISHAAYA, I. Biorational Insecticides — Mechanisms, Selectivity and Importance in Pest Management. **Insect Pest Management**, p. 1–28, 2004.

HWANG, L. S. et al. Phenolic compounds of *Piper betle* flower as flavoring and neuronal activity modulating agents. In: **Phenolic Compounds in Food and Their Effects on Health I**. 1992, p. 200–213.

ILEKE, K. D. et al. Evaluation of botanical powders and extracts from Nigerian plants as protectants of maize grains against maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Motschulsky) [Coleoptera: Curculionidae]. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 27, p. 101702, 2020.

ISHII, T.; MATSUZAWA, H.; VAIRAPPAN, C. S. Repellent activity of common spices against the rice weevil, *Sitophilus zeamais* Motsch (Coleoptera, Curculionidae). **Journal Of Tropical Biology And Conservation**, v. 7, n. June, p. 75–80, 2010.

ISLAM, M. T. et al. Anti-Schistosoma mansoni effects of essential oils and their components. **Phytotherapy Research**, v. 34, n. 8, p. 1761–1769, 2020.

ISMAIL, N. A. et al. Genetic diversity of torch ginger (*Etlingera elatior*) germplasm revealed by ISSR and SSR markers. **BioMed Research International**, v. 2019, p. 1–14, 6 maio 2019.

ISMAN, M. B.; AKHTAR, Y. Plant natural products as a source for developing environmentally acceptable insecticides. In: **Insecticides Design Using Advanced Technologies**. Berlin Heidelberg, 2007.

IVANOVIĆ, M.; MAKOTER, K.; RAZBORŠEK, M. I. Comparative study of chemical composition and antioxidant activity of essential oils and crude extracts of four characteristic *Zingiberaceae* herbs. **Plants**, v. 10, n. 3, p. 1–20, 2021.

IWAZAKI, M. DE C.; SOUZA, L. ANTONIO DE; OLIVEIRA, J. HENRIQUE GEORGE DE. Morfo-anatomia comparativa da flor de *Peperomia dahlstedtii*

C.DC., *Ottonia martiana* Miq. e *Piper gaudichaudianum* Kunth (Piperaceae). **Hoehnea**, v. 33, n. 4, p. 545–558, 2006.

JARDIM, I. C. S. F.; ANDRADE, J. D. A. Resíduos de agrotóxicos em alimentos: uma preocupação ambiental global - um enfoque às maçãs. **Química Nova**, v. 32, n. 4, p. 996–1012, 2009.

JAYAS, D. S. Storing grains for food security and sustainability. **Agricultural Research**, v. 1, n. 1, p. 21–24, 2012.

JEYARATNAM, N. et al. Essential oil from *Cinnamomum cassia* bark through hydrodistillation and advanced microwave assisted hydrodistillation. **Industrial Crops and Products**, v. 92, p. 57–66, 2016.

JIA-XI, L. et al. Application of multiple chemical and biological approaches for quality assessment of *Carthamus tinctorius* L. (safflower) by determining both the primary and secondary metabolites. **Phytomedicine**, v. 58, 2019.

JIDE-OJO, C. Extracts of *Jatropha curcas* L. exhibit significant insecticidal and grain protectant effects against maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products and Postharvest Research**, v. 4, n. 3, p. 44–50, 2013.

JOHANA, A. M. et al. The potential leaves extract of *Piper methysticum* (Piperaceae) as botanical insecticide against *Crociodolomia pavonana* (F.) larvae mortality (Lepidoptera: Crambidae). **E3S Web of Conferences**, v. 73, 2018.

JUWITA, T.; PUSPITASARI, I. M.; LEVITA, J. Torch Ginger (*Etlingera elatior*): A review on its botanical aspects, phytoconstituents and pharmacological activities. **Pakistan Journal of Biological Sciences**, v. 21, n. 4, p. 151–165, 2018.

KAMANULA, J. F. et al. Chemical variation and insecticidal activity of *Lippia javanica* (Burm. f.) Spreng essential oil against *Sitophilus zeamais* Motschulsky. **Industrial Crops and Products**, v. 110, p. 75–82, 2017.

KANDA, D.; KAUR, S.; KOUL, O. A comparative study of monoterpenoids and phenylpropanoids from essential oils against stored grain insects: acute toxins or feeding deterrents. **Journal of Pest Science**, v. 90, n. 2, p. 531–545, 2017.

KARERU, P.; KIPKORIR, Z.; WAMAITHA, E. Use of Botanicals and Safer Insecticides Designed in Controlling Insects: The African Case. In: **Insecticides - Development of Safer and More Effective Technologies**. Cap. 10, 2013.

KHODAVANDI, A. et al. Antifungal activity of Rhizome coptidis and Alpinia galangal against *Candida* species. **Journal of Pure and Applied Microbiology**, v. 7, n. 3, p. 1725–1730, 2013.

KHOR, P. Y. et al. Phytochemical, Antioxidant and Photo-Protective Activity Study of Bunga Kantan (*Etlingera elatior*) Essential Oil. **Journal of Applied**

Pharmaceutical Science, v. 7, n. 8, p. 209–213, 2017.

KIM, S. W.; KANG, J.; PARK, I. K. Fumigant toxicity of Apiaceae essential oils and their constituents against *Sitophilus oryzae* and their acetylcholinesterase inhibitory activity. **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 16, n. 4, p. 443–448, dez. 2013.

KIRALAN, M. et al. Physicochemical properties and stability of black cumin (*Nigella sativa*) seed oil as affected by different extraction methods. **Industrial Crops and Products**, v. 57, p. 52–58, 2014.

KITTAYAPONG, P. et al. Combined sterile insect technique and incompatible insect technique: The first proof-of-concept to suppress *Aedes aegypti* vector populations in semi-rural settings in Thailand. **Plos Neglected Tropical Diseases**, v. 13, n. 10, 2019.

KOENRAADT, C. J. M. Pupal dimensions as predictors of adult size in fitness studies of *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). **Journal of Medical Entomology**, v. 45, n. 2, p. 331–336, 2008.

KRAMER, I. M. et al. Does winter cold really limit the dengue vector *Aedes aegypti* in Europe? **Parasites & Vectors**, v. 13, n. 1, p. 178, 2020.

KRINSKI, D.; FOERSTER, L. A. Toxicity of essential oils from leaves of Piperaceae species in rice stalk stink bug eggs, *Tibraca limbativentris* (Hemiptera: Pentatomidae). **Ciência e Agrotecnologia**, v. 40, n. 6, p. 676–687, 2016.

LACERDA, C. F. DE et al. Morphophysiological responses and mechanisms of salt tolerance in four ornamental perennial species under tropical climate. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 24, n. 10, p. 656–663, 2020.

LANGSI, J. D. et al. Evaluation of the insecticidal activities of α -pinene and 3-carene on *Sitophilus zeamais* motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). **Insects**, v. 11, n. 8, p. 1–11, 2020.

LARA-JÚNIOR, C. R. Antimicrobial activity of essential oil of *Piper aduncum* L. (Piperaceae). **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 6, n. 21, p. 3800–3805, 2012.

LE, J. et al. The Sizes of *Sitophilus zeamais* in Different Life Stage. **Grain & Oil Science and Technology**, v. 1, n. 4, p. 163–170, 2018.

LEE, H. Pesticidal constituents derived from Piperaceae Fruits biological activity of Piperaceae plants. v. 48, n. 2, p. 65–74, 2005.

LEMIĆ, D.; ŠIMUNOVIĆ, K.; PAJAČ ŽIVKOVIĆ, I. Harmfulness of two species of weevils (*Sitophilus granarius* L. and *Sitophilus zeamais* motsch.) on different

maize hybrids. **Journal of Central European Agriculture**, v. 22, n. 1, p. 178–187, 2021.

LEMOUCHI, R. et al. Chemical Composition and Antioxidant Activity of Essential Oil and Hydrosol Extract Obtained by Hydrodistillation (HY) and Liquid–Liquid Extraction (LLE) of *Psoralea bituminosa*. **Journal of Herbs, Spices and Medicinal Plants**, v. 23, n. 4, p. 299–307, 2017.

LI, X. M. et al. Extraction of *Cuminum cyminum* essential oil by combination technology of organic solvent with low boiling point and steam distillation. **Food Chemistry**, v. 115, n. 3, p. 1114–1119, 2009.

LIAO, M. et al. Chemical composition, insecticidal and biochemical effects of *Melaleuca alternifolia* essential oil on the *Helicoverpa armigera*. **Journal of Applied Entomology**, v. 141, n. 9, p. 721–728, 2017.

LIMA, E. P.; GOULART, M. O. F.; ROLIM NETO, M. L. Meta-analysis of studies on chemical, physical and biological agents in the control of *Aedes aegypti* Infectious Disease epidemiology. **BMC Public Health**, v. 15, n. 1, 2015.

LIMA, R. N. et al. Antitumor and *Aedes aegypti* larvicidal activities of essential oils from *Piper klotzschianum*, *P. hispidum*, and *P. arboreum*. **Natural Product Communications**, v. 14, n. 7, 2019.

LIRA, D. et al. Evaluation of the toxicity of essential oil from *Alpinia purpurata* in fl orescences to *Sitophilus zeamais* (maize weevil). **Crop Protection Journal**, v. 71, p. 95–100, 2015.

LIU, T. T. et al. Composition and insecticidal activity of essential oil of *Bacopa caroliniana* and interactive effects of individual compounds on the activity. **Insects**, v. 11, n. 1, 2020.

LOGES, V. et al. Potencial de mercado de bastão-do-imperador e sorvetão. **Revista Brasileira de Horticultura Ornamental**, v. 14, n. 1, p. 15–22, 2008.

LORINI, I. Manejo integrado de pragas de produtos armazenados. **Embrapa**, p. 56–74, 2009.

LORINI, I. et al. Principais pragas e métodos de controle em sementes durante o armazenamento - Série Sementes. Circular Técnica 73, **Embrapa**, p. 10, 2010.

LORINI, I. et al. Manejo Integrado de Pragas de Grãos e Sementes Armazenadas. **Embrapa**, p. 1–67, 2015.

LOY, D. D.; LUNDY, E. L. **Nutritional properties and feeding value of corn and its coproducts**. 3. ed. Elsevier Inc., 2018.

LU, X. et al. Efficacy of essential oil from *Mosla chinensis* Maxim. cv. Jiangxiangru and its three main components against insect pests. **Industrial Crops and Products**, v. 147, p. 112237, 2020.

LUCIA, A. et al. Larvicidal effect of *Eucalyptus grandis* essential oil and turpentine and their major components on *Aedes aegypti* larvae. **Journal of the American Mosquito Control Association**, v. 23, n. 3, p. 299–303, 2007.

LWANDE, O. W. et al. Globe-Trotting *Aedes aegypti* and *Aedes albopictus*: Risk factors for arbovirus pandemics. **Vector-Borne and Zoonotic Diseases**, v. 20, n. 2, p. 71–81, 1 fev. 2020.

MACÊDO, C. G. et al. Leishmanicidal activity of *Piper marginatum* Jacq. from Santarém-PA against *Leishmania amazonensis*. **Experimental Parasitology**, v. 210, p. 107847, 2020.

MACIĄG, A.; KALEMBA, D. Composition of *Rugosa rose* (*Rosa rugosa* thunb.) hydrolate according to the time of distillation. **Phytochemistry Letters**, v. 11, p. 373–377, 2015.

MACIEL-DE-FREITAS, R. et al. Undesirable Consequences of insecticide resistance following *Aedes aegypti* control activities due to a dengue outbreak. **PLoS ONE**, v. 9, n. 3, 2014.

MACORIS, M. DE L. et al. Pyrethroid resistance persists after ten years without usage against *Aedes aegypti* in governmental campaigns: Lessons from São Paulo State, Brazil. **PLOS Neglected Tropical Diseases**, v. 12, n. 3, 2018.

MAGALHÃES, L. G. et al. In vitro efficacy of the essential oil of *Piper cubeba* L. (Piperaceae) against *Schistosoma mansoni*. **Parasitology Research**, v. 110, n. 5, p. 1747–1754, 2012.

MAHIZAN, N. A. et al. Terpene Derivatives as a Potential Agent against. **Molecules**, v. 24, n. 2631, p. 1–21, 2019.

MAIA, J. G. S. et al. Espécies de *Piper* da Amazônia ricas em safrol. **Química Nova**, v.10, p. 200–204,1987.

MALLAH, M.; SAPKOPA, R.; KANDEL, B. P. Efficacy evaluation of common botanicals to manage maize weevil (*Sitophilus zeamais* M) in laboratory condition. **Farming & Management**, v. 3, n. 2, 2018.

MANH, H. D.; TUYET, O. T. Larvicidal and repellent activity of *Mentha arvensis* L. essential oil against *Aedes aegypti*. **Insects**, v. 11, n. 3, p. 198, 2020.

MANJARRES-SUAREZ, A.; OLIVERO-VERBEL, J. Chemical control of *Aedes aegypti*: a historical perspective. **Revista Costarricense de Salud Pública**, v. 22, n. 1, p. 68–75, 2013.

MARINHO, R. A. et al. Effects of temperature on the life cycle, expansion, and dispersion of *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) in three cities in Paraíba, Brazil. **Journal of Vector Ecology**, v. 41, n. 1, p. 1–10, 2016.

MARQUES, A. M. et al. Chemistry and Biological Activity of Essential Oils from *Piper Claussenianum* (Piperaceae). **Natural Product Communications**, v. 5, n. 11, 2010.

MARTÍNEZ-BAUTISTA, B. G. et al. Traditional Uses of the Family Piperaceae in Oaxaca, Mexico. **Tropical Conservation Science**, v. 12, 2019.

MARZLAN, A. A. et al. Optimized supercritical CO₂ extraction conditions on yield and quality of torch ginger (*Etilingera elatior* (Jack) R.M. Smith) inflorescence essential oil. **Industrial Crops and Products**, v. 154, n. January, p. 112581, out. 2020.

MASON, L. J. **Effect and control of insects, molds and rodents affecting corn quality**. 3. ed. Elsevier Inc., 2018.

MATAN, N. Waterborne paints modified with essential oils as bioprotective coatings for rubberwood. **Journal of Tropical Forest Science**, v. 24, n. 4, p. 528–537, 2012.

MEDEIROS, F. C. M. D. et al. Fungicidal activity of essential oils from Brazilian Cerrado species against wood decay fungi. **International Biodeterioration and Biodegradation**, v. 114, p. 87–93, 2016.

MELO-SANTOS, M. A. V. et al. Resistance to the organophosphate temephos: Mechanisms, evolution and reversion in an *Aedes aegypti* laboratory strain from Brazil. **Acta Tropica**, v. 113, n. 2, p. 180–189, 2010.

MENEZES, E. L. A. Inseticidas botânicos: seus princípios ativos, modo de ação e uso agrícola. **Embrapa Agrobiologia**, p. 58, 2005.

MENSCH, J. et al. Increased size and energy reserves in diapausing eggs of temperate *Aedes aegypti* populations. **Journal of Insect Physiology**, v. 131, 2021.

MESQUITA, J. M. O. et al. Estudo comparativo dos óleos voláteis de algumas espécies de Piperaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 15, n. 1, p. 6–12, 2005.

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

MISNI, N. et al. Repellency of essential oil of *Piper aduncum* against *Aedes albopictus* in the laboratory. **Journal of the American Mosquito Control Association**, v. 25, n. 4, p. 442–447, 2009.

MLAKAR, J. et al. Zika Virus Associated with Microcephaly. **New England Journal of Medicine**, v. 374, n. 10, p. 951–958, 2016.

MOHAMMADINEJAD, A. et al. Development of detection methods for the diagnosis and analysis of highly toxic metal phosphides: A comprehensive and critical review. **Biotechnology and Applied Biochemistry**, 2021.

MONZOTE, L. et al. Chemistry, cytotoxicity and antileishmanial activity of the essential oil from *Piper auritum*. **Memorias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 105, n. 2, p. 168–173, 2010.

MORRISON, N. I. et al. Genetic improvements to the Sterile Insect Technique for Agricultural Pests. **Asia-Pacific Journal of Molecular Biology and Biotechnology**, v. 18, n. 2, p. 275–295, 2010.

MOSES, J. P. et al. Efficacy of essential oil from *Clausena anisata* and its impact on biochemical changes of *Sitophilus oryzae*. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, n. 18, p. 23215–23221, 2020.

MURCIA, G. et al. ABA and GA3 regulate the synthesis of primary and secondary metabolites related to alleviation from biotic and abiotic stresses in grapevine. **Phytochemistry**, v. 135, p. 34–52, 2017.

NAÏVE, M. A. K. Zingiberaceae of Kalatungan Mountain Range, Bukidnon, Philippines. **Bioscience Discovery**, v. 8, n. 3, p. 311–319, 2017.

NAKAMURA, C. V. et al. Atividade antileishmania do extrato hidroalcoólico e de frações obtidas de folhas de *Piper regnellii* (Miq.) C. DC. var. *pallenscens* (C. DC.) Yunck. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16, n. 1, p. 61–66, 2006.

NAPOLI, E.; DATTILO, S.; RUBERTO, G. Hydrodistillation of *Trachelospermum jasminoides* Lindl. flowers. An analysis of essential oil, hydrolate and polyphenols content of the process wastes. **Journal of Essential Oil Research**, v. 00, n. 00, p. 1–6, 2020.

NAVARRO-LLOPIS, V. et al. Chemosterilant bait stations coupled with sterile insect technique: An integrated strategy to control the mediterranean fruit fly (Diptera: Tephritidae). **Journal of Economic Entomology**, v. 104, n. 5, p. 1647–1655, 2011.

NAVICKIENE, H. M. D. et al. Composition and Antifungal Activity of Essential Oil From. **Quimica Nova**, v. 29, n. 3, p. 467–470, 2006.

NEGRINI, M. et al. Insecticidal activity of essential oils in controlling fall armyworm, *Spodoptera frugiperda*. **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 86, p. 1–9, 2019.

NERI, F.; MARI, M.; BRIGATI, S. Control of *Penicillium expansum* by plant volatile compounds. **Plant Pathology**, v. 55, n. 1, p. 100–105, 2006.

NOR, A. M. et al. Evaluation of antidiabetic activities of *Etlingera elatior* flower aqueous extract in vitro and in vivo. **Journal of Applied Pharmaceutical**

Science, v. 10, n. 8, p. 43–51, 2020.

NÖRNBERG, S. D. et al. Population dynamics and distribution of *Sitophilus zeamais* in peach and apple orchards. **Pesquisa Agropecuaria Brasileira**, v. 48, n. 4, p. 358–364, 2013.

NUKENINE, E. N. et al. Efficacy of calneem derived from ghanaiian neem seeds and seed oils from two locations in Cameroon against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) on maize. **International Journal of Tropical Insect Science**, v. 31, n. 4, p. 225–234, 2011.

NUKENINE, E. N.; JACOB, L. D. Potentials of essential oils of *Chenopodium ambrosioides* L. and *Cupressus sempervirens* L. against stored maize pest, *Sitophilus zeamais* Motschulsky. **Journal of Entomology and Zoology Studies**, v. 5, n. January, p. 309–313, 2017.

OLIVEIRA, A. P. et al. Essential oil of *Lippia sidoides* and its major compound thymol: Toxicity and walking response of populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Crop Protection**, v. 112, p. 33–38, 2018.

OLIVEIRA, A. P. S. DE et al. Evaluation of the insecticidal activity of *Moringa oleifera* seed extract and lectin (WSMoL) against *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 87, 2020.

OLIVEIRA, V. S. et al. The enzyme 3-hydroxykynurenine transaminase as potential target for 1,2,4-oxadiazoles with larvicide activity against the dengue vector *Aedes aegypti*. **Bioorganic and Medicinal Chemistry**, v. 21, n. 22, 2013.

LOLADE, Z. et al. Chemical Composition and Bactericidal Activities of the Leaf Essential Oil of *Eucalyptus maculata* Hook. **Natural Products Chemistry & Research**, v. 05, n. 02, 2017.

ORHUN, G. E. Maize for Life. **International Journal of Food Science and Nutrition Engineering**, v. 3, n. 2, p. 13–16, 2013.

PADÍN, S.; DAL BELLO, G.; FABRIZIO, M. Grain loss caused by *Tribolium castaneum*, *Sitophilus oryzae* and *Acanthoscelides obtectus* in stored durum wheat and beans treated with *Beauveria bassiana*. **Journal of Stored Products Research**, v. 38, n. 1, p. 69–74, 2002.

PANDIYAN, G. N.; MATHEW, N.; MUNUSAMY, S. Larvicidal activity of selected essential oil in synergized combinations against *Aedes aegypti*. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 174, n. June, p. 549–556, 2019.

PARAMASIVAM, M.; SELVI, C. Laboratory bioassay methods to assess the insecticide toxicity against insect pests-A Review. **Journal of Entomology and Zoology Studies**, v. 5, n. 3, p. 1441–1445, 2017.

PARRA, J. R. P. et al. Controle biológico: terminologia. In: **Controle biológico**

no Brasil: parasitóides e predadores, 2002.

PATÍÑO-BAYONA, W. R. et al. Essential oils of three *Hypericum* species from colombia: Chemical composition, insecticidal and repellent activity against *Sitophilus zeamais* motsch. (coleoptera: Curculionidae). **Records of Natural Products**, v. 15, n. 2, p. 111–121, 2021.

PATINO, M. T. O. et al. Analysis and forecast of the storage needs of soybeans in Brazil. **Engenharia Agricola**, v. 33, n. 4, p. 834–843, 2013.

PAVENTI, G. et al. Biological activity of *Humulus lupulus* (L.) essential oil and its main components against *Sitophilus granarius* (L.). **Biomolecules**, v. 10, n. 8, p. 1–17, 2020.

PEREIRA, C. J. et al. Organophosphate resistance in the maize weevil *Sitophilus zeamais*: Magnitude and behavior. **Crop Protection**, v. 28, n. 2, p. 168–173, 2009.

PERERA, K. T. G. .; WEERASINGHE, T. A Study on the Impacts of Corn cultivation (*Zea mays* (L .) Family – Poaceae) on the properties of Soil. **International Journal of Scientific and Research Publications**, v. 4, n. 7, p. 1–6, 2014.

PÉREZ, S. G. et al. Activity of essential oils as a biorational alternative to control coleopteran insects in stored grains. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 4, n. 25, p. 2827–2835, 2010.

PÉRINO-ISSARTIER, S. et al. A comparison of essential oils obtained from lavandin via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and hydrodistillation. **Journal of Chromatography A**, v. 1305, p. 41–47, 2013.

PETERSON, P. M. Poaceae (Gramineae). **Encyclopedia of Life Sciences**, p. 1–3, 2003.

PIMIENTA-RAMÍREZ, L. et al. Chemical composition and evaluation of the essential oil from *Eupatorium glabratum* as biopesticide against *Sitophilus zeamais* and several stored maize fungi. **Journal of Essential Oil Research**, v. 28, n. 2, p. 113–120, 3 mar. 2016.

PINEDA, R. M. et al. Chemical composition and antifungal activity RPM. **Chilean Journal of Agricultural Research**, v. 71, p. 507–515, 2012.

PITOPANG, R. et al. Diversity of Zingiberaceae and traditional uses by three indigenous groups at Lore Lindu National Park, Central Sulawesi, Indonesia. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1242, 2019.

PLATA-RUEDA, A. et al. Insecticidal activity of garlic essential oil and their constituents against the mealworm beetle, *Tenebrio molitor* Linnaeus

(Coleoptera: Tenebrionidae). **Scientific Reports**, v. 7, p. 1–11, 2017.

PLATA-RUEDA, A. et al. Terpenoid constituents of cinnamon and clove essential oils cause toxic effects and behavior repellency response on granary weevil, *Sitophilus granarius*. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 156, n. March, p. 263–270, 2018.

PLATA-RUEDA, A. et al. Insecticidal and repellent activities of *Cymbopogon citratus* (Poaceae) essential oil and its terpenoids (citral and geranyl acetate) against *Ulomoides dermestoides*. **Crop Protection**, v. 137, 2020.

PLIEGO, P. E.; VELÁZQUEZ-CASTRO, J.; COLLAR, A. F. Seasonality on the life cycle of *Aedes aegypti* mosquito and its statistical relation with dengue outbreaks. **Applied Mathematical Modelling**, v. 50, p. 484–496, 2017.

POREDA, A. et al. Corn grist adjunct - application and influence on the brewing process and beer quality. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 120, n. 1, p. 77–81, 2014.

POTENZA, M. R. et al. Efeito De produtos naturais irradiados sobre *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae). **Arquivos Do Instituto Biologico (Sao Paulo)**, v. 71, n. 4, p. 477–484, 2004.

PRAKASH, B. et al. Efficacy of chemically characterized *Piper betle* L. essential oil against fungal and aflatoxin contamination of some edible commodities and its antioxidant activity. **International Journal of Food Microbiology**, v. 142, n. 1–2, p. 114–119, 2010.

RAJASHEKAR, Y.; BAKTHAVATSALAM, N.; SHIVANANDAPPA, T. Botanicals as grain protectants. **Psyche: A Journal of Entomology**, v. 2012, p. 1–13, 2012.

RAJENDRAN, S. Insect pest management in stored products. **Outlooks on Pest Management**, v. 31, n. 1, p. 24–35, 2020.

RAJESWARY, M. et al. *Zingiber cernuum* (Zingiberaceae) essential oil as effective larvicide and oviposition deterrent on six mosquito vectors, with little non-target toxicity on four aquatic mosquito predators. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 25, n. 11, p. 10307–10316, 2018.

RANATHUNGE, T. et al. Biocontrol potential of six locally available fish species as predators of *Aedes aegypti* in Sri Lanka. **Biological Control**, v. 160, 2021.

RANUM, P.; PEÑA-ROSAS, J. P.; GARCIA-CASAL, M. N. Global maize production, utilization, and consumption. **Annals of the New York Academy of Sciences**, v. 1312, n. 1, p. 105–112, 2014.

RASOOLI, I.; SHAYEGH, S.; ASTANEH, S. D. A. The effect of *Mentha spicata* and *Eucalyptus camaldulensis* essential oils on dental biofilm. **International Journal of Dental Hygiene**, v. 7, n. 3, p. 196–203, 2009.

RESTELLO, R. M.; MENEGATT, C.; MOSSI, A. J. Efeito do óleo essencial de *Tagetes patula* L. (Asteraceae) sobre *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera, Curculionidae). **Revista Brasileira de Entomologia**, v. 53, n. 2, p. 304–307, 2009.

REYES-JURADO, F. et al. Essential Oils: Antimicrobial Activities, Extraction Methods, and Their Modeling. **Food Engineering Reviews**, v. 7, n. 3, p. 275–297, 2015.

RIBEIRO, B. M. et al. Insecticide resistance and synergism in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 39, n. 1, p. 21–31, 2002.

RIBEIRO, I. A. T. DE A. et al. Chemical characterization and insecticidal effect against *Sitophilus zeamais* (maize weevil) of essential oil from *Croton rudolphianus* leaves. **Crop Protection**, v. 129, p. 105043, 2020.

RIBEIRO, N.; CAMARA, C.; RAMOS, C. Toxicity of essential oils of *Piper marginatum* Jacq. against *Tetranychus urticae* Koch and *Neoseiulus Californicus* (McGregor). **Chilean Journal of Agricultural Research**, v. 76, n. 1, p. 71–76, 2016.

RICHTER, J.; SCHELLENBERG, I. Comparison of different extraction methods for the determination of essential oils and related compounds from aromatic plants and optimization of solid-phase microextraction/gas chromatography. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 387, n. 6, p. 2207–2217, 2007.

RIMANDO, A. M. et al. Studies on the constituents of Philippine *Piper betle* leaves. **Archives of Pharmacal Research**, v. 9, n. 2, p. 93–97, 1986.

ROSA, J. S. et al. Bioactivity of some Apiaceae essential oils and their constituents against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Bulletin of Entomological Research**, 2019.

SAITO, M. L.; SCRAMIN, S. **Plantas aromáticas e seu uso na agricultura**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000.

SAKLANI, A.; KUTTY, S. K. Plant-derived compounds in clinical trials. **Drug Discovery Today**, v. 13, n. 3–4, p. 161–171, 2008.

SALAMANCA, J.; SOUZA, B.; RODRIGUEZ-SAONA, C. Cascading effects of combining synthetic herbivore-induced plant volatiles with companion plants to manipulate natural enemies in an agro-ecosystem. **Pest Management Science**, v. 74, n. 9, p. 2133–2145, 2018.

SALEHI, B. et al. *Piper* species: A comprehensive review on their phytochemistry, biological activities and applications. **Molecules**, v. 24, n. 7, 2019.

SALIM, H. M.; KRUK, Z. A.; LEE, B. D. Nutritive value of corn distillers dried grains with solubles as an ingredient of poultry diets: A review. **World's Poultry Science Journal**, v. 66, n. 3, p. 411–431, 2010.

SALLEH, W. M. N. H. W. et al. Chemical compositions, antioxidant and antimicrobial activities of essential oils of *Piper caninum* blume. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 12, n. 11, p. 7720–7731, 2011.

SALLEH, W. M. N. H. W.; AHMAD, F.; YEN, K. H. Chemical constituents from *Piper caninum* and antibacterial activity. **Journal of Applied Pharmaceutical Science**, v. 5, n. 6, p. 20–25, 2015.

SALVADORI, J. R.; PEREIRA, P. R. V. DA SI. Manejo integrado de corós em trigo e culturas associadas. Comunicado técnico 203, **Embrapa**, 2006.

SÁNCHEZ, Y. et al. Caracterización química y actividad antimicrobiana del chemical characterization and antimicrobial activity of the essential oil of *Piper marginatum* Jacq . **Revista de Protección Vegetal**, v. 26, n. 3, p. 170–176, 2011.

SANEI-DEHKORDI, A. et al. Chemical Compositions of the peel essential oil of *Citrus aurantium* and its natural larvicidal activity against the malaria vector *Anopheles stephensi* (diptera:culicidae) in comparison with *Citrus paradisi*. **J Arthropod-Borne Dis**, v. 10, n. 4, p. 577–585, 2016.

SANTANA, A. I. et al. Chemical Composition and biological activity of essential oils from different species of *Piper* from Panama. **Planta Medica**, v. 82, n. 11–12, p. 986–991, 2016.

SANTOS, P. É. M. DOS et al. Contact toxicity of essential oil of *Croton pulegioides* baill on *Sitophilus zeamais* motschulsky. **Revista Caatinga**, v. 32, n. 2, p. 329–335, 2019.

SANTOS, G. K. N. et al. Essential oils from *Alpinia purpurata* (Zingiberaceae): Chemical composition, oviposition deterrence, larvicidal and antibacterial activity. **Industrial Crops and Products**, v. 40, n. 1, p. 254–260, nov. 2012.

SANTOS, J. P. Armazenagem de milho a granel na fazenda. Circular Técnica 55, **Embrapa**, p. 6, 2004.

SARKIC, A.; STAPPEN, I. Essential oils and their single compounds in cosmetics-a critical review. **Cosmetics**, v. 5, n. 1, p. 1–21, 2018.

SARMA, R. et al. Combinations of plant essential oil based terpene compounds as larvicidal and adulticidal agent against *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). **Scientific Reports**, v. 9, n. 1, p. 9471, 1 dez. 2019.

SAWICKA, B.; EGBUNA, C. Pests of Agricultural Crops and Control Measures. **Natural Remedies for Pest, Disease and Weed Control**, p. 1–16, 2020.

SAXENA, M. et al. Antimicrobial activity and chemical composition of leaf oil in two varieties of Piper betle from northern plains of India. **Journal of Scientific and Industrial Research**, v. 73, n. 2, p. 95–99, 2014.

SCHAPER, S.; HERNÁNDEZ-CHAVARRÍA, F. Scanning electron microscopy of the four larval instars of the dengue fever vector *Aedes aegypti* (diptera: Culicidae). **Revista de Biología Tropical**, v. 54, n. 3, p. 847–852, 2006.

SCHOLTE, E.-J. et al. Entomopathogenic fungi for mosquito control: A review. **Journal of Insect Science**, v. 4, n. 1, 2004.

SCOPEL, W. et al. Bioatividade de macerados de *Anthemis* sp., *Coriandrum sativum* e *Piper nigrum* contra *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Evidência - Ciência e Biotecnologia**, v. 18, n. 1, p. 95–109, 2018.

SCOTT, I. M. et al. Botanical insecticides for controlling agricultural pests: Piperamides and the Colorado potato beetle *Leptinotarsa decemlineata* say (Coleoptera: Chrysomelidae). **Archives of Insect Biochemistry and Physiology**, v. 54, n. 4, p. 212–225, 2003.

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

SERNA-SALDIVAR, S. O.; CARRILLO, E. P. Food uses of whole corn and dry-milled fractions. In: **Corn: Chemistry and Technology, 3rd Edition**. 3. ed. Elsevier Inc., 2018. p. 435–467.

SEYE, F. et al. Pathogenicity of the fungus, *Aspergillus clavatus*, Isolated from the locust, *Oedaleus senegalensis*, against larvae of the mosquitoes *Aedes aegypti*, *Anopheles gambiae* and *Culex quinquefasciatus*. **Journal of Insect Science**, v. 9, n. 53, p. 1–7, 2009.

SIENKIEWICZ, M.; DENYS, P.; KOWALCZYK, E. Antibacterial and immunostimulatory effect of essential oils. **International Review of Allergology and Clinical Immunology**, v. 17, n. 1–2, p. 40–44, 2011.

SILVA, A. B. DA; DE BRITO, J. M. Controle biológico de insetos-pragas e suas perspectivas para o futuro. **Agropecuária Técnica**, v. 36, n. 361, p. 248–258, 2015.

SILVA, P. H. M. DA; BRITO, J. O.; JÚNIOR, F. G. DA S. Potential of eleven *Eucalyptus* species for the production of essential oils. **Scientia Agricola**, v. 63, n. 1, p. 85–89, 2006.

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

SILVA, M. A. . et al. Chemical constituents and bioactivities of essential oils from plants of the genus *Piper* L. (Piperaceae): A review. **South Am J Bas Educ Tech Technol.**, v. 6, n. 2, p. 776–817, 2020.

SILVA, M. F. DA R. et al. Composition and biological activities of the essential oil of *Piper corcovadensis* (Miq.) C. DC (Piperaceae). **Experimental Parasitology**, v. 165, p. 64–70, 2016.

SILVA, S. M. et al. Progeny of the maize weevil, *Sitophilus zeamais*, is affected by parental exposure to clove and cinnamon essential oils. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, v. 163, n. 2, p. 220–228, 2017.

SIMÕES, C.M.O. et al. **Farmacognosia: Do produto natural ao medicamento**. 6ª ed. Porto Alegre: Artmed, 2017.

SINGH, B.; KAUR, A. Control of insect pests in crop plants and stored food grains using plant saponins: A review. **LWT - Food Science and Technology**, v. 87, p. 93–101, 2018.

SIREGAR, A. Z.; PRADANA, M. G.; RAHMI, D. Effect of kecombrang (*Etlintera elatior*) as larvacide to control *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). **Advances in Biological Sciences Research**, v. 8, p. 35–40, 2020.

SIVAKUMAR, D.; BAUTISTA-BAÑOS, S. A review on the use of essential oils for postharvest decay control and maintenance of fruit quality during storage. **Crop Protection**, v. 64, p. 27–37, 2014.

SOARES-PINHEIRO, V. C. et al. Eggs viability of *Aedes aegypti* Linnaeus (Diptera, Culicidae) under different environmental and storage conditions in Manaus, Amazonas, Brazil. **Brazilian Journal of Biology**, v. 77, n. 2, p. 396–401, 2016.

SOLÀ, M.; RIUDAVETS, J.; AGUSTÍ, N. Detection and identification of five common internal grain insect pests by multiplex PCR. **Food Control**, v. 84, p. 246–254, 2018.

SOUTO, R. N. P. et al. Insecticidal activity of *Piper* essential oils from the Amazon against the fire ant *Solenopsis saevissima* (Smith) (Hymenoptera: Formicidae). **Neotropical Entomology**, v. 41, n. 6, p. 510–517, 2012.

SOUZA, C. F. et al. In vivo bactericidal effect of *Melaleuca alternifolia* essential oil against *Aeromonas hydrophila*: Silver catfish (*Rhamdia quelen*) as an experimental model. **Microbial Pathogenesis**, v. 98, p. 82–87, 2016.

SUDHAKARAN, A.; RAMESH KUMAR, K. B.; RADHA, R. K. Evaluation of hepatoprotective effect of essential oil of *Etlintera fenzlii* (Kurz) skronick & M. Sabu (Zingiberaceae) – the honey bee repellent endemic plant species of Andaman Nicobar islands. **Indian Journal of Physiology and Pharmacology**,

v. 63, n. 4, p. 309–316, 2019.

SUMAN, D. S. et al. Differentiation of *Aedes aegypti* and *Aedes albopictus* (Diptera: Culicidae) with egg surface morphology and morphometrics using scanning electron microscopy. **Arthropod Structure & Development**, v. 40, n. 5, p. 479–483, 2011.

SUSANTI, D. et al. Antimicrobial Activity and Chemical Composition of Essential Oil of Malaysian *Etlingera elatior* (Jack) R.M. Smith Flowers. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 16, n. 2, p. 294–299, 2013.

SUTHISUT, D.; FIELDS, P. G.; CHANDRAPATYA, A. Fumigant toxicity of essential oils from three Thai plants (Zingiberaceae) and their major compounds against *Sitophilus zeamais*, *Tribolium castaneum* and two parasitoids. **Journal of Stored Products Research**, v. 47, n. 3, p. 222–230, 2011.

TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Fisiologia e desenvolvimento vegetal**. 6^a ed. Porto Alegre: Artmed, 2017.

TALULDER, F. A. Plant products as potencial stored-product insect management agents - A mini review. **Emir. J. Agric. Sci.**, v. 18, p. 17–32, 2006.

TANG, Q. *Sitophilus zeamais* - Induced rice grain volatiles: Attractiveness towards the generalist parasitoid wasp, *Theocolax elegans*. **Pakistan Journal of Zoology**, v. 48, n. 6, p. 1817–1824, 2016.

TAUIL, P. L. Critical aspects of dengue control in Brazil. **Cadernos de saúde pública / Ministério da Saúde, Fundação Oswaldo Cruz, Escola Nacional de Saúde Pública**, v. 18, n. 3, p. 867–871, 2002.

TEBBS, M. C. Piperaceae. **Aphor. Bot.**, v. 201, n. 1824, p. 516–520, 1993.

THIN, D. B. et al. Chemical Analysis of Essential Oils of *Piper laosanum* and *Piper acre* (Piperaceae) from Vietnam. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 21, n. 1, p. 181–188, 2018.

TISSOT, F.; MACHADO, I. Evaluation of essential and potentially toxic elements in popcorn: study of cooking effect and in vitro bioaccessibility. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 14, n. 4, p. 1842–1849, 2020.

TIWARI, A.; MAHADIK, K. R.; GABHE, S. Y. Piperine: A comprehensive review of methods of isolation, purification, and biological properties. **Medicine in Drug Discovery**, v. 7, p. 100027, 2020.

TU, X. F. et al. Comparison of antibacterial effects and fumigant toxicity of essential oils extracted from different plants. **Industrial Crops and Products**, v. 124, p. 192–200, 2018.

TURLINGS, T. C. J.; ERB, M. Tritrophic Interactions mediated by herbivore-

induced plant volatiles: mechanisms, ecological relevance, and application potential. **Annual Review of Entomology**, v. 63, p. 433–452, 2018.

UD-DAULA, A., F. M. S.; BASHER, M. A. Genus *Etlingera* - A review on chemical composition and antimicrobial activity of essential oils. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 13, n. 7, p. 135–156, 2019.

UD-DAULA, A. F. M. S. et al. Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of essential oils from leaves, aerial stems, basal stems, and rhizomes of *Etlingera fimbriobracteata* (K.Schum.) R.M.Sm. **Industrial Crops and Products**, v. 84, p. 189–198, 2016.

UMPIÉRREZ, M. L. et al. Potential botanical pesticides from Asteraceae essential oils for tomato production: Activity against whiteflies, plants and bees. **Industrial Crops and Products**, v. 109, p. 686–692, 2017.

UNEMOTO, L. K. et al. Longevity of torch ginger inflorescences with 1-methylcyclopropene and preservative solutions. **Acta Scientiarum. Agronomy**, v. 33, n. 4, p. 649–653, 2011.

UPADHYAY, R. K. International Journal of Zoological Botanicals ; Its Safe Use in Pest Control and Environmental Management. **International journal of zoological investigations**, v. 2, n. 1, p. 58–102, 2016.

USSEGLIO, V. L. et al. Insect-corn kernel interaction: Chemical signaling of the grain and host recognition by *Sitophilus zeamais*. **Journal of Stored Products Research**, v. 79, p. 66–72, 2018.

ÜSTÜNER, T.; KORDALI, S.; BOZHÜYÜK, A. U. Herbicidal and fungicidal effects of *Cuminum cyminum*, *Mentha longifolia* and *Allium sativum* essential oils on some weeds and fungi. **Records of Natural Products**, v. 12, n. 6, p. 619–629, 2018.

VALLE, D. et al. Resistance to temephos and deltamethrin in *Aedes aegypti* from Brazil between 1985 and 2017. **Memorias do Instituto Oswaldo Cruz**, v. 114, n. 3, p. 1–17, 2019.

VEBERIC, R. et al. Comparative study of primary and secondary metabolites in 11 cultivars of persimmon fruit (*Diospyros kaki* L.). **Food Chemistry**, v. 119, n. 2, p. 477–483, 2010.

VELAYUDHAN, D. E.; KIM, I. H.; NYACHOTI, C. M. Characterization of dietary energy in swine feed and feed ingredients: A review of recent research results. **Asian-Australasian Journal of Animal Sciences**, v. 28, n. 1, p. 1–13, 2015.

VIEGAS, C. Terpenes with insecticidal activity: An alternative to chemical control of insects. **Quimica Nova**, v. 26, n. 3, p. 390–400, 2003.

VIEIRA, S. C. H. et al. Antifungal activity of *Piper diospyrifolium* Kunth

(Piperaceae) essential oil. **Brazilian Journal of Microbiology**, v. 42, n. 3, p. 1001–1006, 2011.

VOLPE, H. X. et al. Efficacy of essential oil of *Piper aduncum* against nymphs and adults of *Diaphorina citri*. **Pest Management Science**, v. 72, n. 6, p. 1242–1249, 2016.

WALIA, S.; SAHA, S.; PARMAR, B. S. Liquid chromatographic method for the analysis of two plant based insecticide synergists dillapiole and dihydrodillapiole. **Journal of Chromatography A**, v. 1047, n. 2, p. 229–233, 2004.

WEERATUNGA, P. et al. Control methods for *Aedes albopictus* and *Aedes aegypti*. **Cochrane Database of Systematic Reviews**, n. 6, p. 22–23, 10 ago. 2017.

WIJEKOON, J. O. et al. Evaluation of nutritional quality of torch ginger (*Etlingera elatior* Jack.) inflorescence. **International Food Research Journal**, v. 18, n. 4, p. 1415–1420, 2011.

WIJEKOON, M. M. J. O. et al. Chemical composition and antimicrobial activity of essential oil and solvent extracts of torch ginger inflorescence (*Etlingera elatior* Jack.). **International Journal of Food Properties**, v. 16, n. 6, p. 1200–1210, 18 ago. 2013.

WIJEKOON, M. M. J. O.; BHAT, R.; KARIM, A. A. Effect of extraction solvents on the phenolic compounds and antioxidant activities of bunga kantan (*Etlingera elatior* Jack.) inflorescence. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 24, n. 4–5, p. 615–619, 2011.

WONG, J. et al. Oviposition Site Selection by the Dengue Vector *Aedes aegypti* and Its Implications for Dengue Control. **PLoS Neglected Tropical Diseases**, v. 5, n. 4, p. e1015, 12 abr. 2011.

YAKOB, L. et al. *Aedes aegypti* Control Through Modernized, Integrated Vector Management. **PLoS Currents**, p. 1–11, 2017.

YANG, H. M. Assessing the influence of quiescence eggs on the dynamics of mosquito *Aedes aegypti*. **Applied Mathematics**, v. 05, n. 17, p. 2696–2711, 2014.

ZACARONI, L. M. et al. Potencial fungitóxico do óleo essencial de *Piper hispidinervum* (pimenta longa) sobre os fungos *Oxysporum* e *Colletotrichum gloeosporioides*. **Acta Amazonica**, v. 39, n. 1, p. 193–198, 2000.

ZARA, A. L. DE S. A. et al. Estratégias de controle do *Aedes aegypti*: uma revisão. **Epidemiologia e Serviços de Saúde**, v. 25, n. 2, p. 1–2, jun. 2016.

ZAYNAB, M. et al. Role of secondary metabolites in plant defense against pathogens. **Microbial Pathogenesis**, v. 124, p. 198–202, 2018.

ZETTLER, J. L.; ARTHUR, F. H. Chemical control of stored product insects with fumigants and residual treatments. **Crop Protection**, v. 19, n. 8–10, p. 577–582, 2000.

ZHAO, C. X. et al. Temperature-programmed retention indices for gas chromatography-mass spectroscopy analysis of plant essential oils. **Journal of Chromatography A**, v. 1096, n. 1–2, p. 76–85, 2005.

ZOGHBI, M. D. G. B.; ANDRADE, E. H. A. Volatiles of the *Etlingera elatior* (Jack) R. M. Sm. and *Zingiber spectabile* Griff.: Two Zingiberaceae Cultivated in the Amazon. **Journal of Essential Oil Research**, v. 17, n. 2, p. 209–211, 2005.

APÊNDICE A- INSECTICIDAL ACTIVITY OF THE ESSENTIAL OIL OF *PIPER CORCOVADENSIS* LEAVES AND ITS MAJOR COMPOUND (1-BUTYL-3,4-METHYLENEDIOXYBENZENE) AGAINST THE MAIZE WEEVIL, *SITOPHILUS ZEAMAI*S.

Artigo submetido: Pest Management Science

Qualis – Capes 2021: A1

Camila Soledade de Lira Pimentel^a, Bheatriz Nunes de Lima Albuquerque^a, Suyana Karolyne Lino da Rocha^a, André Severino da Silva^a, Alana Bittencourt Vieira da Silva^a, Remi Bellon^b, Afonso Cordeiro Agra-Neto^c, Júlio César Ribeiro de Oliveira Farias de Aguiar^a, Patrícia Maria Guedes Paiva^d, Jefferson Luiz Princival^a, Thiago Henrique Napoleão^d, Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro^{a*}

^a*Departamento de Química Fundamental, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brazil.*

^b*Institut Universitaire et Technologique, Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne, Créteil, France.*

^c*Jardim Botânico de Recife, Pernambuco, Recife, PE, Brazil.*

^d*Departamento de Bioquímica, Centro de Biociências, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Pernambuco, Brazil.*

*Corresponding author: E-mail: daniela.navarro@ufpe.br

Abstract

Sitophilus zeamais is economically one of the most impactful pests, attacking various grains and processed foods. The control of this insect has been achieved using synthetic insecticides, whose exacerbated and careless use has led to the development of resistant insect populations, toxicity to non-target organisms, and environmental contamination. In this study, *Piper corcovadensis* leaf essential oil (PcLEO) and its major compound, 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB),

were investigated as alternative insecticidal agents against *S. zeamais*. PcLEO was obtained using the hydrodistillation technique, and BMDB was synthesized from 4-bromo-1,2-methylenedioxybenzene. The toxicity of the oil and BMDB by fumigation, contact, and ingestion in adults of *S. zeamais* was evaluated, as well as the effects of the oil and the compound on the trypsin and α -amylase activities of the insect gut. PcLEO and BMDB were toxic by fumigation (LC_{50} : 9.46 and 0.85 $\mu\text{L/L}$ of air, respectively), by contact (LD_{50} : 9.38 and 6.16 $\mu\text{g/g}$ of insect, respectively) and ingestion (LC_{50} : 16.04 and 14.30 mg/g , respectively). In the ingestion test, both the oil and BMDB promoted the loss of biomass by insects and had a strong deterrent repercussion. In addition, both were able to inhibit trypsin and α -amylase activities. In conclusion, PcLEO and BMDB exhibited insecticidal activity against *S. zeamais*, suggesting their potential for use in the control of this pest.

Keywords: Piperaceae; phenylpropanoid, botanical insecticide; food deterrent; fumigant.

1. Introduction

Corn is one of the most important commodities worldwide and the global cropping has reached approximately 1.1 to 1.3 million tons per year, with the largest exports from the USA, Brazil, Ukraine, Argentina, and Russia (OECD/FAO, 2020). This high production is explained by the versatility in use of this grain, such as in the manufacture of feed for poultry and pigs, consumption by humans, production of ethanol, beer, and soft drinks, and fabrication of pseudoplastic (Ayedun, 2019; García-Lara and Serna-Saldivar, 2019).

One of the main troubles in the cultivation and storage of corn grains is insect pests (Miedaner and Juroszek, 2021). *Sitophilus zeamais* Motsch. (Coleoptera, Curculionidae), known as maize weevil, may be culpable for losses of up to 90% in crop production during the grain storage phase, if control measures are not adopted (Nwosu et al., 2015a, 2015b). This pest reduces the weight and quality of corn and may also favor the propagation of fungi and mites. *S. zeamais* has a high procreative potential and can attack other crops (barley, fruits, rice, wheat) as well as industrialized foods (Tripathi, 2018). Generally, *S. zeamais* control is managed with chemical insecticides (pyrethroids, organophosphates, phosphine) (Adedire et al., 2011; Ribeiro et al., 2020). However, the careless use of these insecticides has resulted in the establishment of resistant insect populations, and many of these compounds are associated with risks of human and animal poisoning (Askar et al., 2016).

Thus, safer and less aggressive insecticides for the environment have been investigated. Among the up-and-coming alternatives are inert powders, such as diatomaceous earth, and products derived from plants, such as extracts,

essential oils, and lectins (Lira et al., 2015; Malia et al., 2016; Fouad and Câmara, 2017; Adarkwah et al., 2018; Araújo et al., 2019; Mpala et al., 2019; Oliveira et al., 2020). Natural compounds are more specific to the target species and are biodegradable, which allows pest management to be performed in a more environmentally conscious manner (Madbouly et al., 2015; Preedy, 2015; Ukoroiye and Otayor, 2020).

Extracts and essential oils from plants of the Piperaceae family are promising for pest and vector control (França et al., 2021; Medrano-Ochoa et al., 2021). The genus *Piper* is one of the most important members of this family, and essential oils from plants of this genus contain insecticidal compounds, such as safrole (Subaharan et al., 2021). In general, the insecticidal components of *Piper* spp. present several methods of action, including contact toxicity, fumigation, repellency, oviposition deterrent, and food deterioration (Scott et al., 2004; Jensen et al., 2006; Chaubey, 2011, 2018). Essential oils of *Piper marginatum* Jacq. and *Piper nigrum* L. have shown insecticidal activity, including against *S. zeamais* (Autran et al., 2009; Coitinho et al., 2011; Chaubey, 2017). *Piper aduncum* L. essential oil has been described in the scientific literature as providing insecticidal activity against *S. zeamais*, *Aedes aegypti* L., and *Euschistus heros* F. (Estrela et al., 2006; Cossolin et al., 2019; Scalvenzi et al., 2019).

Piper corcovadensis (Miq.) C. DC., commonly known as false jaborandi, is found in the north, northeast, and southeast regions of Brazil. In folk medicine, its leaves are used for the treatment of rheumatism, flu, cough, and toothache (Facundo et al., 2004; Marques et al., 2010). Essential oil extracted from the leaves of *P. corcovadensis* is composed of monoterpenes and sesquiterpenes,

and phenylpropanoid 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB) is a major component (Silva et al., 2016; Dutra et al., 2019). Silva et al. (2016) reported the larvicidal activity of this essential oil and BMDB against *A. aegypti*. Recently, Dutra et al. (2019) documented that the essential oil from the leaves of *P. corcovadensis* was toxic to the cartridge caterpillar (*Spodoptera frugiperda* J.E. Smith), changing its nutritional and physiological parameters.

In the present study, the toxic effects by fumigation, contact, and ingestion of the essential oil of *P. corcovadensis* and BMDB leaves were evaluated against *S. zeamais*. The nutritional parameters of insects that ingested an artificial diet containing both substances were also evaluated, as well as the effects of the oil and BMDB on the activity of digestive enzymes of the insects. This study was conducted to determine the insecticidal potential of the essential oil of *P. corcovadensis* leaves and BMDB against *S. zeamais*.

2. Materials and methods

2.1. Plant material

P. corcovadensis leaves were collected from the *Jardim Botânico do Recife*, Pernambuco, Brazil (8°04'37.7" S; 34°58'05.7" W). A specimen was deposited in the herbarium of the *Jardim Botânico do Recife*, with identification number JR MACIEL 1655. The study was registered (no. A1B63D6) in the *Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e do Conhecimento Tradicional Associado* (SisGen).

2.2. Extraction of the *P. corcovadensis* leaf essential oil (PcLEO)

The essential oil used in this work was extracted and characterized using the method of Silva et al. (2016) by hydrodistillation in a modified Clevenger-type device. Approximately 500 g of fresh *P. corcovadensis* leaves were crushed and kept in the hydrodistillation system for three hours. The oil was then treated with anhydrous Na₂SO₄ and kept under refrigeration (-24 °C).

2.3. Synthesis and characterization of 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB)

A solution of 4-bromo-1,2- (methylenedioxy) benzene (1.2 mL, 10 mmol) in 30 mL of tetrahydrofuran (THF) was chilled to -78 °C and maintained at that temperature for 30 min. A solution of n-butyllithium (9.5 mL, 20 mmol) was then joined dropwise. The solution was slowly heated to 28 °C and shaken for 17 h. The reaction was interrupted with a saturated solution of ammonium chloride and the mixture was extracted with ethyl acetate (3 × 15 mL). The organic phase was dehydrated over anhydrous Na₂SO₄ and put in a rotary evaporator. The characterization of BMDB was performed through NMR analysis of hydrogen (¹H), carbon (¹³C), and gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS).

2.4. Insects

The insects used in this work were obtained from the rearing of *S. zeamais* kept at the *Laboratório de Bioquímica de Proteínas* at the *Universidade Federal de Pernambuco*, with approval (no. 36301) from the *Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade* (ICMBio). The insects were maintained in glass pots (1 L) containing corn grains (free of pesticides and contamination), and kept in a BOD chamber at 25 °C, with a relative humidity of 70%, and a 12:12 photoperiod. Colonies of uniform age were separated in line with Khan et al. (2014). Adult insects from 30 to 40 d of age were used for the tests.

2.5. Insecticidal activity assays

2.5.1. Fumigation toxicity test

Fumigation toxicity was tested according to the method of Chu et al. (2010). In each assay, 20 µL of the sample (PcLEO or BMDB, diluted in acetone) was dripped to a filter paper ($\varnothing$ = 4 cm). After evaporating the solvent, the paper was fixed firmly on the inside of the lid of a plastic pot ($\varnothing$: 4.5 cm; height: 5 cm; volume: 80 mL) to form a shut chamber, and twenty insects were added. Polytetrafluoroethylene (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) was applied around the paper to prevent insect contact. The concentrations evaluated were 0.16, 0.82, 1.67, 4.14, 8.28, and 16.67 µL/L of air for the oil and the BMDB. The negative and positive controls were performed using acetone and deltamethrin (0.01–1.0 µL/L; PESTANAL, Supelco Inc., USA), respectively. The insects remained in these chambers for 24 h at 28 °C. The insects were then reassigned

to clean pots and incubated for 7 d in the dark at 28 °C. Two independent trials were performed in quadruplicate, and mortality was assessed after 7 days.

2.5.2. Contact toxicity assay

Contact toxicity experiments were conducted according to the method described by Liu and Ho (1999). After sample preparation (diluted in acetone), a 0.5 µL aliquot was applied topically to the back of the thoracic region of adult insects. Subsequently, the insects subjected to each treatment were transported separately to plastic pots. Twenty insects were used per pot. The doses of PcLEO and BMDB used were 2.0, 4.0, 8.1, 16.3, and 32.8 µg/g of insect. The mortality rate was calculated after 7 days. The negative and positive controls were performed using acetone and deltamethrin (0.01–1.0 µg/g of insect), respectively. Two independent trials were performed in quadruplicate.

2.5.3. Ingestion toxicity assay

Toxicity by ingestion of PcLEO and BMDB was evaluated according to Xie et al. (1996) with modifications depicted by Napoleão et al. (2013). A fabricated diet containing 2.0 g of autoclaved wheat flour (J. Macedo, Fortaleza, Brazil) and 5.0 mL of a solution of the oil or BMDB in acetone was used to obtain final concentrations of 2.5, 10.0, 20.0, 30.0 and 40.0 mg/g (mg of the sample per g of wheat flour). To form the disks, five 200 µL aliquots of the suspension (flour + oil or BMDB) were placed in a Petri dish (90 × 100 mm). For the negative control treatment, the diet consisted of wheat flour suspended in acetone. In positive

control, it was used deltamethrin (10.0–50.0 µg/g). Petri dishes containing the flour discs were incubated for 24 h at 37 °C. After this interval, the plates were weighed, and 20 adult *S. zeamais* insects (with known biomass) were transported to the dishes. Two independent trials were performed in quadruplicate. After 7 days at 28 °C in BOD, the mortality rate and the subsequent nutritional parameters (Xie et al., 1996) were determined: (a) relative consumption rate = $A / (B \times \text{days})$, where A is the amount (mg) of eaten food and B means the starting biomass (mg) of the insects; (b) relative biomass gain rate = $C / (B \times \text{days})$, where C corresponds to the biomass gained or lost (mg) by insects; and (c) efficiency in converting ingested food = $C / (A \times 100)$.

The feeding deterrence index (FDI) was estimated as follows: $\text{FDI (\%)} = 100 \times [(D - E) / (D)]$, where D is the eaten food by insects in the control group and E is the food eaten by the treated insects (Isman et al., 1990). Depending on the FDI values, treatments were rated as non-deterrent ($\text{FDI} < 20\%$), weakly deterrent ($20\% < \text{FDI} < 50\%$), moderately deterrent ($50\% < \text{FDI} < 70\%$), or strongly deterrent ($\text{FDI} \geq 70\%$) (Liu et al., 2007).

2.5.4. Gut enzymatic preparations from adults of *S. zeamais*

Gut extracts from adults of *S. zeamais* were prepared following the methodology described by Napoleão et al. (2013). Fifty adult insects were removed from the rearing pot and paralyzed by incubation at 4 °C for 15 min. One by one, the insects had their gut manually dissected and promptly homogenized with 1.0 mL of 0.1 M Tris-HCl pH 8.0 (Tris buffer) or 0.1 M sodium acetate pH 5.5 (acetate buffer), both containing 20 mM calcium chloride. The homogenates were

centrifuged ($9000 \times g$ for 15 min at 4 °C) and the supernatants (intestinal extracts) were recovered and assessed for protein concentration (Lowry et al., 1951) and trypsin and α -amylase enzyme activities.

2.5.4.1 Effects of PcLEO and BMDB on trypsin activity

Trypsin activity in the intestinal extract obtained in the Tris buffer was evaluated in 96-well microtiter plates (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA), using the substrate N α -benzoyl-DL-arginine p-nitroanilide, BApNA (Kakade et al., 1969). In the control assay, the intestinal extract (5 μ L, 50 μ g of protein) was incubated for 30 min at 37 °C with 8 mM BApNA (5 μ L) in 0.1 M Tris-HCl pH 8.0 (190 μ L). In the test assays, the intestinal extract (5 μ L, 220 μ g of protein) was first mixed with PcLEO or BDMB (10–40 μ L) and 0.1 M Tris-HCl pH 8.0 buffer (volume appropriated to complete 195 μ L) for 15 min at 28 °C, after which 8 mM BApNA (5 μ L) was joined and the incubation was carried out for 30 min at 37 °C. Enzymatic activity was ruled in by checking the absorbance at 405 nm using a microplate reader (μ Quant MX200, BioTek Instruments Inc., Winooski, VT, USA). One unit of trypsin activity was designated as the amount of enzyme that cleaves 1 μ mol of BApNA in one minute under settled conditions. Two independent trials were performed in triplicate.

2.5.4.2 Effects of PcLEO and BMDB on amylase activity

An adapted version of the method of Bernfeld (1955) was used to determine α -amylase activity. In the control assay, the intestinal extract in acetate

buffer (50 μ L; 500 μ g of proteins) was joined to 50 μ L of acetate buffer and 400 μ L of soluble starch solution (1% [w/v] in acetate buffer). In the test assays, the intestinal extract (50 μ L, 500 μ g of protein) was incubated for 15 min at 28 °C with PcLEO or BMDB (50 μ L) before joining the starch solution. After the addition of starch, the assays were incubated at 50 °C for 10 min. The reaction was blocked by adding 500 μ L of 3,5-dinitrosalicylic acid (DNS). The mixtures were then heated to 100 °C for 6 min and promptly chilled on ice for 15 min. Absorbance was measured at 540 nm using a spectrophotometer, and the concentration of reducing sugars was estimated using a standard curve of glucose reaction with DNS ($y = 0.7317x + 0.0225$, where x is the glucose concentration in μ M and y is the absorbance). One unit of amylase activity was designated as the amount of enzyme that produces 1 μ mol of glucose in one minute. Two independent trials were performed in triplicate.

2.6. Statistical analysis

The results were given as mean $\pm$ standard error of the mean (SEM). Significant differences between the groups were determined by Tukey test ($p < 0.05$) subsequent to analysis of variance (ANOVA) using GraphPad Prism 4.0 for Windows (GraphPad Software, San Diego, California, USA). The concentrations or doses required to kill 50% of the insects (LC_{50} or LD_{50}) were calculated by probit analysis, along with the 95% confidence intervals, using the MedCalc version 19.8 software (MedCalc Software Ltd, Ostend, Belgium).

3. Results and discussion

As described by Silva et al. (2016), the main components of PcLEO used in the present work were a phenylpropanoid (BMDB, 30.62%), a monoterpene (terpinolene 17.44%), and a sesquiterpene [(E)-caryophyllene, 6.27%]. We investigated the insecticidal activity of PcLEO against *S. zeamais*, and the potential involvement of its major component, BMDB.

Through the analysis of the data obtained in the NMR (^1H and ^{13}C) and GC-MS, it was possible to confirm that the synthesized molecule corresponded to BMDB. Characterization data for the compound (Table 1) were in accordance with the literature (Marques et al., 2008; Moreira et al., 1997; Silva et al., 2016). BMDB has previously been described as an insecticidal agent against *A. aegypti* larvae (Silva et al., 2016; Marques et al., 2017).

PcLEO and BMDB showed fumigation toxicity against *S. zeamais* adults, with LC_{50} of 9.46 [6.5–15.55] $\mu\text{L/L}$ of air for the oil and 0.85 [0.42–1.43] $\mu\text{L/L}$ of air for BMDB. Thus, the BMDB compound proved to be 11 times more efficient than oil, which suggests that this compound is the main component responsible for the fumigant effect. The mortality rate of the control (acetone) was zero at the end of the experiment and in, positive control, deltamethrin showed a LC_{50} of 0.37 [0.21–0.40] $\mu\text{L/L}$ of air.

The fumigating agents interfere with respiratory function, entering the tissues and interrupting the action of different enzymes, causing the death of the insect (Cichowlaz, 2004). They can be used for pest control in grain storage facilities, as they are able to penetrate cracks, crevices, wood, and compacted areas (Libs and Salim, 2017). Essential oils and volatile compounds derived from other plants have shown a fumigant action against *S. zeamais*, with LC_{50} values

higher or lower than those found for PcLEO and BMDB (Table 2). Arena et al. (2017) considered the toxicity by fumigation of the essential oil of leaves of *Minthostachys verticillata* as strong, and the LC₅₀ was approximately seven times greater than that of PcLEO; they attributed this effect mainly to the monoterpenic compounds pulegone and mentone. As shown in Table 2, the essential oils extracted from *Piper hispidinervum* C. DC leaves and *Piper nigrum* L. had lower LC₅₀ values than PcLEO, while the oils of *Piper aduncum* L. and *P. marginatum* had higher values (Coitinho et al., 2011; Chaubey, 2017). As in our study, the toxicity of *P. hispidinervum* oil was also attributed to the presence of a major phenylpropanoid, in this case, safrole (Coitinho et al., 2011). Another phenylpropanoid that is toxic to *S. zeamais* by fumigation is eugenol (Coitinho et al., 2011). Terpinolene, the second major component of PcLEO, has also been described as toxic by fumigation against *S. zeamais* with an LC₅₀ of 1.3 mg/cm² (Wang et al., 2009).

In contact toxicity tests, the BMDB compound also promoted greater toxicity (LD₅₀: 6.16 [4.73–7.79] µg/g) when compared to PcLEO (LD₅₀: 9.38 [7.44–12.00] µg/g). No mortality was observed in the control group while deltamethrin showed a LD₅₀ of 0.68 [0.53–0.79] µg/g. The contact toxicity of other essential oils and their compounds against maize weevils has previously been described (Table 3). Considering other oils and compounds whose contact toxicity was also measured at doses of µg/g, PcLEO and BMDB showed intermediate values of LC₅₀. Leaf oils from *P. hispidinervum* and *P. aduncum* were substantially more toxic by contact than PcLEO and BMDB (Estrela et al., 2006).

The toxic effect by contact in adults of *S. zeamais* depends on the efficiency with which the essential oil components penetrate the insect cuticle

(Lira et al., 2015). According to Gaire et al. (2019), compounds having simple carbon-carbon bonds outside the benzene ring may have greater contact toxicity, as is the case with BMDB. In fact, Hematpoor et al. (2017) reported that the phenylpropanoids asaricin, isoasarone, and trans-asarone (isolated from the roots of *Piper sarmentosum* Roxb), which have double carbon-carbon bonds outside the benzene ring, did not show contact toxicity against *Sitophilus oryzae* L., *Rhyzopertha dominica* F., or *Plodia interpunctella* Hübner. Terpinolene has also been described as toxic by contact against *S. zeamais* with an LC_{50} of 59.60 $\mu\text{g}/\text{mg}$ (Wang et al., 2009) and therefore, this compound and BMDB are likely responsible for the effects of the oil revealed here.

In the ingestion toxicity assay, PcLEO and BMDB induced ($F_{10,77} = 195.3$; $p < 0.0001$) the mortality of *S. zeamais* in a dose-dependent manner (Figure 1A). The LC_{50} values found were 16.04 [13.25–18.55] and 14.30 [10.15–17.62] mg/g for PcLEO and BMDB, respectively. With regard to nutritional parameters, the relative growth rates (Figure 1B) in the treatments with PcLEO and BMDB were significantly different from the control ($F_{10,77} = 46.46$; $p < 0.0001$), with loss of biomass in all treatments; BMDB showed more noticeable effects at the three highest concentrations. There was also a significant difference in the relative consumption rate (Figure 1C) ($F_{10,77} = 24.38$; $p < 0.0001$) in the treatments with PcLEO and BMDB compared to the control. This indicates that the control insects ingested significantly more food than in the oil or compost treatments. Finally, the conversion efficiency of food in treatments with oil and BMDB (Figure 1D) showed negative values, unlike the control ($F_{10,77} = 57.26$; $p < 0.0001$), revealing that insects were unable to transform the nutrients ingested into biomass; instead, they metabolized their own reserves, brought about loss of biomass. For this

parameter, essential oil had a greater impact than BMDB. Incorporation of deltamethrin (positive control) in insect diet resulted in mortality with a LC_{50} of 25.4 [20.2–31.4] $\mu\text{g/g}$.

PcLEO and BMDB had a strong deterrent effect on insect feeding. The FDI values for oil treatments ranged between 92.05 and 95.96%. For BMDB treatments, the FDI values were 82.08 to 91.04%. The data suggest that PcLEO and BMDB both reduced food intake and hindered the incorporation of nutrients from the small amount of food consumed. These anti-nutritional properties are related to the mortality of *S. zeamais* adults in the ingestion test.

Some essential oils were evaluated for their toxicity to adult *S. zeamais* when ingested. Ribeiro et al. (2020) analyzed the toxicity of ingesting the essential oil of *Croton rudolphianus* Müll leaves. Arg., with an LC_{50} of 102.66 ($\mu\text{L/g}$). Ingestion of the essential oil of *C. rudolphianus* caused a decrease in the relative consumption and relative biomass gain rates as well as in the efficiency of the conversion of eaten food; however, it did not have a deterrent effect, unlike PcLEO. The essential oil of the inflorescences of *Alpinia purpurata* (Vieill.) K. Schum. exerted anti-nutritional effects on adults of *S. zeamais*, but was a weak food deterrent and did not cause insect mortality from ingestion (Lira et al., 2015). The phenylpropanoid eugenol also showed toxicity for ingestion for *S. zeamais* (LC_{50} of 14.6 $\mu\text{L/40 g}$) when added to corn kernels (Coitinho et al., 2011).

To verify the possible interference of PcLEO and BMDB in the digestion of *S. zeamais*, the effects of these agents on trypsin and α -amylase activities in insect intestinal extracts were determined. Both oil and BMDB significantly inhibited ($F_{4,25} = 604.0$; $p < 0.0001$) trypsin activity (Figure 2A), with the oil able to neutralize the catalytic action of this enzyme. Both samples also significantly

inhibited ($F_{4,25} = 22.74$; $p < 0.0001$) α -amylase activity (Figure 2B), but to a lesser extent.

Studies have related the inhibition of digestive enzyme activities (proteases and carbohydrases) to changes in nutritional parameters and/or insect mortality. Lectins isolated from leaves of *Myracrodruon urundeuva* Allemão (MuLL), and cladodes of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. (OfiL) and *Moringa oleifera* Lam. (WSMoL) showed anti-nutritional effects against *S. zeamais*, modulating the catalytic activity of digestive enzymes. MuLL inhibited total protease, trypsin, and amylase activities, while OfiL and WSMoL stimulated protease activity (Napoleão et al., 2013; Souza et al., 2018; Oliveira et al., 2020). Both inhibition and stimulation of digestive enzyme activity can cause an imbalance in homeostasis of the intestinal tract, interfering with the digestion and absorption of nutrients (Napoleão et al., 2019).

Few studies have evaluated the effects of essential oils and their components on the activity of insect digestive enzymes. However, Silva et al. (2016) evaluated the effect of the same oil used in the present study, as well as BMDB and terpinolene, on the protease activity of the intestinal tract of *A. aegypti* larvae. They found that oil and terpinolene inhibited larval intestinal protease activity, whereas BMDB had no inhibitory effect. Comparing the effects of PcLEO and BMDB on the proteases of *A. aegypti* and *S. zeamais*, we can conclude that the efficiency of the oil in inhibiting these enzymes in insects is likely due to components other than BMDB, as is the case with terpinolene for the *A. aegypti* enzymes. These results confirm the potential of PcLEO to interfere with the action of insect digestive enzymes and cause anti-nutritional effects.

4. Conclusion

The essential oil extracted from the leaves of *P. corcovadensis* and its major compound (BMDB) are promising natural alternatives to control the maize weevil, as they proved toxic by fumigation, contact, and ingestion. When isolated, BMDB had a fumigating and contact action greater than that of the essential oil, while ingestion toxicity was similar for both. Both the oil and BMDB similarly inhibited trypsin and α -amylase activity. The results invite further research in the evaluation of strategies and safety in the application of these natural agents for the control of *S. zeamais*.

Acknowledgments

The authors are grateful to the *Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico* [CNPq, processes 422233/2018-8, 407192/2018-2 (research project) and 303404/2019-1 and 309701/2019-8 (researcher scholarship)], the *Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior* (CAPES, Finance Code 001) and *Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco* (FACEPE; APQ-0443-1.06/15; APQ-0414-2.08/17).

References

Adarkwah, C., Obeng-Ofori, D., Prozell, S., Asante, V., Hörmann, V., Ulrichs, C., Schöller, M., 2018. Toxicity and protectant potential of *Piper guineense*

(Piperaceae) and *Senna siamea* (Fabaceae) mixed with diatomaceous earth for the management of three major stored product beetle pests. *Int. J. Pest Manag.* 64, 128–139.
<https://doi.org/10.1080/09670874.2017.1346327>

Adedire, CO, Obembe, OM, Akinkurolere, RO, Oduleye, SO, 2011. Response of *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) to extracts of cashew kernels. *J. Plant Dis. Prot.* 118, 75–79.
<https://doi.org/10.1007/BF03356385>

Araújo, AMN, Oliveira, JV, França, SM, Navarro, DMAF, Barbosa, DRS, Dutra, KA, 2019. Toxicity and repellency of essential oils in the management of *Sitophilus zeamais*. *Rev. Bras. Eng. Agrícola e Ambient.* 23, 372–377.
<https://doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v23n5p372-377>

Arena, JS, Peschiutta, ML, Calvimonte, H., Zygadlo, JA, 2017. Fumigant and repellent activities of diferente essential oils alone and combined against the maize weevil (*Sitophilus zeamais* Motschulsky). *MOJBoc.* 1, 249-253.
<https://doi.org/10.15406/mojboc.2017.01.00043>.

Askar, SI, Al-Assaal, MS, Nassar, AMK, 2016. Efficiency of some essential oils and insecticides in the control of some *Sitophilus* insects (Coleoptera: Curculionidae). *Egyp. J. Plant Pro. Res.* 4, 39-55.

Autran, ES, Neves, IA, Silva, CSB, Santos, GKN, Câmara, CAG, Navarro, DMAF, 2009. Chemical composition, oviposition deterrent and larvicidal activities against *Aedes aegypti* of essential oils from *Piper marginatum* Jacq. (Piperaceae). *Bioresour. Technol.* 100, 2284–2288.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.10.055>

- Ayedun, H., 2019. Chemical modification of corn wastes for industrial use. J. Chem Soc. Nigeria 44, 779-783.
- Bernfeld, P., 1955. Amylases, α and β . In: Colowick, S.P., Kaplan, N.O. (Eds.), Methods in Enzymology, vol. 1. Academic Press, New York, pp. 149–158.
- Chaubey, MK, 2011. Fumigant toxicity of essential oils against rice weevil *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera: Curculionidae). J. Biol. Sci. 11, 411–416. <https://doi.org/10.3923/jbs.2011.411.416>
- Chaubey, MK, 2017. Evaluation of insecticidal properties of *Cuminum cyminum* and *Piper nigrum* essential oils against *Sitophilus zeamais*. J. Entomol. 14, 148–154. <https://doi.org/10.3923/je.2017.148.154>
- Chaubey, MK, 2018. Study of insecticidal properties of *Trachyspermum ammi* and *Mentha arvensis* essential oils against *Sitophilus zeamais* L. (Coleoptera: Curculionidae). Curr. Life Sci. 4, 10–17. <https://doi.org/10.5281/zenodo.1146710>
- Chu, SS, Feng Hu, J., Liu, ZL, 2011. Composition of essential oil of Chinese *Chenopodium ambrosioides* and insecticidal activity against maize weevil, *Sitophilus zeamais*. Pest Manag. Sci. 67, 714–718. <https://doi.org/10.1002/ps.2112>
- Chu, SS, Liu, QR, Liu, ZL, 2010. Insecticidal activity and chemical composition of the essential oil of *Artemisia vestita* from China against *Sitophilus zeamais*. Biochem. Syst. Ecol. 38, 489–492. <https://doi.org/10.1016/j.bse.2010.04.011>
- Cichowlaz, SD, 2004. Fumigation - the use of poisonous and lethal fumigants. Volume V (2004 - 2005 Version), Nevada State Department of Agriculture.

- Coitinho, RLBC, de Oliveira, JV, Gondim, MGC, Câmara, CAG, 2011. Toxicidade por fumigação, contato e ingestão de óleos essenciais para *Sitophilus zeamais* Motschulsky, 1885 (Coleoptera: Curculionidae). Cienc. e Agrotecnologia 35, 172–178. <https://doi.org/10.1590/S1413-70542011000100022>
- Cossolin, JFS, Pereira, MJB, Martínez, LC, Turchen, LM, Fiaz, M., Bozdoğan, H., Serrão, JE, 2019. Cytotoxicity of *Piper aduncum* (Piperaceae) essential oil in brown stink bug *Euschistus heros* (Heteroptera: Pentatomidae). Ecotoxicology 28, 763–770. <https://doi.org/10.1007/s10646-019-02072-8>
- Dutra, KA, Teixeira, VW, Cruz, GS, Silva, CTS, D'Assunção, CG, Ferreira, CGM, Monteiro, ALB, Agra-Neto, AC, Lapa Neto, CJC, Teixeira, AA., Navarro, DMAF, 2019. Morphological and immunohistochemical study of the midgut and fat body of *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) (Lepidoptera: noctuidae) treated with essential oils of the genus *Piper*. Biotech. Histochem. 94, 498–513. <https://doi.org/10.1080/10520295.2019.1599144>
- Estrela, JLV, Fazolin, M., Catani, V., Alécio, MR, Lima, MS, 2006. Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. Pesqui. Agropecu. Bras. 41, 217–222.
- Facundo, VA, Moraes, SM, Braz Filho, R., 2004. Constituintes químicos de *Ottonia corcovadensis* Miq. da Floresta Amazônica - Atribuição dos deslocamentos químicos dos átomos de hidrogênio e carbono. Quim. Nova 27, 79–83. <https://doi.org/10.1590/s0100-40422004000100017>
- Fouad, HA, Camara, CAG, 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. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2017.06.001>
- França, LP, Amaral, ACF, Ramos, AS, Ferreira, J.L.P., Maria, ACB, Oliveira, KMT, Araujo Jr, E.S., Branches, ADS, Silva, JN, Silva, NG, Barros, GA, Chaves, FCM, Tadei, WP, Silva, JRA, 2021. *Piper capitarianum* essential oil: a promising insecticidal agent for the management of *Aedes aegypti* and *Aedes albopictus*. Environ. Sci. Pollut. Res. 28, 9760–9776. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-11148-6>
- Gaire, S, Scharf, ME, Gondhalekar, AD, 2019. Toxicity and neurophysiological impacts of plant essential oil components on bed bugs (Cimicidae: Hemiptera). Sci Rep 9, 3961. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-40275-5>
- García-Lara, S., Serna-Saldivar, SO, 2019. Corn history and culture, in: Serna-Saldivar, S.O. (Ed.), Corn – Chemistry and Technology. Elsevier, pp. 1–18. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811971-6.00001-2>
- Hematpoor, A., Liew, S., Azirun, M., Khalijah A., 2017. Insecticidal activity and the mechanism of action of three phenylpropanoids isolated from the roots of *Piper sarmentosum* Roxb. Sci. Rep. 7, 12576. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-12898-z>
- Herrera, JM, Zunino, M., Massuh, Y., Pizzollito, RP, Dambolena, JS, Gañan, N., Zygodlo, JA, 2014. Fumigant toxicity of five essential oils rich in ketones against *Sitophilus zeamais* (Motschulsky). Agriscientia, 31, 35-41.
- Isman, MB, Koul, O., Luczynski, A., Kaminski, J., 1990. Insecticidal and antifeedant bioactivities of neem oils and their relationship to azadirachtin content. J. Agric. Food Chem. 38, 1406-1411.

- Jensen, HR, Scott, IM, Sims, S., Trudeau, VL, Arnason, JT, 2006. Gene expression profiles of *Drosophila melanogaster* exposed to an insecticidal extract of *Piper nigrum*. J. Agric. Food Chem. 54, 1289–1295. <https://doi.org/10.1021/jf052046n>
- Kakade, ML, Rackis, JJ, Mcghee, JG, 1969. An evaluation of natural vs. synthetic substrates for measuring the anti-tryptic activity of soy bean samples. Cereal Chem. 46, 518-526.
- Khan, K., Khan, GD, Din, SU, Khan, SA, Ullah, W., 2014. Evaluation of different wheat genotypes against rice weevil (*Sitophilus oryzae* (L.) (Coleopteran: Curculionidae). Jb. Biol. Agric. Healthcare 4, 85-89.
- Libs, ERS, Salim, ERA, 2017. Formulation of essential oil pesticides technology and their application. Agric. Res. Technol. Open Access J. 9, ARTOAJ.MS.ID.555759.
- Lira, CS, Pontual, EV, Albuquerque, LP, Paiva, LM, Paiva, PMG, Oliveira, JV, Napoleão, TH, Navarro, DMAF, 2015. Evaluation of the toxicity of essential oil from *Alpinia purpurata* inflorescences to *Sitophilus zeamais* (maize weevil). Crop Prot. 71, 95–100. <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2015.02.004>
- Liu, ZL, Goh, SH, Ho, SH, 2007. Screening of Chinese medicinal herbs for bioactivity against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). J. Stor. Prod. Res. 43, 290-296.
- Liu, Z.L., Ho, SH, 1999. Bioactivity of the essential oil extracted from *Evodia rutaecarpa* Hook f. et Thomas against the grain storage insects, *Sitophilus zeamais* Motsch. and *Tribolium castaneum* (Herbst). J. Stored Prod. Res. 35, 317–328. [https://doi.org/10.1016/S0022-474X\(99\)00015-6](https://doi.org/10.1016/S0022-474X(99)00015-6)

- Lowry, OH, Rosebrough, NJ, Farr, AL, Randall, RJ, 1951. Protein measurement with the Folin phenol reagent. *J. Biol. Chem.* 193, 265-275.
- Madbouly, S., Zhang, C., Kessler, MR, 2015. Bio-based plant oil polymers and composites. Elsevier Inc., Oxford, UK.
- Malia, HAE, Rosi-Denadai, CA, Guedes, NMP, Martins, GF, Guedes, RNC, 2016. Diatomaceous earth impairment of water balance in the maize weevil, *Sitophilus zeamais*. *J. Pest Sci.* 89, 945–954. <https://doi.org/10.1007/s10340-016-0732-0>
- Marques, AM, Barreto, ALS, Batista, EM, Curvelo, JAR, Velozo, LSM, Moreira, D de L, Guimarães, EF, Soares, RMA, Kaplan, MAC, 2010. Chemistry and biological activity of essential oils from *Piper claussonianum* (Piperaceae). *Nat. Prod. Commun.* 5, 1837-1840. <https://doi.org/10.1177/1934578X1000501131>
- Marques, AM, Velozo, LS, Carvalho, MA, Serdeiro, MT, Honório, NA, Kaplan, MAC, Maleck, M., 2017. Larvicidal activity of *Ottonia anisum* metabolites against *Aedes aegypti*: A potential natural alternative source for mosquito vector control in Brazil. *J. Vector Borne Dis.* 54, 61–68.
- Marques, AM, Velozo, LSM, Guimarães, EF, Kaplan, MAC, 2008. Characterization of an arylbutanoic derivative from leaves and roots of *Ottonia anisum* Sprengel. *Brazilian J. Pharmacogn.* 18, 709–712. <https://doi.org/10.1590/S0102-695X2008000500013>
- Medrano-Ochoa, JL, Palacio-Herrera, FM, Torralbo-Cabrera, Y., Arroyo-Salgado, B., Jaramillo-Colorado, BE, Pino-Benítez, N., 2021. Volatile chemical composition of *Piper sancti-felicis* Trel essential oil and its biocidal

- action against *Tribolium castaneum* (Herbst). Acta Scient. Biol. Sci. 43, e53534. <https://doi.org/10.4025/actascibiolsci.v43i1.53534>
- Miedaner, T, Juroszek, P., 2021. Global warming and increasing maize cultivation demand comprehensive efforts in disease and insect resistance breeding in north-western Europe. Plant Pathol. <https://doi.org/10.1111/ppa.13365>
- Moreira, DL, Kaplan, MAC, Guimarães, EF, 1997. 1-Butyl-3,4-methylenedioxybenzene as the major constituent of essential oil from *Ottonia anisum* Sprengel (Piperaceae). J. Essent. Oil Res. 9, 565–568. <https://doi.org/10.1080/10412905.1997.9700778>
- Mpala, L., Chikowe, G., Cock, IE, 2019. *Piper novae-hollandiae* Miq. leaf extracts lack antibacterial activity and are non-toxic in vitro. Pharmacogn. Commun. 9, 75–79. <https://doi.org/10.5530/pc.2019.2.14>
- Napoleão, TH, Albuquerque, LP, Santos, NDL, Vila Nova, IC, Lima, TA, Paiva, PMG, Pontual, EV, 2019. Insect midgut structures and molecules as targets of plant-derived protease inhibitors and lectins. Pest Manag. Sci. 75, 1212–1222.
- Napoleão, TH, Belmonte, BR, Pontual, EV, Albuquerque, LP, Sá, RA, Paiva, LM, Coelho, LCBB, Paiva, PMG, 2013. Deleterious effects of *Myracrodruon urundeuva* leaf extract and lectin on the maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Coleoptera, Curculionidae). J. Stored Prod. Res. 54, 26–33. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2013.04.002>
- Nwosu, LC, Adedire, CO, Ogunwolu, EO, 2015a. Feeding site preference of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) on maize grain. Int. J. Trop. Insect Sci. 35, 62–68. <https://doi.org/10.1017/S1742758415000065>

- Nwosu, LC, Adedire, CO, Ogunwolu, EO, Ashamo, MO, 2015b. Relative susceptibility of 20 elite maize varieties to infestation and damage by the maize weevil, *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). Int. J. Trop. Insect Sci. 35, 185–192. <https://doi.org/10.1017/S1742758415000193>
- OECD/FAO (2020), OECD-FAO Agricultural Outlook 2020-2029, OECD Publishing, Paris/FAO, Rome, <https://doi.org/10.1787/1112c23b-en>.
- Oliveira, APS, Agra-Neto, AC, Pontual, EV, Lima, TA, Cruz, KCV, Melo, KR, Oliveira, AS, Coelho, LCB, Ferreira, M.R.A., Soares, LAL, Napoleão, TH, Paiva, PMG, 2020. Evaluation of the insecticidal activity of *Moringa oleifera* seed extract and lectin (WSMoL) against *Sitophilus zeamais*. J. Stored Prod. Res. 87, 101615. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2020.101615>
- Preedy, VR, 2015. Essential oils in food preservation, flavor and safety, Elsevier, London, Academic Press.
- Ribeiro, IATA, Silva, R, Silva, AG, Milet-Pinheiro, P., Paiva, PMG, Navarro, DMAF, Silva, MV, Napoleão, TH, Correia, MTS, 2020. Chemical characterization and insecticidal effect against *Sitophilus zeamais* (maize weevil) of essential oil from *Croton rudolphianus* leaves. Crop Prot. 129, 105043. <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2019.105043>
- Rosa, JS, Oliveira, L., Sousa, RMOF, Escobar, CB, Fernandes-Ferreira, M., 2019. Bioactivity of some Apiaceae essential oils and their constituents against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). Bull. Entomol. Res. 110, 406-416. <https://doi.org/10.1017/S0007485319000774>
- Scalvenzi, L., Radice, M., Toma, L., Severini, F., Boccolini, D., Bella, A., Guerrini, A., Tacchini, M., Sacchetti, G., Chiurato, M., Romi, R., Luca, M., 2019. Larvicidal activity of *Ocimum campechianum*, *Ocotea quixos* and *Piper*

aduncum essential oils against *Aedes aegypti*. Parasite 26.
<https://doi.org/10.1051/parasite/2019024>

Scott, IM, Jensen, H., Nicol, R., Lesage, L., Bradbury, R., Sánchez-Vindas, P., Poveda, L., Arnason, J.T., Philogène, B.J.R., 2004. Efficacy of *Piper* (Piperaceae) extracts for control of common home and garden insect pests. J. Econ. Entomol. 97, 1390–1403. <https://doi.org/10.1603/0022-0493-97.4.1390>

Silva, MFR, Bezerra-Silva, PC, Lira, CS, Albuquerque, BNL, Agra-Neto, AC, Pontual, EV, Maciel, JR, Paiva, PMG, Navarro, DMAF, 2016. Composition and biological activities of the essential oil of *Piper corcovadensis* (Miq.) C. DC (Piperaceae). Exp. Parasitol. 165, 64–70.
<https://doi.org/10.1016/j.exppara.2016.03.017>

Souza, CS, Procópio, TF, Belmonte, BR, Paiva, PMG, Albuquerque, LP, Pontual, EV, Napoleão, TH, 2018. Effects of *Opuntia ficus-indica* lectin on feeding, survival, and gut enzymes of maize weevil, *Sitophilus zeamais*. Appl. Biol. Chem. 61, 337–343. <https://doi.org/10.1007/s13765-018-0363-7>

Subaharan, K., Senthoorraja, R., Manjunath, S, Thimmegowda, GG, Pragadheesh, VS, Bakthavatsalam, N., Mohan, M., Senthil-Nathan, S., David, KJ, Basavarajappa, S., Ballal, C., 2021. Toxicity, behavioural and biochemical effect of *Piper betle* L. essential oil and its constituents against housefly, *Musca domestica* L. Pestic. Biochem. Physiol. 174, 104804.

Suthisut, D., Fields, PG, Chandrapatya, A., 2011. Fumigant toxicity of essential oils from three Thai plants (Zingiberaceae) and their major compounds against *Sitophilus zeamais*, *Tribolium castaneum* and two parasitoids. J. Stored Prod. Res. 47, 222–230. <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2011.03.002>

- Tripathi, AK, 2018. Pests of stored grains, in: Omkar (Ed.), Pests and Their Management. Springer, pp. 311–319.
- Ukoroije, RB, Otayor, RA, 2020. Review on the bio-insecticidal properties of some plant secondary metabolites: types, formulations, modes of action, advantages and limitations. Asian J. Res. Zool. 3, 27-60.
<https://doi.org/10.9734/AJRIZ/2020/v3i430099>
- Wang, JL, Li, Y., Lei, CL, 2009. Evaluation of monoterpenes for the control of *Tribolium castaneum* (Herbst) and *Sitophilus zeamais* Motschulsky. Nat. Prod. Res. 23, 1080-1088.
- Xie, YS, Bodnaryk, RP, Fields, PG, 1996. A rapid and simple flour-disk bioassay for testing substances active against stored-product insects. Can. Entomol. 128, 865-875.
- Yang, K., Zhou, YX, Wang, CF, Du, SS, Deng, ZW, Liu, QZ, Liu, ZL, 2011. Toxicity of *Rhododendron anthopogonoides* essential oil and its constituent compounds towards *Sitophilus zeamais*. Molecules 16, 7320–7330.
<https://doi.org/10.3390/molecules16097320>

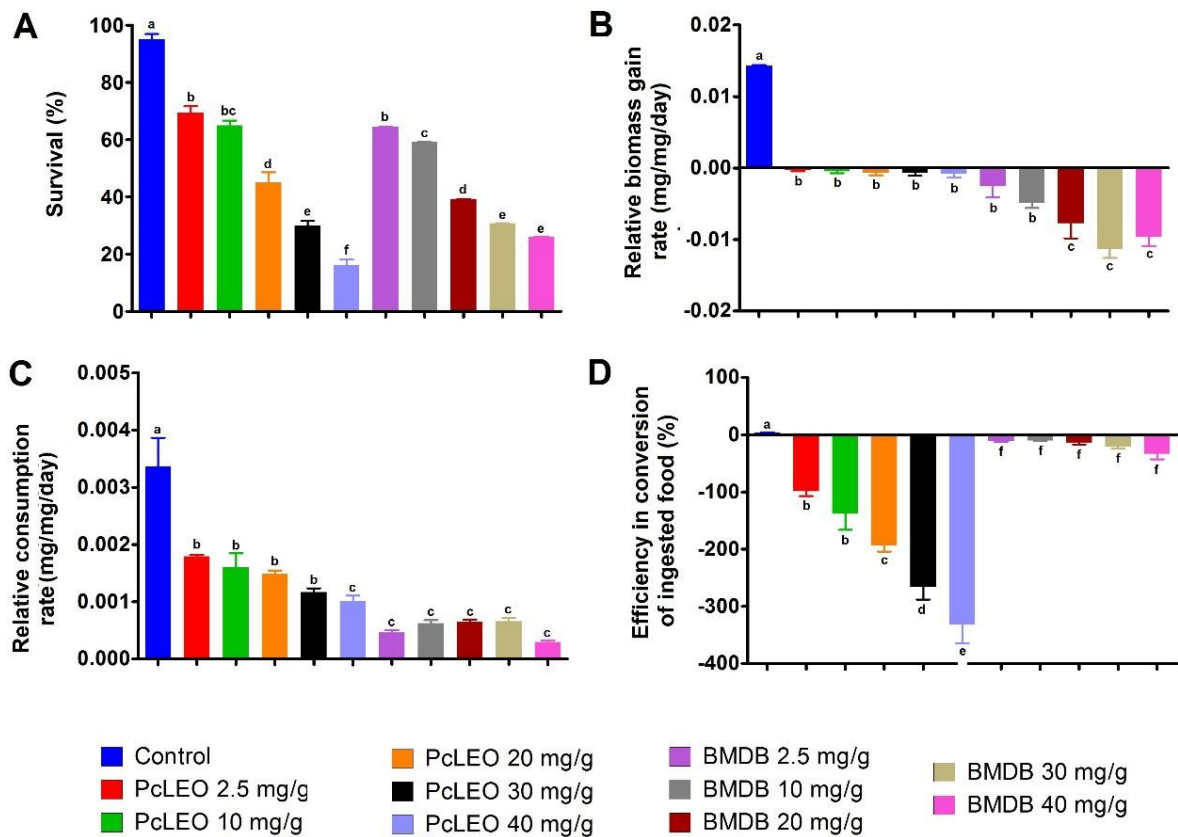
Figure

Figure 1. Evaluation of survival and nutritional parameters of *Sitophilus zeamais* adults maintained for 7 days on artificial diets containing the essential oil of *P. corcovadensis* leaves (PcLEO) or the compound 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB) in different concentrations. (A) Survival rate. (B) Biomass gain rate, corresponding to the amount of biomass (mg) acquired daily per mg of initial body weight. (C) Relative consumption rate, indicating the daily amount of food consumed (mg) per mg of body weight. (D) Efficiency in converting ingested food (%), indicating the amount of food ingested that was incorporated by insects as biomass. Different letters indicate significant differences between treatments by analysis of variance (ANOVA) followed by

Tukey's test ($p < 0.05$). Each bar corresponds to the mean $\pm$ SEM of eight replicates.

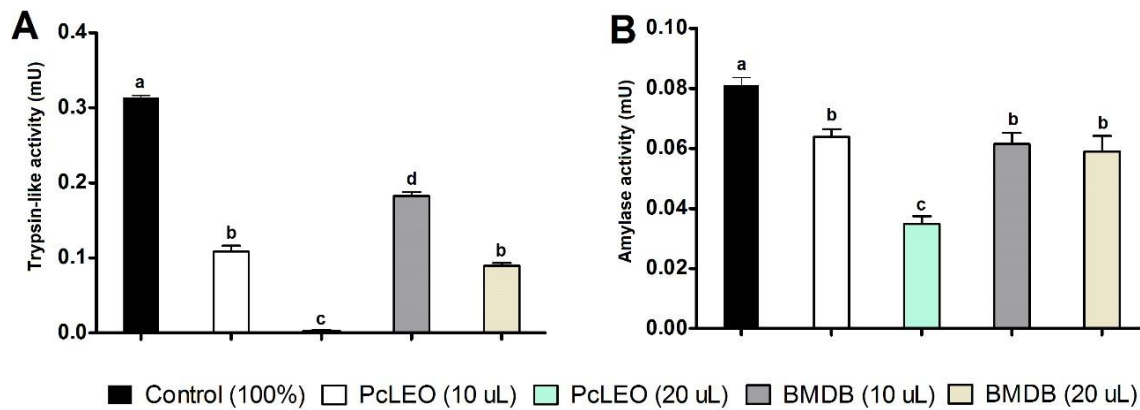


Figure 2. Effect of the essential oil of *P. corcovadensis* leaves (PcLEO) or the compound 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB) on the activity of the enzymes trypsin (A) and α -amylase from intestinal extracts of *S. zeamais*. Different letters indicate significant differences between treatments by analysis of variance (ANOVA) followed by Tukey's test ($p < 0.05$). Each bar corresponds to the mean $\pm$ SEM of six replicates.

Table 1. Characterization of 1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB).

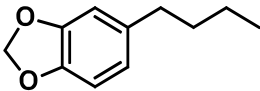
Structure of compound	Spectra results
	¹ H NMR (300 MHz): δ 6.69(m, 3H), 5.92 (s, 2H), 2.54 (t, J= 7.5 Hz, 2H) , 1.57 (m, 2H), 1.35 (m, 2H), 0.93 (t, J=7.5 Hz, 3H).
	¹³ C NMR (300 MHz): δ 147.4, 145.3, 136.8, 121.0, 108.9, 108.0, 100.7, 35.4, 33.9, 22.2, 13.9.
	MS (EI) <i>m/z</i> (%) 178 (M ⁺), 135(43), 105 (73), 91 (87), 77 (101), 51(127).

Table 2. Fumigation toxicity of essential oils and volatile compounds from plants against *S. zeamais*.

Oil/Compound	LC₅₀ (μL/L of air)	References
<i>Oil of Eucalyptus globulus (Folhas)</i>	335.7	Arena et al. (2017)
<i>β-Pinene</i>	178.0	Suthisut et al. (2011)
<i>α-Pinene</i>	120.0	Suthisut et al. (2011)
<i>Eugenol</i>	94.7	Coitinho et al. (2011)
<i>Oil of Alpinia conchigera (Rhizomes)</i>	85.0	Suthisut et al. (2011)
<i>Oil of Piper marginatum (leaves)</i>	46.7	Coitinho et al. (2011)
<i>Terpinen-4-ol</i>	45.0	Suthisut et al. (2011)
<i>Oil of Minthostachys verticillata (leaves)</i>	28.2	Arena et al. (2017)
<i>S-carvone</i>	28.1	Herrera (2014)
<i>R-carvone</i>	17.5	Herrera (2014)
<i>Oil of Piper aduncum (leaves)</i>	15.1	Coitinho et al. (2011)
<i>Oil of Piper corcovadensis (leaves) (PcLEO)</i>	9.46	This study
<i>1-butyl-3,4-methylenedioxybenzene (BMDB)</i>	0.85	This study

<i>Oil of Piper hispidinervum (leaves)</i>	0.53	Coitinho et al. (2011)
<i>Oil of Cuminum cyminum</i>	0.253	Chaubey (2017)
<i>Oil of Piper nigrum</i>	0.152	Chaubey (2017)

Table 3. Contact toxicity of essential oils and volatile compounds from plants against *S. zeamais*

OIL/COMPOUND	DL₅₀ (MG/G)	REFERENCES
OIL OF ANETHUM GRAVEOLENS (FRUTOS)	111.3	Rosa et al. (2019)
NEROLIDOL	50.86	Yang et al. (2011)
1,8-CINEOLE	29.30	Yang et al. (2011)
P-CYMENE	> 23.18	Chu et al. (2011)
(S)-CARVONE	23.0	Rosa et al. (2019)
OIL OF RHODODENDRON ANTHOPOGONOIDES (AERIAL PARTS)	11.67	Yang et al. (2011)
OIL OF PIPER CORCOVADENSIS (LEAVES) (PCLEO)	9.38	This study
4-PHENYL-2-BUTANONE	6.98	Yang et al. (2011)
1-BUTYL-3,4- METHYLENEDIOXYBENZENE (BMDB)	6.16	This study
ISOASCARIDOL	2.16	Chu et al. (2011)

<i>OIL OF CHENOPODIUM</i>	2.12	Chu et al. (2011)
<i>AMBROSIoidES</i>		
<i>ASCARIDOL</i>	0.86	Chu et al. (2011)
<i>OIL OF PIPER HISPIDINERVUM</i>	0.04	Estrela et al. (2006)
<i>(LEAVES)</i>		
<i>OIL OF PIPER ADUNCUM (LEAVES)</i>	0.03	Estrela et al. (2006)
