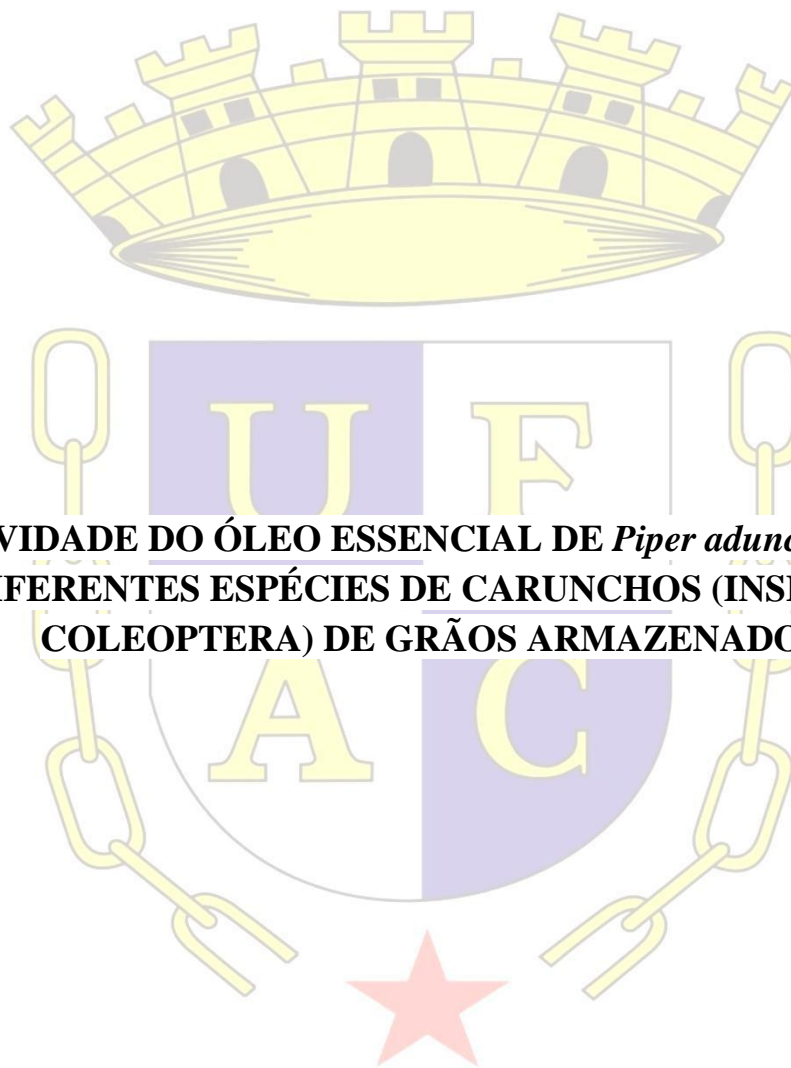


JOSIANE MOURA DO NASCIMENTO



**BIOATIVIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Piper aduncum* L. PARA
DIFERENTES ESPÉCIES DE CARUNCHOS (INSECTA:
COLEOPTERA) DE GRÃOS ARMAZENADOS**

RIO BRANCO – AC

2020

JOSIANE MOURA DO NASCIMENTO

**BIOATIVIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Piper aduncum* L. PARA
DIFERENTES ESPÉCIES DE CARUNCHOS (INSECTA:
COLEOPTERA) DE GRÃOS ARMAZENADOS**

Tese apresentada ao Curso de Pós-graduação em Agronomia, Área de Concentração em Produção Vegetal, da Universidade Federal do Acre, em parceria com a Embrapa, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutora em Agronomia.

Orientador: Prof. Dr. Adalberto Hipólito de Sousa
Co-orientador: Prof. Dr. Carromberth Carioca
Co-orientadora: Prof. Dra. Marilene Santos de Lima

RIO BRANCO – AC

2020

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da UFAC

- N244b Nascimento, Josiane Moura do, 1992 -
Bioatividade do óleo essencial de *Piper aduncum* L. para diferentes espécies de carunchos (insecta: coleoptera) de grãos armazenados / Josiane Moura do Nascimento; Orientador: Dr. Adalberto Hipólito de Souza; Coorientadora: Carromberth Carioca e Marilene Santos de Lima. -2020.
61 f.: il.; 30 cm.
- Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Acre, Programa de Pós – Graduação em Produção Vegetal, Doutor em Agronomia, Rio Branco, 2020.
Inclui referências bibliográficas.
1. Piperáceas. 2. Potencial inseticida. 3. Pragas de grãos armazenados. I. Souza, Adalberto Hipólito de. (Orientador). II. Carioca, Carromberth. (Coorientador). III. Lima, Marilene Santos de. (Coorientadora). IV. Título.

CDD: 338.1

JOSIANE MOURA DO NASCIMENTO

**BIOATIVIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Piper aduncum* L. PARA DIFERENTES
ESPÉCIES DE CARUNCHOS (INSECTA: COLEOPTERA) DE GRÃOS
ARMAZENADOS**

Tese apresentada ao Curso de Pós-graduação em Agronomia, Área de Concentração em Produção Vegetal, da Universidade Federal do Acre, em parceria com a Embrapa, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutora em Agronomia.

APROVADA em 29 de maio de 2020.

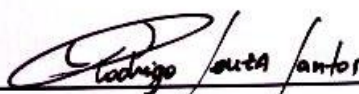
BANCA EXAMINADORA



Dr. Adalberto Hipólito de Sousa (Orientador)
Universidade Federal do Acre



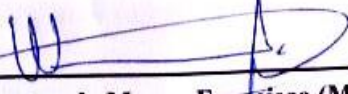
Dra. Marilene Santos de Lima (Coorientadora)
Universidade Federal do Acre



Dr. Rodrigo Souza Santos (Membro)
Embrapa Acre



Dra. Almecina Balbino Ferreira (Membro)
Universidade Federal do Acre



Dr. Wagner de Moura Francisco (Membro)
Ministério Público do Estado do Acre

**Aos meus pais,
José Araújo do Nascimento (in memoriam) e Fátima Lima de Moura e aos meus irmãos, Fabiano Moura do
Nascimento e Jovânia Moura do Nascimento, pelo amor e apoio incondicional**

Dedico

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida, pela saúde e por estar sempre presente na minha vida.

Aos meus familiares, Fátima Lima, Fabiano Moura, Jovânia Moura, Sarah Fantinny, além da grande família de avó, tios e primos, por serem os maiores incentivadores nesta caminhada.

Ao meu orientador Dr. Adalberto Hipólito de Sousa, pela amizade, respeito, orientação, incentivo, disponibilidade, paciência e dedicação ao longo da minha vida acadêmica, além da oportunidade de muito aprendizado ao longo dos anos.

Aos co-orientadores Dr. Carromberth Carioca e Marilene Lima pelos ensinamentos e parceria no doutorado.

A Universidade Federal do Acre, e ao Programa de Pós-graduação em Produção Vegetal, todos os professores do curso, pela oportunidade de aprendizado.

A CAPES pela concessão de bolsa de estudo.

Aos membros da banca examinadora, Dra. Almecina Ferreira, Dra. Marilene Lima, Dr. Rodrigo Santos e Dr. Wagner Francisco pela aceitação do convite, pelas avaliações e todas as considerações para melhoria do trabalho.

Aos meus colegas do curso e do grupo de entomologia, por todo apoio, incentivo, momentos de descontração, momentos de aprendizado ao longo dos anos e pelo auxílio no experimento, Shyrlene Oliveira, Lucas Martins, Jamila Farias, Josilene Rocha, Ana Cláudia, Roger Ventura e Camilla Pedroza.

Aos amigos de profissão, Ediu Carlos, Romário Monteiro, Gilcineide Pires e Tawanny Rocha pelo apoio.

Enfim, a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para realização deste trabalho.

“A persistência é o caminho do êxito.”

Charles Chaplin

RESUMO

O objetivo deste estudo foi investigar a bioatividade do óleo essencial de *Piper aduncum* L. (OEPA) para as espécies de *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae), *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae), *Cryptolestes ferrugineus* (Coleoptera: Cucujidae) e cinco populações de *Sitophilus zeamais*. Foram realizados bioensaios para determinar a toxicidade do OEPA; avaliação do metabolismo respiratório natural dos insetos das populações de *S. zeamais* e sua relação com a toxicidade do OEPA; determinação dos efeitos subletais do OEPA (CL_5) sobre o comportamento de atratividade e iniciação de voo para as diferentes espécies e populações; e investigação dos efeitos de diferentes concentrações do OEPA sobre taxa instantânea de crescimento populacional (r_i) de *S. zeamais*. Para os testes de toxicidade, inicialmente foram realizados testes preliminares para determinar as faixas de concentrações do óleo essencial. Foram determinadas as concentrações letais para 50 e 95% dos insetos (CL_{50} e CL_{95}). Também foram realizados testes com exposições subletais, averiguando efeitos na atividade de atração ou repelência, e testes de voo. Entre as espécies estudadas, *C. ferrugineus* apresentou maior susceptibilidade ao óleo essencial de *P. aduncum* em relação às demais espécies. Foi constatado que a exposição com dose subletal do óleo essencial de *P. aduncum*, influenciou nas respostas comportamentais das espécies. O óleo apresentou efeito neutro para *C. ferrugineus* e possuiu efeito atraente para *S. oryzae* e *S. zeamais*. Entre as populações de *S. zeamais* estudadas, observou-se que todas as populações apresentaram uniformidade de resposta ao óleo essencial e nenhuma exibiu resistência. Também pôde ser constatado que não houve relação entre o padrão natural das taxas respiratórias com a toxicidade das populações. Além disso, o óleo não apresentou efeito repelente para nenhuma das populações de *S. zeamais* estudadas. Sobre a taxa instantânea de crescimento (r_i) para as populações foi possível observar que há efeito isolado das concentrações, levando à diminuição de taxas de crescimento com a presença do óleo essencial de *P. aduncum*.

Palavras-chave: Piperaceae. Potencial inseticida. Pragas de grãos armazenados.

ABSTRACT

This study aimed to investigate the bioactivity of the essential oil of *Piper aduncum* L. (EOPA) for the species *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae), *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae), *Cryptolestes ferrugineus* (Coleoptera: Cucujidae) and five populations of *Sitophilus zeamais*. Bioassays were carried out to determine the toxicity of EOPA; evaluation of the natural respiratory metabolism of insects in the populations of *S. zeamais* and its relationship with the toxicity of EOPA; determination of the sublethal effects of OEPA (LC₅) on the attractiveness and flight initiation behavior for different species and populations; and investigation of the effects of different OEPA concentrations on the instantaneous population growth rate (r_i) of *S. zeamais*. For the toxicity tests, preliminary tests were initially carried out to determine the concentration ranges of the essential oil. Lethal concentrations were determined for 50 and 95% of the insects (LC₅₀ and LC₉₅). Tests were also carried out with sublethal exposures, investigating effects on attraction or repellency activity, and flight tests. Among the species studied, *C. ferrugineus* was more susceptible to the essential oil of *P. aduncum* compared to the other species. It was found that the exposure with a sublethal dose of the essential oil of *P. aduncum*, influenced the behavioral responses of the species. The oil had a neutral effect on *C. ferrugineus* and had an attractive effect on *S. oryzae* and *S. zeamais*. Among the populations of *S. zeamais* studied, it was observed that all populations showed a uniform response to essential oil, and none showed resistance. It could be also noticed that there was no relationship between the natural pattern of respiratory rates and the toxicity of populations. Besides, the oil did not have a repellent effect on any of the populations of *S. zeamais* studied. Regarding the instantaneous growth rate (r_i) for the populations, it was possible to observe that there is an isolated effect of the concentrations, leading to a decrease in growth rates with the presence of the essential oil of *P. aduncum*.

Keywords: Piperaceae. Insecticidal potential. Stored grain pests.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- (A) Coleta da massa vegetal; (B) Secagem do material em estufa; (C) Preparo para extração do OEPA.....	25
Figura 2- Método de extração e separação do OEPA.....	26
Figura 3- Bioensaios de toxicidade por contato para carunchos.....	29
Figura 4- Arenas utilizadas para os bioensaios de atratividade/repelência.....	30
Figura 5- Arenas utilizadas para bioensaios de atividade de voo (Altura e decolagem)....	32
Figura 6- (A) Aerógrafo de ação dupla utilizado para aplicação do óleo essencial no grão. (B) Bioensaio sobre a taxa instantânea de crescimento (r_i).....	33
Figura 7-Taxa respiratória de populações de <i>Sitophilus zeamais</i> . Médias seguidas de mesmas barras, não diferem entre as populações pelo teste de Tukey ($P<0,05$).	41
Figura 8- (A) Decolagem e (B) altura de voo de adultos de <i>Sitophilus oryzae</i> , <i>Sitophilus zeamais</i> e <i>Cryptolestes ferrugineus</i> expostos a CL ₅ do OEPA para a espécie mais susceptível. Espécies agrupadas pela mesma linha de barra não diferem pelo teste de Tukey ($P<0,05$). Asteriscos indicam diferenças significativas entre tratamentos (OEPA e controle) para uma determinada espécie (F de Fisher a $P<0,05$).....	44
Figura 9- (A) Decolagem e (B) altura de voo de populações de <i>Sitophilus zeamais</i> expostas a CL ₅ do OEPA para a população padrão de suscetibilidade. Populações agrupadas pela mesma linha de barra não diferem pelo teste de Tukey ($P<0,05$). Asteriscos indicam diferenças significativas entre tratamentos (OEPA e controle) para uma determinada população (F de Fisher a $P<0,05$).	46
Figura 10- Taxa instantânea de crescimento populacional (r_i) de <i>Sitophilus zeamais</i> em função da concentração do OEPA.....	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Concentrações utilizadas nos bioensaios de toxicidade das espécies <i>Sitophilus zeamais</i> , <i>Sitophilus oryzae</i> e <i>Cryptolestes ferrugineus</i>	27
Tabela 2- Concentrações utilizadas nos bioensaios de toxicidade das populações de <i>Sitophilus zeamais</i>	28
Tabela 3- Composição química e concentrações relativas dos compostos identificados no OEPA utilizando análise por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS).....	35
Tabela 4- Toxicidade residual relativa de <i>Piper aduncum</i> em adultos de espécies brasileiras de <i>Cryptolestes ferrugineus</i> , <i>Sitophilus oryzae</i> e <i>Sitophilus zeamais</i> . O intervalo de concentração do OEPA foi de 0,00016 $\mu\text{L cm}^{-2}$ - 1,10 $\mu\text{L cm}^{-2}$ (24 h exposição).....	37
Tabela 5-Toxicidade residual relativa de <i>Piper aduncum</i> em adultos de populações brasileiras de <i>Sitophilus zeamais</i> em populações de Picos-PI, Crixás-GO, Viçosa-MG, Tunapólis-SC e Juiz de Fora-MG. O intervalo de concentração do OEPA foi de 0,078 $\mu\text{L cm}^{-2}$ -1,10 $\mu\text{L cm}^{-2}$ (24 h exposição).....	39
Tabela 6- Atratividade/repelência do OEPA CL ₅ para <i>Sitophilus zeamais</i> , <i>Sitophilus oryzae</i> e <i>Cryptolestes ferrugineus</i>	42
Tabela 7- Atratividade/repelência do OEPA CL ₅ para as populações de <i>Sitophilus zeamais</i>	42

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1 PRAGAS DE GRÃOS ARMAZENADOS.....	14
2.1.1 <i>Sitophilus zeamais</i> Motschulsky e <i>Sitophilus oryzae</i> (L.) (Coleoptera: Curculionidae)	14
2.1.2 <i>Cryptolestes ferrugineus</i> (Stephens) (Coleoptera: Cucujidae).....	15
2.2 CONTROLES DE PRAGAS DE GRÃOS ARMAZENADOS.....	16
2.3 ÓLEOS ESSENCIAIS.....	17
2.4 FAMÍLIA PIPERACEAE	19
2.4.1 <i>Piper aduncum</i> (L.) (Piperaceae).....	20
2.4.2 COMPOSIÇÃO DO ÓLEO de <i>Piper aduncum</i>	21
2.4.3 ATIVIDADE INSETICIDA DO OEPA.....	22
3 MATERIAL E MÉTODOS	24
3.1 INSETOS	24
3.2 OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE <i>Piper aduncum</i>	25
3.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL DE <i>Piper aduncum</i>	26
3.4 BIOENSAIO DE TOXICIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE <i>Piper aduncum</i> PARA CARUNCHOS.....	27
3.5 BIOENSAIOS DE RESPIROMETRIA DAS POPULAÇÕES DE <i>Sitophilus zeamais</i> ..	29
3.6 EFEITO SUB-LETAL DO ÓLEO SOBRE COMPORTAMENTO DOS INSETOS...	30
3.6.1 Bioensaios de atratividade	30
3.6.2 Bioensaios de atividade de voo	31
3.7 EFEITO DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DO OEPA SOBRE A TAXA INSTANTÂNEA DE CRESCIMENTO POPULACIONAL (<i>ri</i>)	32
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA	34
4.2 TOXICIDADE.....	36
4.3 TAXA RESPIRATÓRIA.....	40
4.4 EFEITO SUBLETAL DO OEPA SOBRE COMPORTAMENTO.....	41
4.4.1 Teste de atratividade.....	41
4.4.2 Atividade de voo.....	43
4.5 EFEITO DO OEPA SOBRE A TAXA INSTANTÂNEA DE CRESCIMENTO	

POPULACIONAL (<i>ri</i>).....	47
5 CONCLUSÕES	49
REFERÊNCIAS	50

1 INTRODUÇÃO

As perdas causadas pelos insetos durante o armazenamento dos grãos podem equivaler ou mesmo superar aquelas provocadas pelas pragas que atacam a cultura no campo (ANDRADE et al., 2012). Enquanto os danos sofridos pela planta em desenvolvimento podem ser compensados em parte por uma recuperação da própria planta danificada, os danos sofridos nos grãos armazenados são definitivos e irrecuperáveis (FARONI et al., 1995; LORINI et al., 2002).

No Brasil, entre os principais insetos-pragas de grãos armazenados, destacam-se os carunchos *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae), *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) e *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens) (Coleoptera: Cucujidae) (LORINI et al., 2015). Os danos causados por esses insetos são irrecuperáveis, levando a desvalorização comercial do produto em decorrência da redução do valor nutricional, capacidade de germinação, perda de peso dos grãos, entre outros fatores (LORINI, 2008; SCHEEPENS et al., 2011).

A principal forma de controle de insetos-pragas de produtos armazenados é feita por inseticidas sintéticos, por ser um método de rápida eficiência. Entretanto, o uso intensivo e indiscriminado tem causado problemas para saúde humana e para o meio ambiente, bem como a seleção de populações de insetos resistentes (BELCHIOR et al., 2014; DUTRA e FERREIRA, 2019). Desta forma, têm-se buscado métodos alternativos de controle, como o uso de substâncias extraídas das plantas com potencial inseticida, por apresentarem vantagens diante dos produtos químicos, como rápida degradação ao meio ambiente (BOYER et al., 2012; PAULIQUEVIS et al., 2013).

As plantas produzem diversos compostos secundários. Os chamados metabólitos secundários podem ser extraídos das sementes, caules, folhas, frutos imaturos, flores, e constituem em sinais químicos relacionados à interação inseto/planta, apresentando relevância do ponto de vista toxicológico (SANTOS et al., 2016; SARRIA et al., 2011). O Brasil é um país com grande número de ecossistemas e destaca-se a biodiversidade da floresta Amazônica, com elevado potencial para a obtenção de compostos secundários de plantas com ação inseticida (PLETSCH e SANT'ANA, 1995).

Entre os inseticidas derivados de plantas, os óleos essenciais se destacam para o controle de insetos, apresentando efeito tóxico e repelente contra várias espécies de insetos-pragas. (MAGALHÃES et al., 2015). No Brasil, entre as espécies mais utilizadas na produção

de óleos essenciais destacam-se *Piper aduncum* L. e *Piper hispidinervum* C.DC, ambas plantas pertencentes à família Piperaceae, das quais apresentam compostos ricos como dilapiol, apiol em *P. aduncum* e safrol em *P. hispidinervum* (NEGREIROS e MIQUELONI, 2015; SANTANA et al, 2015).

O efeito de toxicidade de óleos essenciais para os insetos se dá pela inalação, ingestão ou pela absorção no tegumento dos insetos, podendo ser promissor para o controle por contato ou fumigação (GOMES e FAVERO, 2011; SANTOS et al., 2017; TURCHEN et al., 2016).

Os óleos essenciais além de causarem mortalidade dos insetos também podem causar alterações no seu comportamento, porém essas informações sobre mudanças comportamentais dos insetos quando expostos aos óleos essenciais, exceto para o efeito repelente, também são pouco conhecidas na literatura (MAGALHÃES et al., 2015; MARQUES et al., 2014). No entanto, há alguns trabalhos que mostram alterações na atividade de voo e no caminhamento dos insetos quando expostos a inseticidas sintéticos (GUEDES et al. 2011; VÉLEZ et l., 2019; VELOSO et al., 2012; RUEDA et al., 2019), desta forma, demonstra-se a necessidade de novos estudos nessa linha de pesquisa.

Assim, os objetivos deste trabalho foram (i) avaliar a bioatividade do óleo essencial de *P. aduncum* L. (OEPA) para adultos de *S. zeamais*, *S. oryzae* e *C. ferrugineus*; (ii) determinar a toxicidade do OEPA para cinco populações brasileiras de *S. zeamais*; (iii) avaliar a relação entre a toxicidade do OEPA e o metabolismo respiratório dos insetos; (iv) determinar os efeitos subletais do OEPA (CL₅) sobre o comportamento de atratividade e iniciação de voo; e investigar os efeitos de diferentes concentrações do OEPA sobre taxa instantânea de crescimento populacional (r_t) de *S. zeamais*.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 PRAGAS DE GRÃOS ARMAZENADOS

É grande o número de espécies de pragas que se encontram em produtos armazenados e seus subprodutos. Dentre estas, destacam-se os carunchos como um dos mais importantes agentes responsáveis pelas perdas pós-colheita. A maioria das espécies é cosmopolita, e a abundância desses insetos-pragas é determinada a partir das características biológicas, da ecologia das espécies e das condições ambientais favoráveis ao seu desenvolvimento, sua reprodução, presença e abundância de inimigos naturais (FARONI e SOUSA, 2006). Segundo Lorini et al. (2008) entre os principais carunchos responsáveis pela deterioração dos lotes armazenados, destacam-se os *S. zeamais*, *S. oryzae*, *C. ferrugineus*.

2.1.1 *Sitophilus zeamais* Motschulsky e *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae)

Pertencem à família Curculionidae, as espécies do gênero *Sitophilus* ganham destaques como pragas de produtos armazenados. As espécies de *Sitophilus zeamais*, *Sitophilus oryzae* e *Sitophilus granarius* são consideradas como as mais destrutivas de cereais armazenados, no qual, *S. zeamais* e *S. oryzae* são cosmopolitas, especialmente abundantes em regiões tropicais com temperaturas moderadas (LORINI, 2008). Os adultos desse gênero são de vida longa (aproximadamente um ano), possuem alta capacidade de penetração na massa de grãos, além de apresentar elevado potencial biótico (LORINI et al., 2012; REES, 1996).

Os adultos de *Sitophilus* são castanho-escuros e as larvas possuem coloração amarelo-clara e cabeça mais escura. Cada fêmea chega a ovipositar até 150 ovos, os quais são inseridos, um a um, em pequenas cavidades que faz nos grãos. Após a eclosão, o que, em média, leva seis dias em temperatura de 25°C, a larva se alimenta do interior do grão formando um túnel enquanto se desenvolve, em seguida, o indivíduo adulto emerge do grão deixando um orifício peculiar, tornando o grão totalmente inviável (FARONI e SOUSA, 2006; LORINI et al., 2015; PACHECO e PAULA, 1995).

São caracterizados por apresentar infestação cruzada, ou seja, podem atacar os grãos tanto no campo, quanto nos locais de armazenamento. São insetos pequenos e voadores ativos, essas características se apresentam como maiores dificuldades para realização do manejo e controle dessas pragas, que causam a diminuição do peso e do potencial germinativo da semente, visto que a larva alimenta-se do interior do grão (PACHECO e PAULA, 1995;

PAES et al., 2012; TEFERA e MUGO, 2011; UKEH, et al., 2012).

O *S. zeamais* é considerado como praga primária interna, em razão de atacar sementes e grãos sadios, pois perfura e penetra a semente para completar seu ciclo de desenvolvimento, realizando assim, a abertura para instalação de outros agentes (LORINI et al., 2010). Além disso, a presença desses insetos aumenta o teor de umidade e causam redução no peso dos grãos. Desta forma, à medida que aumenta o número de insetos-pragas, maior será a depreciação do produto, trazendo prejuízos relacionados ao seu valor comercial (ALENCAR et al., 2011).

O *S. oryzae* é muito semelhante em caracteres morfológicos com *S. zeamais* e ambas podem ocorrer na mesma massa de grãos ou sementes, ambas possuem pontuações redondas no pronoto, asas posteriores, apresentando quatro manchas amarelo-avermelhadas nos élitros; podem voar, porém esta habilidade é maior em *S. zeamais* e não podem ser precisamente diferenciados pelas características externas (FARONI e SOUSA, 2006). Para discerni-los, é necessário a observação da genitália. Em *S. zeamais*, a superfície superior do *aedeagus* é achatada e apresenta dois sulcos longitudinais; em *S. oryzae*, é uniformemente convexa (LORINI, et al., 2015).

Assim como o *S. zeamais*, o *S. oryzae* é uma das espécies mais importantes de pragas, sendo comumente encontrados nos grãos de arroz armazenados, trigo e sorgo, e os danos ocorrem a partir da redução do peso de grãos, perda de valor nutritivo, perda do poder germinativo devido à ação de alimentação e oviposição, contaminação pela penetração de outros organismos como ácaros e fungos e perda de valor comercial do produto (LORINI et al., 2015; SOUZA et al., 2012; NWAUBANI et al., 2014).

2.1.2. *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens) (Coleoptera: Cucujidae)

Pertencentes à família Cucujidae, espécies do gênero *Cryptolestes* são pragas secundárias mais comuns de grãos armazenados, associados às pragas primárias. Os adultos em geral, medem de 1,5 a 2,5 mm de comprimento. As antenas são longas, com onze segmentos, e filiformes; geralmente medem a metade ou mais do comprimento do corpo (LORINI et al., 2008). Em razão do corpo achatado, estas espécies podem infestar grãos pouco danificados, entrando pelas pequenas trincas, ou em pacotes de alimentos processados (CAMPO et al., 2012; FARONI e SOUSA, 2006; LORINI et al., 2008; LORINI et al., 2015).

Cada fêmea oviposita cerca de 200 ovos, soltos entre os grãos ou material farináceo, multiplicando-se rapidamente, causando prejuízos elevados. Oito espécies de *Cryptolestes* têm

sido registradas infestando produtos armazenados. É uma espécie cosmopolita, encontrada em várias partes do mundo onde existem produtos secos. *Cryptolestes ferrugineus* (é a espécie mais comum e largamente distribuída, independente da temperatura. A condição ideal para o seu desenvolvimento é 33°C e 70% UR, quando o seu ciclo se completa em 23 dias (FARONI e SOUSA, 2006; LORINI et al., 2008).

O ciclo de vida deste inseto pode variar dependendo da temperatura e umidade da massa de grãos, possuindo elevado potencial reprodutivo em comparação com outras pragas de grãos armazenados. Também é uma praga infestante de estruturas de armazenamento como máquinas de limpeza, secadores, túneis e fundos de silos (LORINI, 2008; LORINI, 2012).

2.2 CONTROLES DE PRAGAS DE GRÃOS ARMAZENADOS

A utilização de produtos químicos de diferentes classes toxicológicas é o método de controle mais utilizado contra as pragas de armazenamento. A ação tóxica de um inseticida é determinada pela dose mínima que causa a mortalidade, no qual, as doses e as reações em cada espécie variam e podem ainda, acarretar prejuízos com o uso intensivo e indiscriminado, principalmente pelo surgimento de resistência de populações de insetos, resíduos tóxicos nos alimentos, intoxicação aos aplicadores, entre outros fatores (DUTRA e FERREIRA, 2019; FARONI et al., 1995).

O mecanismo de ação dos inseticidas deve ser entendido, para que sejam tomadas decisões coerentes quanto ao manejo de resistência, pois ocorrem alterações comportamentais diversas em pragas de grãos armazenados submetidas aos inseticidas sintéticos (BECKEL et al., 2006; MARTINAZZO et al., 2000).

É importante relatar que, não é só o efeito letal do inseticida que determina seu efeito sobre os insetos, o efeito subletal, como diminuição da fecundidade e da longevidade e alterações do período de desenvolvimento, também são importantes componentes da avaliação da resistência de insetos aos inseticidas (STARK; RANGUS, 1994; STORCH et al., 2007).

Existem métodos de controle menos impactantes, como, por exemplo: controle das condições ambientais de armazenamento, uso de inimigos naturais, uso de plantas com ação inseticida, entre outros fatores envolvendo o manejo integrado de pragas (ISMAN, 2000; PHILLIPS; THRONE, 2010).

2.3 ÓLEOS ESSENCIAIS

Óleos essenciais são compostos naturais voláteis complexos, decorrentes do metabolismo secundário das plantas, que vem se destacando como potencial uso para o controle de pragas no campo e no armazenamento. É resultado de uma mistura de compostos voláteis caracterizados por apresentar odor forte, líquido em temperatura ambiente, límpido, raramente colorido, lipossolúvel e solúvel em solventes orgânicos (BAKKALI et al., 2008; BIZZO et al., 2001; SOUSA et al., 2014; HYLDGAARD et al., 2012).

Os óleos essenciais são sintetizados pelas plantas e possuem capacidade de atrair insetos, contribuindo para a polinização, mas também atuam como fator de proteção do vegetal contra pragas e predadores (BAKKALI et al., 2008; MÜLLER e BUCHBAUER, 2011; MITHÖFER e BOLAND, 2012; TISSERAND e YOUNG, 2014).

As misturas complexas dos óleos são compostas principalmente de terpenos e fenilpropanoides, que podem ser utilizados como uma fonte de matéria-prima para a indústria de química fina, no qual o Brasil produz e exporta grandes quantidades, entre eles os óleos cítricos, menta, eucalipto e citronela (BIZZO et al., 2001; VEGGI et al., 2014; PIMENTEL, 2007).

A utilização de substâncias extraídas das plantas com potencial inseticida apresenta algumas vantagens diante dos inseticidas sintéticos, como: são degradáveis e renováveis, portanto não contaminam o meio ambiente; a evolução de resistência dos insetos a estas substâncias é lenta; não deixam resíduos nos alimentos; é seguro ao aplicador (ANDRADE et al., 2012; CÔRREA e SALGADO, 2009).

Na natureza os óleos essenciais desempenham um papel importante na proteção das plantas, possuindo propriedades inseticidas e repelentes contra várias espécies de insetos, podendo repelir ou atrair insetos para a dispersão de pólen ou sementes, além de atuarem como agentes antibacterianos, antivirais, antifúngicos e inseticidas (BAKKALI et al., 2008; ISMAN, 2000; REICHERT Jr et al., 2013). Devido a essas propriedades, o uso de óleos essenciais tem sido uma alternativa aos produtos químicos sintéticos para proteção do equilíbrio ecológico (ANDRADE et al., 2012).

Os óleos essenciais podem ser extraídos de várias partes das plantas, como raízes, brotos, caules, cascas, folhas, flores, frutos e sementes (BAKKALI et al., 2008). Geralmente, os óleos essenciais são obtidos pelo método da hidrodestilação por arraste de vapor d'água em aparelho do tipo Clevenger (FERHAT et al., 2006). Por ser uma mistura volátil e complexa, a análise de seus compostos requer a utilização de mecanismos precisos de alta resolução, tendo a combinação da cromatografia gasosa (GC) acoplada à espectrometria de massas (MS) o método

de escolha (BAŞER e BUCHBAUER, 2010). Ainda, a cromatografia gasosa correlacionada acoplada à espectrometria de massas de relação de isótopos (GC-IRMS) por meio de uma interface de combustão tem provado ser um método ideal para avaliar a autenticidade de óleos (TISSERAND e YOUNG, 2014).

Após a extração, Tisserand e Young (2014) recomendam que o óleo essencial deva ser corretamente armazenado, pois todos os compostos orgânicos estão sujeitos à degradação química, o que leva à perda de suas propriedades biológicas. Portanto, destacam que o óleo essencial deva ser armazenado em frasco âmbar fechado e refrigerado, ou seja, protegido da luz, do oxigênio e do calor, a fim de evitar a degradação decorrente da oxidação das suas moléculas. Ressaltam ainda que a presença de água provoca a deterioração, promovendo a oxidação e hidrólise de moléculas, tornando o óleo essencial opaco.

Os óleos essenciais são amplamente conhecidos pelas suas propriedades biológicas, seja com a utilização na indústria de alimentos, na cosmética, e na agricultura (FRUTUOSO et al., 2013;). Na indústria farmacêutica são empregados no tratamento de diversas doenças, sendo incorporados em formulações de medicamentos antiespasmódicos, analgésicos, anti-inflamatórios, antiparasitários, antimicrobianos, fungicidas e antitumorais (BAKKALI et al., 2008).

Diversas são as formas pelas quais os óleos essenciais podem agir sobre os insetos, causando a mortalidade, deformações em diferentes estágios de desenvolvimento, repelência e deterência alimentar, e dentre esses efeitos o mais observado é a ação repelente (KNAAK e FIUZA, 2010). Para Saito et al. (2004) as substâncias úteis no controle de insetos são aquelas que tem ação inseticida, efeito repelente ou efeitos deterentes, quanto a alimentação. A repelência é uma propriedade importante para o controle de pragas e de maneira geral, quanto maior for o efeito repelente menor será a infestação, conseqüentemente haverá redução no número de posturas e também o número de insetos emergidos (RODRIGUES, et al., 2019).

O efeito de toxicidade de óleos essenciais para os insetos se dá por diversas vias de exposição, pela inalação, ingestão ou pela absorção do tegumento, podendo ser uma alternativa promissora para o controle tanto por contato quanto por fumigação, favorecendo a redução do crescimento de populações de praga e apresentar efeitos subletais como alterações no comportamento dos insetos (CORREA e SALGADO, 2011; GOMES e FAVERO, 2011; SUTHISUT et al., 2011).

Nas análises de qualidade, geralmente é empregado metodologias químicas, físicas ou físico-químicas e biológicas. Assim, é necessário conhecer a correlação entre os parâmetros analisados e a finalidade destes produtos, quanto a origem, estágio de desenvolvimento, secagem e armazenamento correto (SIMÕES et al., 2007).

A secagem do material é uma etapa importante, pois o material quando seco, apresenta maior estabilidade química, devido à interrupção de processos metabólicos que ocorrem na planta, mesmo após sua coleta. Desta forma, tem-se a necessidade de reduzir o teor de água após a coleta, sendo uma etapa indispensável para a viabilidade do produto, pois o excesso de umidade pode ocasionar a perda de constituintes químicos importantes, além de evitar a fermentação da biomassa antes do processo de destilação (MACHADO et al., 2013; PINTO et al., 2014).

O teor dos compostos presentes no óleo essencial no vegetal é determinado geneticamente, mas a quantidade e a natureza dos constituintes ativos sofrem influência do ambiente, pela disponibilidade hídrica, temperatura, luz, radiação ultravioleta e nutrientes do solo. Neste sentido, torna-se importante respeitar a época em que o espécime vegetal é coletado, devendo ser observados a sazonalidade, bem como o período do dia ou da noite e a temperatura. Além disso, a idade e o desenvolvimento do vegetal também devem ser considerados, pois tecidos novos podem ter maior taxa biossintética, influenciando diretamente na quantidade dos metabólitos produzidos e nas proporções relativas dos componentes da mistura (TISSERAND e YOUNG, 2014; SILVA et al., 2013; SOUTO et al., 2012).

Entre as famílias botânicas utilizadas na produção de óleos essenciais, destaca-se a Piperaceae. Plantas dessa família são conhecidas por apresentar em sua composição algumas substâncias com propriedades inseticidas como a piperina, amidas análogas a piperina, fenilpropanoides, safrol, dilapiol, apiol, sarisan, dentre outras (NASCIMENTO et al., 2012; SILVA et al., 2013).

As atividades biológicas dos óleos essenciais, geralmente são atribuídas a esses compostos majoritários, porém, a atividade também deve ser atribuída à combinação dos constituintes. No caso de *Piper aduncum*, estima-se que as atividades biológicas sejam devido a ação do composto majoritário como dilapiol, apiol, e outros compostos da classe de fenilpropanoides (BRAZÃO et al., 2014; RAUT e KARUPPAYIL, 2014; SANTANA et al., 2015).

2.4 FAMÍLIA PIPERACEAE

Piperaceae é umas das maiores famílias de Angiospermas com cerca de 3.615 espécies amplamente distribuídas. As piperáceas ocorrem preferencialmente em locais úmidos e sombreados. Plantas deste gênero são comuns na Amazônia brasileira e muitas produzem compostos com atividade biológica contra insetos-pragas (CAVALHEIRO et al., 2013; SARNAGLIA JUNIOR et al., 2014; SOUTO et al., 2012).

Entre aproximadamente três mil espécies, distribuídas em oito gêneros, destacam-se *Piper*, *Peperomia* e *Pothomorphe* (SILVA et al., 2017). Constituem uma fonte de isobutilamidas insaturadas de cadeia longa, com propriedades inseticidas, como a piperina e são ricas nos fenilpropanoides safrol, dilapiol e sarisan, compostos presentes nos óleos essenciais de pimenta-longa (*P. hispidinervum*) e pimenta de macaco (*P. aduncum*). Essas espécies são distribuídas em toda região Amazônica, e apresentam destaque devido as suas propriedades antimicrobiana e inseticida (FAZOLIN et al., 2006; GUIMARÃES et al.2015).

Os representantes da família são facilmente reconhecidos por apresentarem folhas simples, alternas, raramente opostas, flores pequenas, aclamídeas reunidas em inflorescências do tipo espiga, ovário súpero com um óvulo e fruto do tipo drupa (YUNCKER, 1972). No entanto, a dificuldade de delimitação taxonômica em Piperaceae reside no nível específico. No Brasil, as espécies de *Piper* se destacam pelo uso medicinal em comunidades tradicionais, sendo comumente citadas em estudos etnobotânicos (BRATTI, 2013; HOEFFEL et al., 2011).

As propriedades medicinais das espécies de *Piper*, descoberta por estudos, têm impulsionado pesquisas orientadas ao efeito mutagênico e inseticida (ZACARONI et al., 2009; SANTOS et al., 2010; REGASINI et al., 2009). Além do potencial econômico, as espécies de *Piper* também apresentam destacado papel ecológico, devido à polinização neste gênero, no qual é comumente realizada por insetos, os quais demonstram uma relação mutualística com várias espécies (CAVALHEIRO et. al., 2013).

A morfologia das folhas, das nervuras e das brácteas florais são os caracteres morfológicos tradicionalmente empregados para identificar as espécies de *Piper*. No entanto, o tamanho das flores e a variação na forma dos caracteres vegetativos, associados à elevada riqueza de táxons do gênero, podem dificultar a delimitação das espécies (GUIMARÃES e CARVALHO-SILVA, 2009; CARVALHO-SILVA et al., 2015).

2.4.1 *Piper aduncum* (L.) (Piperaceae)

Piper aduncum L. (Piperaceae), popularmente conhecida no Brasil como “pimenta-de-macaco”, ou “aperta-ruão”, é um arbusto que pode atingir oito metros de altura, facilmente reconhecível por seus espinhos arqueados e folhas da superfície adaxial escamosa, áspera ao toque (FAZOLIN et al., 2006).

A espécie é nativa das Américas Tropicais, onde cresce espontaneamente na subsuperfície de várias formações florestais, preferencialmente em solos com alta umidade e matéria orgânica. No Brasil, a planta é encontrada nos estados do Acre, Pará, Mato Grosso,

Ceará, Bahia, Minas Gerais, Espírito Santo, Rio de Janeiro, São Paulo e Paraná (FAZOLIN et al. 2006, SANTOS et al., 2013; SARNAGLIA JUNIOR et al. 2014).

O principal interesse econômico nesta espécie deriva do alto teor de óleo essencial (2,5 a 4,0%) produzido em suas folhas, que apresenta propriedades biológicas úteis, principalmente para a indústria agroquímica de produtos naturais (GAIA et al., 2010, SILVA et al., 2013). O uso do óleo essencial de *P. aduncum* em vários testes biológicos apresentaram atividades úteis no segmento agrícola, principalmente como fungicida, larvicida, inseticida, além de ser biodegradável (SILVA et al., 2013). Estes efeitos podem ser atribuídos à presença do dilapiol ou apiol, compostos da classe de fenilpropanoide, sendo estes, dois dos principais compostos no óleo essencial desta espécie (PACHECO et al., 2016, KRINSKI e FOERSTER, 2016; SANINI et al., 2017). Vários estudos com pragas agrícolas de alto interesse econômico mostraram o potencial do uso de *P. aduncum* como inseticida natural (KRINSKI e FOERSTER, 2016; TURCHEN et al., 2016; SANINI et al., 2017).

2.4.2 COMPOSIÇÃO DO ÓLEO DE *Piper aduncum*

Os óleos essenciais podem estar difundidos por toda estrutura da planta, dentro das organelas celulares, chamadas vacúolos (DONELIAN, 2004). Em temperatura ambiente, podem apresentar aspecto oleoso, apresentando como principal característica a volatilidade. A extração desse produto é realizada por arraste a vapor d'água, sendo assim isolado os compostos (SOUZA et al., 2010). Os óleos essenciais podem conter 100 ou mais compostos orgânicos e seus constituintes podem pertencer a diferentes classes (DONELIAN, 2004).

A análise química do óleo essencial de espécies de *Piper* tem sido amplamente investigada, identificando como compostos majoritários hidrocarbonetos monoterpenos, sesquiterpenos e os derivados de fenilpropanoides (MORANDIM et al., 2010; DO CARMO et al., 2012).

A interação planta-ambiente pode provocar alterações significativas na produção dos metabólitos secundários, sendo assim, os estímulos que estão presentes no ambiente, podem redirecionar a rota metabólica, ocasionando a biossíntese de diferentes compostos (SIMÕES et al., 2007), ou seja, mecanismos de pressões ambientais diferentes, podem resultar em plantas da mesma espécie, que apresentam composição química diferentes.

Vale relatar ainda, a importância das possíveis alterações dos compostos majoritários, no qual, podem influenciar diretamente na qualidade e efeito do mesmo. Na ação como defesa química, a eficácia do óleo é resultado da mistura de vários compostos, e não como substâncias

isoladas, sendo assim, é possível que as substâncias em baixa quantidade, possam atuar como sinérgicos, melhorando a eficácia dos compostos majoritários (LAURIN e MURRAY, 2001).

Na literatura é possível observar que os principais constituintes químicos encontrados nesse gênero, pertencem à classe de fenilpropanoides e sesquiterpenos, no qual o dilapiol é evidenciado (SILVA et al., 2013; SOUTO et al., 2012). No entanto, há estudos que relatam outros compostos majoritários, Vaz et al (2016), extraíndo OE de *P. aduncum*, cultivadas em altitudes mais elevadas, verificaram níveis muito baixos de fenilpropanoide, principalmente de asaricina.

Lucena et al. (2017), avaliando os constituintes químicos no extrato hexano de *P. aduncum*, identificaram 92,4% dos compostos pertencentes a classe fenilpropanoide, sendo o apiol o principal composto em 90,7%; 5,1% eram sesquiterpenos. Nos extratos de acetato de etila e etanol de *P. aduncum*, o apiol foi identificado em 54,9% e 21,0%, respectivamente.

Em outras piperáceas também pôde ser observado o apiol como composto majoritário, Facundo et al. (2008) identificaram os constituintes do óleo essencial das raízes de *P. hispidum* Kunth (Piperaceae), sendo 92% representados por fenilpropanoides, correspondendo majoritariamente por dilapiol, elemicina e apiol. Santana et al. (2015) relataram que o apiol era um dos principais constituintes do óleo essencial de *P. aduncum* e que atividade inseticida foi comprovada para larvas de *Aedes aegypti* L. (Diptera).

Sousa et al. (2015) estudando o óleo essencial de frutos de *Petroselinum crispum* (Mill.) Nym (Apiaceae) destacaram dois compostos principais, sendo estes, apiol e miristicina, e relataram alta eficiência para inibir a oviposição de *Pseudaletia unipuncta* Haworth (Noctuidae), assim como, Farzaei et al. (2013) que constataram que a miristicina e o apiol são os principais antioxidantes encontrados na salsa, sendo estes também usados até mesmo em fragrâncias.

2.4.3 ATIVIDADE INSETICIDA DO OEPA

Algumas substâncias presentes nas plantas têm atividade inseticida conhecida, tais como, piretrinas, rotenona, nicotina, cevadina, veratridina, rianodina, quassinoides, azadiractina e biopesticidas voláteis. Estes últimos são, normalmente, óleos essenciais presentes nas plantas aromáticas (ISMAN, 2000). Recentemente, várias pesquisas têm sido direcionadas à bioatividade de óleos essenciais de plantas, de seus constituintes químicos como alternativa promissora para controle de pragas (RAJENDRAN e SRIANJINI, 2008).

Fernandes e Favero (2014) relataram que a eficácia do óleo essencial de *Schinus molle* (L.) (Anacardiaceae) apresentou efeito insetistático para *S. zeamais*, porém foi dependente da via de intoxicação, apresentando baixo efeito inseticida por meio da via de intoxicação por aplicação tópica. Nattudurai et al. (2012) demonstraram que os óleos essenciais têm potencial promissor como fumigante sobre vários insetos-praga de produtos armazenados, incluindo o *Tribolium castaneum*.

Estrela et al. (2006) observaram que o efeito inseticida do óleo de *P. hispidervevum* e *P. aduncum* para *S. zeamais* dependeu da via de intoxicação e do extratos de sementes para as mesmas espécies. Os óleos vegetais podem ser utilizados isoladamente, tanto no controle de diferentes pragas, quanto como adjuvantes adicionados às caldas de pulverizações (MENDONÇA et al., 2007). Estes produtos são considerados promissores para o manejo integrado de pragas, atuando por contato, ingestão, fumigação, possuindo ainda efeito ovicida e de repelência (BRITO et al., 2006). Podem ocasionar mortalidade, ou ainda, afetar o crescimento, reduzir a oviposição e a emergência de adultos (KETOH et al., 2005; MARQUES et al., 2014).

Quando os óleos vegetais atuam nos insetos por contato, podem ocorrer danos à película de cera sobre a cutícula, interferindo no metabolismo e na respiração do inseto, além de provocar mudanças na estrutura da folha e causar repelência (MENDONÇA et al., 2007). Quando atuam na fisiologia dos insetos, causa repelência, inibição da alimentação, inibição do crescimento, alterações no comportamento, mortalidade na fase imatura ou adulta (SILVA et al., 2012; MARQUES et al., 2014).

Quanto às vantagens da utilização de óleos vegetais no controle de insetos-pragas, podem ser citadas: são seguros para manipulação; apresentam baixa toxicidade para vertebrados; são menos nocivos para inimigos naturais e insetos benéficos; e devido a sua característica de poderem ser misturados e pulverizados com fungicidas, inseticidas, acaricidas e nutrientes, e ainda, podem propiciar redução nos custos de aplicação (LIU e STANSLY, 2000; RODRIGUES e CHILDERS, 2002).

Alguns cuidados devem ser tomados na utilização de óleos no controle de pragas, seja quando em mistura ou sozinhos na calda de pulverização. Entre os cuidados, pode-se generalizar: doses compatíveis com o estágio fenológico da planta; suscetibilidade da espécie vegetal pulverizada; compatibilidade com os produtos, quando em mistura; ajuste entre doses e épocas do ano; característica e qualidade do óleo, adição de emulsificantes. Esses cuidados são necessários para evitar eventuais efeitos fitotóxicos ocasionados pelo emprego dos óleos e

devem ser adequados a cada situação particular (FENIGSTEIN et al., 2001; RODRIGUES e CHILDERS, 2002).

Estudos realizados, com a espécie de *P. aduncum*, indicaram a presença de grande quantidade de ligninas, incluindo-se o dilapiol, e que, não existem amidas relatadas como componentes dessa piperácea. Sendo que, as ligninas ligadas ao grupo metileno dióxido fenil é uma característica das piperáceas, presentes em grande número nas plantas e são consideradas inibidores de monooxigenases dependentes do citocromo P450, utilizados, como sinergistas de inseticidas naturais (BRAZÃO et al., 2014; ESTRELA et al., 2006).

Santos et al. (2017) obtiveram resultados promissores utilizando o óleo essencial de *P. aducum* no controle de *Helicoverpa armigera* Hubner (Noctuidae), importante praga cosmopolita em sistemas agrícolas, enfatizando a utilização do óleo como uma alternativa de controle promissora. Magalhães et al. (2015) trabalhando com diferentes óleos essenciais, observaram que, os óleos de *Croton pulegioides* Baill (Euphorbiaceae), *Ocimum basilicum* (L.) (Lamiaceae) e *Croton heliotropiifolius* Kunth (Euphorbiaceae) ocasionaram 100% de redução na emergência de adultos de *T. castaneum*, apresentando efeito ovicida/larvicida, influenciando na redução da taxa instantânea de crescimento (ri).

Santos et al. (2016) investigando o potencial inseticida de óleos vegetais de plantas ocorrentes na Amazônia Sul Ocidental sobre a *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Noctuidae) concluíram que, os óleos de *Copaifera* sp. (L.) (Fabaceae), *Orbignya phalerata* (Mart.) (Arecaceae), e *Carapa guianensis* (Aubl.) (Meliaceae) são eficazes no controle dessas pragas, destacando-se como alternativa promissora aos programas de manejo integrado de pragas do milho.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 INSETOS

A metodologia de criação foi adaptada de Sousa et al. (2017) e Souza et al (2018). Foram utilizados insetos das espécies de *S. zeamais*, *S. oryzae*, e *C. ferrugineus*, oriundos do Laboratório de Manejo Integrado de Pragas da Universidade Federal do Acre. Para os bioensaios com as populações de *S. zeamais*, foram utilizadas cinco populações de diferentes regiões brasileiras: Picos-PI, Crixás-GO, Tunapólis-SC, Viçosa-MG e Juiz de fora-MG.

Foram estabelecidas criações em frascos de vidro de 1,5 L, fechados com tampa plástica perfurada e revestida internamente com organza para permitir as trocas gasosas. As criações de

insetos foram mantidas em câmaras climáticas tipo B.O.D., sob condições constantes de temperatura (28 ± 2 °C), umidade relativa ($70 \pm 5\%$) e escotofase de 24 horas.

Como substrato alimentar, foram utilizados grãos de milho semi-triturados para *C. ferrugineus* e grãos de milhos inteiros para *S. oryzae* e *S. zeamais*. Utilizou-se milho com 13% de umidade (base úmida), conforme as regras de análises de sementes (BRASIL, 2009). Os grãos de milho foram previamente expurgados e mantidos sob refrigeração (-18 °C) para evitar reinfestação.

3.2 OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Piper aduncum*

O material vegetal de *P. aduncum* foi coletado no *Campus* da UFAC, no município de Rio Branco, Acre, Brasil, seguindo as coordenadas geográficas: $9^{\circ}57'17.22''S$; $67^{\circ}49'45.54''O$. Planta silvestres adultas de *P. aduncum* foram cortadas a 0,4 m do solo, separando-se as folhas, para processamento (Figura 1A).

As folhas foram secas em estufa por um período de 48 horas sob temperatura de $45^{\circ}C$ até atingir de 20% a 30% de umidade (Figura 1B). A exsicata de *P. aduncum* foi depositada no Herbário UFACPZ da Universidade Federal do Acre, sob o número de registro: UFACPZ 20.646. A espécie foi identificada pela Dra. Elsie Franklin Guimarães, do Herbário do Jardim Botânico do Rio de Janeiro (Herbário RB).

O material foi submetido à extração (Figura 1C) no Laboratório de Produtos Naturais, Microbiologia e Biotecnologia da Ufac, utilizando uma manta aquecedora (0321A28, Quimis, Brasil), balão volumétrico de 5 L e aparelho tipo Clevenger. Cada extração era realizada com 150 g de folhas secas. Em seguida, a separação das amostras de óleo essencial foi obtida por decantação em um funil de separação e a secagem com uso de sulfato de sódio anidro (Synth, 99%, Brasil) (Figura 2). Cada amostra de óleo essencial foi armazenada em frascos do tipo âmbar e mantidas sob refrigeração em câmaras do tipo B.O.D. a 4 °C.



Figura 1- (A) Coleta da massa vegetal; (B) Secagem do material em estufa; (C) Preparo para extração do OEPA.

Fonte: Nascimento, J. M.



Figura 2- Método de extração e separação do OEPA.

Fonte: Nascimento, J. M.

3.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Piper aduncum*

A análise cromatográfica foi realizada na Universidade Federal de Viçosa-UFV, no Laboratório de Química. As Análises cromatográficas dos óleos essenciais foram realizadas utilizando como solvente o Acetonitrila Chromasolv® $\geq 99,9\%$ SigmaAldrich (St. Louis, MO, EUA). O óleo essencial foi diluído em Acetonitrila a $50 \mu\text{L/L}$ e analisados por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massa (CG-EM) (GC7820A5977B, Agilent, Estados

Unidos da América) para identificar os seus constituintes. Uma solução padrão de Alcano C7-C30 a 1000µg/mL em Hexano (Sigma Aldrich, St. Louis, MO, EUA) foi injetado para o cálculo do índice de retenção e confirmação dos compostos identificados por GC-MS.

O cromatógrafo a gás foi operado em uma razão de divisão de 20:1 com uma temperatura do injetor de 220 °C. A temperatura inicial do forno da coluna foi ajustada para 60°C, com uma taxa de aquecimento de 2 °C/min até 200 °C, seguido de um aumento na taxa de aquecimento de 5 °C/min até 250 °C. O Hélio foi utilizado como gás de arraste, com um fluxo de coluna de 1,2 mL/min. O tempo total de aquisição de dados foi de 80 min. Uma amostra de 1 µl foi injetada pelo auto-injetor AOC-20i (Agilent, Estados Unidos da América) para o cromatógrafo.

As separações foram realizadas em coluna capilar HP-5 ms (Agilent Technologies, Palo Alto, CA, EUA) de 30 m x 0,25 mm de diâmetro interno x 0,25 µm de espessura de filme com fase estacionária de 5% de Difenil/95% de Dimetil polissiloxano. Os principais constituintes foram identificados através do seu índice de retenção (IR) em relação a uma série homóloga de n-alcanos e confirmados através da comparação do espectro de massas dos compostos com a espectroteca NIST 14.

3.4 BIOENSAIOS DE TOXICIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Piper aduncum* PARA CARUNCHOS

Nos testes de toxicidade para carunchos foram utilizadas espécies de *S. zeamais*, *S. oryzae* e *C. ferrugineus*. Foram realizados testes preliminares para estimar a concentração com maior e menor mortalidade, dentro do intervalo de 5% a 95%. Com base nestas informações foram estabelecidas cinco diferentes concentrações para a exposição dos insetos em bioensaios definitivos para espécies (Tabela 1) e para as populações de *Sitophilus* (Tabela 2).

Tabela 1. Concentrações utilizadas nos bioensaios de toxicidade das espécies *Sitophilus zeamais*, *Sitophilus oryzae* e *Cryptolestes ferrugineus*.

Espécies	Concentrações (µL/cm ²)				
<i>Cryptolestes ferrugineus</i>	0,00016	0,00031	0,00047	0,00063	0,00079
<i>Sitophilus oryzae</i>	0,16000	0,47000	0,71000	0,79000	1,10000
<i>Sitophilus zeamais</i>	0,16000	0,31000	0,63000	0,71000	0,94000

Tabela 2. Concentrações utilizadas nos bioensaios de toxicidade das populações de *Sitophilus zeamais*.

Populações	Concentrações ($\mu\text{L}/\text{cm}^2$)				
Picos-PI	0,078	0,393	0,629	0,790	1,100
Crixás-GO	0,078	0,393	0,629	0,790	1,100
Tunapólis-SC	0,160	0,314	0,629	0,710	0,694
Viçosa-MG	0,160	0,314	0,629	0,710	0,694
Juiz de Fora-MG	0,160	0,314	0,629	0,710	0,940

Os bioensaios de contato em superfície de papel-filtro foram realizados com insetos não-sexados com idade de 1 a 15 dias, usando-se placa de Petri (9,0 cm x 1,5 cm) cujas paredes foram revestidas com Teflon PTFE (DuPont, São Paulo, Brasil) para evitar o escape dos insetos. O óleo foi aplicado nos papéis-filtro com um pipetador automático, com 1 ml das concentrações de *P. aduncum*, diluídos em acetona (solvente) e para a testemunha somente 1 ml de acetona. Depois da evaporação total do solvente (cerca de 2 min), foram infestados 50 insetos adultos por placa em quatro repetições. Avaliou-se a mortalidade após 24 horas (Figura 3). No teste de toxicidade, os dados de concentração-mortalidade foram submetidos à análise de probit (PROC PROBIT; SAS INSTITUTE 2011).

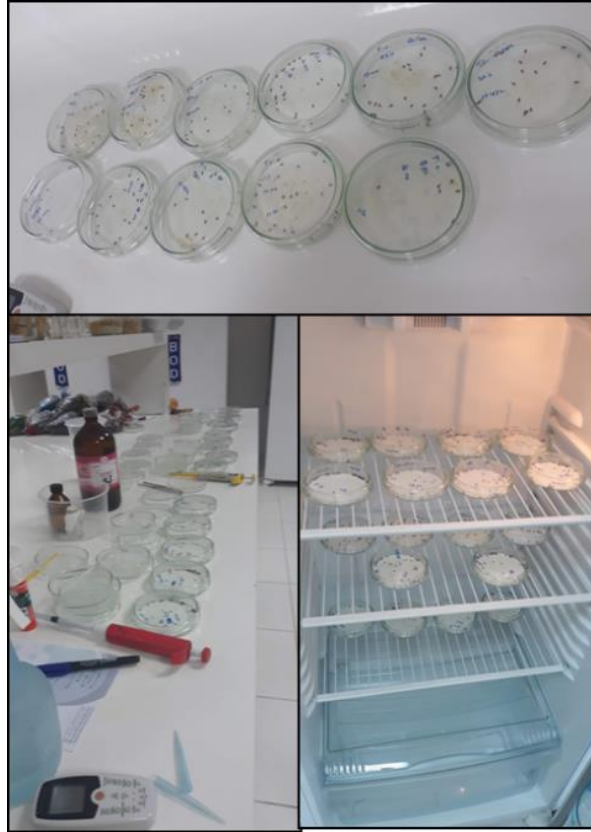


Figura 3- Bioensaios de toxicidade por contato para carunchos.

Fonte: Nascimento, J. M.

3.5 TAXA RESPIROMETRIA NATURAL DAS POPULAÇÕES DE *Sitophilus zeamais*

Os ensaios de respirometria foram realizados utilizando-se um respirômetro do tipo TR3C equipado com um analisador de CO₂ (Sable System International, Las Vegas, EUA), para determinar a produção de dióxido de carbono (CO₂) ($\mu\text{L de CO}_2 \text{ h}^{-1}/\text{inseto}$), metodologia adaptada de Guedes et al. (2006) e Pimentel et al. (2007). Grupos de 10 insetos adultos, não sexados, de todas as populações estudadas, foram acondicionados em placas de Petri (9 cm x 2 cm) por um período de 30 minutos em quatro repetições. Em seguida, esses insetos foram transferidos para câmaras respirométricas. As câmaras foram conectadas a um sistema completamente fechado, no qual o CO₂ produzido pelos insetos é varrido por um fluxo de ar isento de CO₂.

Para realizar a varredura de todo CO₂ produzido no interior da câmara, procedeu-se à passagem de ar isento de CO₂ em fluxo por um período de dois minutos. Após a mensuração do CO₂, os insetos foram removidos da câmara e, pesados em balança analítica (Sartorius BP 210D, Gottingen, Germany). Foram utilizadas quatro repetições para cada população. Foram

realizados os pressupostos da análise de variância, ANOVA (PROC GLM; SAS Institute, 2001) e as médias das populações foram comparadas pelo teste de Tukey ($P \leq 0,05$), utilizando o software Sisvar 5.6 e os gráficos foram elaborados utilizando o software SigmaPlot, versão 14 (Systat Software, Inc., San Jose, CA, EUA).

3.6 EFEITOS SUBLETAIS DO OEPA SOBRE COMPORTAMENTO DOS INSETOS

Para avaliação dos efeitos subletais do óleo essencial sobre o comportamento, foram realizados os testes de atratividade/repelência do bioinseticida e bioensaios de decolagem (iniciação de voo), metodologia adaptada de Sousa et al. (2016).

3.6.1. Bioensaios de atratividade

Avaliou-se a atratividade/repelência do OEPA para *C. ferrugineus*, *S. oryzae* e *S. zeamais*, utilizando-se as suas respectivas CL_5 (0,0002; 0,097 e 0,11 $\mu\text{L cm}^{-2}$), e para as populações de *S. zeamais* de Picos-PI, Crixás-GO, Tunápolis-SC, Viçosa-MG e Juiz de Fora-MG, utilizando-se as suas respectivas CL_5 (0,04; 0,05; 0,11; 0,12; 0,13 $\mu\text{L cm}^{-2}$), ambas determinadas por meios dos bioensaios de toxicidade. Os bioensaios de atratividade/repelência foram realizados em arenas interligadas, de forma simétrica, a uma arena central, por meio de tubos plásticos (Figura 4) (MAZZONETO e VENDRAMIM, 2003).



Figura 4- Arenas utilizadas para os bioensaios de atratividade/repelência.

Fonte: Nascimento, J. M.

Nas arenas foram acondicionados discos de papel-filtro com a concentração de CL₅ e discos com apenas solvente (testemunha) de forma intercalada, utilizando um pipetador automático para aplicação da solução. Na arena central foram liberados 100 adultos não sexados com até 15 dias de idade. Após 24h do início dos bioensaios, foi quantificado o número de insetos atraídos ou repelidos. O índice de repelência (IR) foi avaliado pela fórmula: $IR = 2G / (G + P)$, onde G = % de insetos atraídos no tratamento e P = % de atraídos na testemunha. Os valores de IR variam entre zero e dois, indicando: IR= 1,0, neutra; IR>1,0, atraente e IR< 1,0, repelente. Como margem de segurança para classificação, o desvio padrão (DP) de cada tratamento foi adicionado ou subtraído do valor 1,0 (indicativo de neutralidade). Desta forma, cada tratamento só foi considerado repelente ou atraente quando o IR estava fora do intervalo $1,0 \pm DP$ (LIN et al., 1990).

O delineamento foi inteiramente casualizado com quatro repetições. Os resultados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey ($P \leq 0,05$), utilizando o software Sisvar 5.6.

3.6.2 Bioensaios de atividade de voo

A metodologia utilizada nos bioensaios de voo para as três espécies (*S. oryzae*, *S. zeamais* e *C. ferrugineus*) e para as cinco populações de *S. zeamais* foi adaptada de Sousa et al. (2017). A iniciação de voo foi realizada em câmaras transparentes (17 cm de altura x 15 cm de diâmetro) com as paredes internas impregnadas com cola entomológica (Figura 5). Acima deste recipiente plástico, foi acoplada uma lâmpada fluorescente de 100 watts para atrair os insetos. Dez minutos antes de iniciar os bioensaios os insetos foram aclimatados em placas de Petri (9 cm de diâmetro x 1 cm de altura).

As paredes das placas de Petri foram revestidas com Teflon para evitar o escape dos insetos. Em seguida, foi realizada a aplicação do óleo essencial com auxílio de um pipetador automático, e após a evaporação do solvente, os insetos foram acondicionados nas mesmas. Os insetos de todas as espécies e populações foram submetidos CL₅ do OEPA entre as três espécies investigadas, no caso a CL₅ para *C. ferrugineus* (0,0002 $\mu\text{L cm}^{-2}$) e para *S. oryzae* (0,097 $\mu\text{L cm}^{-2}$) e *S. zeamais* (0,11 $\mu\text{L cm}^{-2}$), e para as populações de *S. zeamais* de Picos-PI, Crixás-GO, Tunápolis-SC, Viçosa-MG e Juiz de Fora-MG, utilizando-se as suas respectivas CL₅ (0,04; 0,05; 0,11; 0,12; 0,13 $\mu\text{L cm}^{-2}$). Na testemunha, nada foi aplicado.

A concentração foi determinada, baseando-se nos testes de toxicidade. Foram utilizadas quatro repetições com 200 insetos adultos em cada repetição, com idade entre zero

e 15 dias, para cada espécie e cada população. Os bioensaios foram realizados à temperatura de 27 ± 2 °C, umidade relativa ($70 \pm 5\%$). O período de exposição foi de 30 minutos e após esse período, avaliou-se o número de insetos que iniciaram o voo (decolagem) feito pelo número de insetos aderidos à parede da câmara, e altura do voo (cm) de cada inseto.

O delineamento foi inteiramente casualizado (DIC), em esquema fatorial 3 x 2 para espécies (o primeiro fator refere-se à espécies, e o segundo refere-se ao óleo e controle) e 5 x 2 para populações (primeiro fator refere-se à populações e o segundo refere-se ao óleo e controle), com quatro repetições. Os resultados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey ($P \leq 0,05$), utilizando o software Sisvar 5.6.



Figura 5- Arenas utilizadas para bioensaio de atividade de voo (Altura e decolagem).

Fonte: Nascimento, J. M.

3.7 Efeito de diferentes concentrações do OEPA sobre a taxa instantânea de crescimento populacional (r_i)

Foram utilizados insetos adultos não-sexados de duas populações (Picos-PI e Juiz de Fora-MG) com idade variando de 01 a 15 dias. Os bioensaios foram realizados em frascos plásticos com capacidade de 1,0 L, contendo 200 g de milho, com teor de umidade de 13%

b.u., tratados com as concentrações do OEPA (0, 250, 500, 1000 $\mu\text{L kg}^{-1}$). O controle foi constituído por acetona. O OEPA foi pulverizado com um aerógrafo de dupla ação, sistema de mistura interna e depósito por gravidade (modelo BC 60, Steula, São Paulo, Brasil), com pressão de trabalho de 15 Psi. O volume de calda aplicado foi de 400 μL para 200 g de grãos que corresponde a 2 L t^{-1} de grãos (recomendação de volume de calda para inseticidas residuais comerciais). Após a pulverização, os grãos foram infestados com 50 insetos adultos não-sexados em cada repetição (Figura 6).

Os frascos foram armazenados em ambiente com temperatura controlada (27 ± 2 $^{\circ}\text{C}$), umidade relativa ($70\pm 5\%$) e escotofase de 24 h. Nestes bioensaios, os insetos não foram removidos. Foram utilizadas quatro repetições para cada tratamento. A progênie adulta foi contabilizada após 60 dias de armazenamento, metodologia adaptada de Souza et al. (2018).

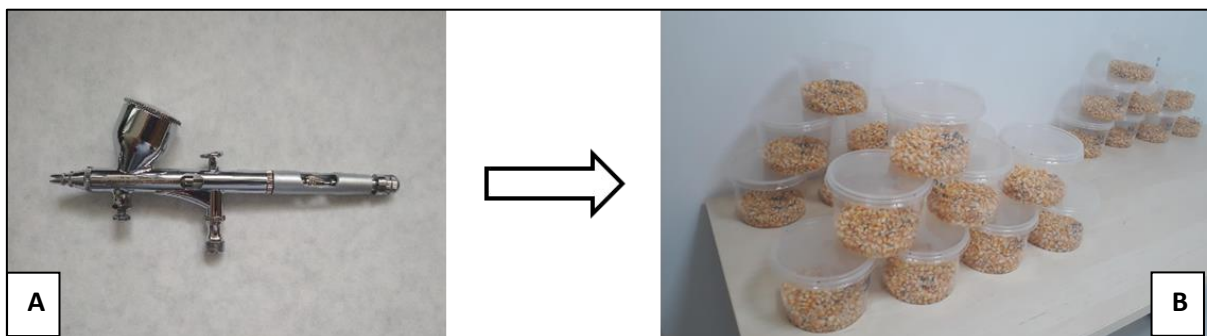


Figura 6- (A) Aerógrafo de ação dupla utilizado para aplicação do óleo essencial no grão. (B) Bioensaio sobre a taxa instantânea de crescimento (r_i)

A taxa instantânea de crescimento (r_i) foi calculada por meio da equação proposta por Walthall e Stark (1997), utilizando-se o total de insetos obtidos ao final do armazenamento (60 dias) e o número inicial de insetos de cada população.

$$r_i = \frac{\left[\ln \left(\frac{N_f}{N_0} \right) \right]}{\Delta T}$$

Em que N_f = Número final de insetos; N_0 = Número inicial de insetos; e ΔT = Variação de tempo (número de dias em que o ensaio será executado).

. Os dados de r_i foram submetidos à análise de regressão em função da concentração do OEPA e o gráfico foi plotado no software Sigmaplot, versão 14 (Systat Software, Inc., San Jose, CA, EUA).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Foram identificados 13 compostos no OEPA por GC-MS, sendo estes classificados ou como Fenilpropanoide, ou como sesquiterpeno (tabela 3). Conforme o tempo de retenção constatou-se que o composto majoritário do OEPA foi o apiol (90,0%), que por sua vez é um fenilpropanoide. Outros fenilpropanoides predominantes foram miristicina (1,70%), guaiol (1,09%) e dilapiol (0,57%). Os sesquiterpenos predominantes foram o (Z)-cariofileno (2,12%), germacreno D (1,62%), pentadecano (0,61%), biciclogermacreno (0,53%), α -humuleno (0,44%), α -copaeno (0,36%), óxido de cariofileno (0,35%), espatulenol (0,35%) e β -elemeno (0,28%).

A composição do OEPA mostrou similaridade como outros estudos que também apresentam o fenilpropanoide apiol como composto majoritário de inseticidas botânicos de *P. aduncum* (SANTANA et al., 2015; PACHECO et al., 2016; LUCENA et al., 2017), embora o isômero dilapiol também seja conhecido como composto majoritário do óleo essencial de *P. aduncum* (SILVA et al., 2013; VOLPE et al., 2015).

Mudanças nas proporções dos constituintes dos metabolitos secundários das plantas ocorrem em decorrência de condições diversas, como o sistema de cultivo, origem do material vegetal, local de coleta, clima e fertilidade do solo, estágio de desenvolvimento e idade da planta, disponibilidade de água, altitude, composição atmosférica e dano tecidual, já que todos atuam no metabolismo secundário das plantas, influenciando na quantidade total de metabólitos utilizados e também em suas proporções (KOTZE et al., 2006; FURLAN et al., 2010; LARA JÚNIOR et al., 2012).

Tabela 3 - Composição química e concentrações relativas dos compostos identificados no OEPA utilizando análise por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS).

Compostos	Classe	Tempo de retenção (min)	% área
α -copaeno	Sesquiterpeno	30,132	0,36
β -elemeno	Sesquiterpeno	31,18	0,28
(Z)-cariofileno	Sesquiterpeno	32,714	2,12
α -humuleno	Sesquiterpeno	34,744	0,44
Germacreno D	Sesquiterpeno	36,417	1,62
Biciclogermacreno	Sesquiterpeno	37,334	0,53
Pentadecano	Sesquiterpeno	37,764	0,61
Miristicina	Fenilpropanoide	38,998	1,70
Dilapio	Fenilpropanoide	40,81	0,57
Espatuleno	Sesquiterpeno	42,006	0,35
Óxido de cariofileno	Sesquiterpeno	42,266	0,35
Guaiol	Fenilpropanoide	42,77	1,09
Apiol	Fenilpropanoide	45,122	90,00

4.2 TOXICIDADE

Os resultados das curvas de concentração-resposta do OEPA entre *C. ferrugineus*, *S. oryzae* e *S. zeamais* são apresentados na Tabela 4. O modelo probit foi adequado para os dados de concentração-mortalidade, tendo em vista os baixos valores de χ^2 e os elevados valores P , obtidos para cada curva de concentração-mortalidade ($\chi^2 < 5,4$; $P > 0,05$). As concentrações letais para 50 e 95% dos insetos (CL_{50} e CL_{95}) foram de $0,0005 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ e $0,0012 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ para *C. ferrugineus*, $0,35 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ e $1,26 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ para *S. oryzae* e $0,39$ e $1,40 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ para *S. zeamais*. As razões de toxicidade das CL_{50} e CL_{95} para *S. zeamais* foram de 736,4 e 1.164,7 vezes, e de 655,89 e 1042,2 vezes para *S. oryzae*, em relação a *C. ferrugineus*.

Os resultados de toxicidade do OEPA indicam grande variação de resposta ao OEPA entre *C. ferrugineus*, *S. oryzae* e *S. zeamais*, as quais são espécies que coexistem em ambientes de grãos de cereais armazenados (HAGSTRUM et al., 2013). Em termos práticos, a toxicidade para *S. zeamais* deve ser considerada para estabelecimento de concentrações, considerando que as suas CLs também são efetivas para *S. oryzae* e *C. ferrugineus*. Vale ressaltar que este é o primeiro estudo que investiga a toxicidade do OEPA para espécies de carunchos que coexistem em ambientes de armazenamento de grãos armazenados, não havendo informações a respeito na literatura consultada.

A menor toxicidade do OEPA para *C. ferrugineus* em relação a outros carunchos corrobora com outros autores, que também verificaram resultados semelhantes em avaliações com frações de *Pisum sativum* L. (Fabaceae) (FIELDS, 2006), fumigação de acetato de alilo em mistura com dióxido de carbono (CO_2) (LEELAJA et al., 2007), biofumigantes oriundos de folhas de *Lantana camara* L. (Verbenaceae) (RAJASHEKAR, 2016), zeólitos (EROGLU et al., 2019). Embora estes autores tenham relatado maior susceptibilidade em *C. ferrugineus*, a susceptibilidade ao OEPA é substancialmente elevada, chegando a 1.164,7 vezes mais susceptível em relação a CL_{95} de *S. zeamais*. Vale destacar que os adultos de *C. ferrugineus* são diminutos (1,5–2,0 mm) e apresentam antenas longas, quem podem alcançar até 2/3 do comprimento corporal. Por outro lado, adultos do gênero *Sitophilus* são geralmente maiores (2,4–4,5 mm) (REES, 1996), o que pode aumentar a superfície corporal de contato de *C. ferrugineus* nos grãos tratados.

Tabela 4- Toxicidade residual relativa de *Piper aduncum* em adultos de espécies brasileiras de *Cryptolestes ferrugineus*, *Sitophilus oryzae*, *Sitophilus zeamais*. O intervalo de concentração do OEPA foi de 0,00016-1,10 $\mu\text{L cm}^{-2}$ (24 h exposição).

Espécies	N ¹	Inclinação \pm E. P. M. ²	CL ₅₀ (IF 95%) $\mu\text{L cm}^{-2}$	RT (IC 95%) CL ₅₀	CL ₉₅ (IF 95%) $\mu\text{L cm}^{-2}$	RT (IC 95%) CL ₉₅	χ^2	P
<i>Cryptolestes ferrugineus</i> ³	1000	4,63 \pm 0,41	0,0005 (0,0004-0,0005)	-	0,0012 (0,0010-0,0013)	-	4,92	0,18
<i>Sitophilus oryzae</i>	1000	2,96 \pm 0,24	0,3500 (0,31-0,39)	655,89 (572,24-751,76)	1,26 (1,06-1,55)	1042,2 (810,5-1340)	5,39	0,14
<i>Sitophilus zeamais</i>	1000	2,97 \pm 0,24	0,3900 (0,35-0,43)	736,40 (625,14-867,46)	1,40 (1,17-1,78)	1164,7 (879,4-1542)	4,69	0,19

¹N= Número total de insetos por bioensaio; ²E.P.M.= Erro padrão da média; ³ Espécie padrão de susceptibilidade; CL= Concentração letal; RT= Razão de toxicidade para CL₅₀ E CL₉₅; IF 95%= Intervalo fiducial a 95% de probabilidade; χ^2 = qui-quadrado; P= probabilidade.

Os resultados das curvas de concentração-resposta do OEPA para as populações de *S. zeamais* são apresentados na Tabela 5. O modelo probit foi adequado para os dados de concentração-mortalidade, tendo em vista os baixos valores de χ^2 e os elevados valores P , obtidos para cada curva de concentração-mortalidade ($\chi^2 < 5,2$; $P > 0,05$). As concentrações CL_{50} e CL_{95} variaram de 0,19 a 0,41 e de 0,94 a 1,32 $\mu\text{L}/\text{cm}^{-2}$, com razões de toxicidade baixas, tanto para as CL_{50} ($RT < 2,2$), quanto para as CL_{95} ($RT < 1,5$). Estes resultados indicam uniformidade de resposta entre as populações, descartando indícios de resistência natural ao OEPA ou resistência cruzada com outro pesticida em uso, que por sua vez é um fenômeno já relatado em populações brasileiras de *S. zeamais* entre DDT e piretroides (GUEDES et al., 1995).

Ressalta-se que não houve grandes variações na inclinação das populações (2,40–3,33), reforçando a homogeneidade toxicológica entre as populações investigadas. Por outro lado, vale ressaltar que o fenômeno resistência a piretroides e a organofosforados é bem relatada em populações de insetos-praga de produtos armazenados no Brasil, assim como em relação ao fumigante fosfina (PEREIRA et al., 2009; CORRÊA et al., 2014; VÉLEZ et al., 2019). Mas, não foram encontrados quaisquer indícios de resistência ao OEPA, ao OE da piperácea *P. hispidinervum* e *Ocimum basilicum* L. (Laliaceae) em populações brasileiras de *S. zeamais* (ARAÚJO et al., 2016).

Tabela 5- Toxicidade residual relativa de *Piper aduncum* em adultos de populações brasileiras de *Sitophilus zeamais* em populações de Picos-PI, Crixás-GO, Tunapólis-SC, Viçosa-MG e Juiz de Fora-MG. O intervalo de concentração do OEPA foi de 0,078 $\mu\text{L cm}^{-2}$ -1,10 $\mu\text{L cm}^{-2}$ (24 h exposição).

Populações	N ¹	Inclinação $\pm\text{E.P.M}^2$	CL ₅₀ (IF 95%) $\mu\text{L cm}^{-2}$	RT (IC 95%) LC ₅₀	CL ₉₅ (IF 95%) $\mu\text{L cm}^{-2}$	RT (IC 95%) LC ₉₅	χ^2	P
Picos-PI ³	1000	2,40 \pm 0,19	0,19 (0,16-0,22)	-	0,94 (0,73-1,23)	-	2,99	0,22
Crixás-GO	1000	2,52 \pm 0,19	0,22 (0,19-0,25)	1,14 (0,91-1,42)	0,99 (0,82-1,27)	1,06 (0,76-1,47)	5,13	0,16
Tunapólis-SC	1000	3,16 \pm 0,25	0,37 (0,34-0,41)	1,92 (1,62-2,29)	1,23 (1,05-1,52)	1,31 (0,99-1,75)	4,41	0,22
Viçosa-MG	1000	3,12 \pm 0,25	0,39 (0,36-0,43)	2,03 (1,76-2,33)	1,32 (1,12-1,64)	1,41 (1,07-1,84)	3,09	0,37
Juiz de Fora-MG	1000	3,33 \pm 0,26	0,41 (0,37-0,45)	2,11 (1,84-2,41)	1,27 (1,09-1,56)	1,35 (1,04-1,76)	3,20	0,36

¹N= Número total de insetos por bioensaio; ²E.P.M.= Erro padrão da média; ³População padrão de susceptibilidade; CL= Concentração letal; RT= Razão de toxicidade para CL₅₀ E CL₉₅; IF 95%= Intervalo fiducial a 95% de probabilidade; χ^2 = qui-quadrado; P= probabilidade.

4.3 TAXA RESPIRATÓRIA

A taxa respiratória variou significativamente entre as populações ($F_{4,12}=4,47$; $P=0,02$). Observa-se na Figura 7 que a população de Tunápolis-SC apresentou maior taxa respiratória natural entre todas e a população de Juiz de Fora-MG, com uma variação de 40% entre estas. Variações na taxa respiratória dos insetos contribuem para a detecção de mecanismos fisiológicos influenciando na toxicidade a inseticidas (SOUSA et al., 2016) e contribuem para detecção eventual de custos adaptativos associados à resistência a inseticidas em ambientes livres de inseticidas (GUEDES et al. 2006).

De acordo com PIMENTEL et al., (2007) a taxa respiratória é um indicativo das demandas de energia dos processos fisiológicos dos insetos, bem como, pode indicar a sua capacidade para mobilizar energia a ser utilizada na produção de mecanismos de defesas contra inseticidas. Porém, mesmo havendo uma variação na taxa respiratória de 40% entre as populações de *S. zeamais*, não houve correlação significativa entre a razão de toxicidade do OEPA (CL_{50} : $r=-0,20$; $P=0,75$ e CL_{95} : $r=-0,14$; $P=0,82$), havendo uniformidade de resposta toxicológica ao OEPA (Tabela 5). Isso implica que a amplitude dos padrões metabólicos das populações, aferido por meio da taxa respiratória das populações, não surtiu qualquer efeito sobre a toxicidade do OEPA para estas mesmas populações.

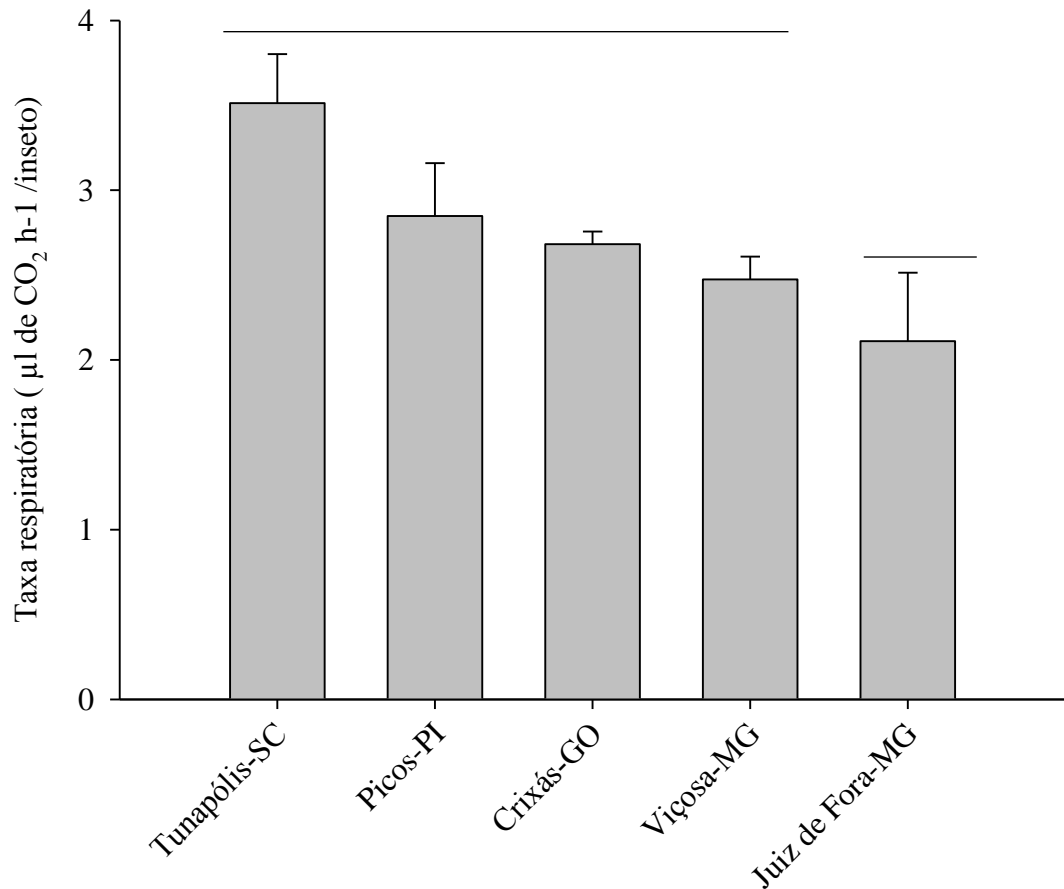


Figura 7- Taxa respiratória de populações de *Sitophilus zeamais*. Médias seguidas de mesmas barras, não diferem entre as populações pelo teste de Tukey ($P < 0,05$).

4.4 EFEITO SUBLETAL DO OEPA SOBRE O COMPORTAMENTO

A avaliação do efeito subletal do OEPA (CL_5) sobre o comportamento das três espécies de carunchos (*S. zeamais* e *S. oryzae* e *C. ferrugineus*) e cinco populações brasileiras de *S. zeamais* foi realizada por meio de testes de atratividade/repelência do bioinseticida e testes de decolagem (iniciação de voo).

4.4.1 Teste de atratividade

O número de insetos variou significativamente entre as arenas tratadas com o OEPA e o controle ($F_{2,36} = 28,18$; $P < 0,0001$). Constatou-se maior número de insetos de *S. zeamais* e *S. oryzae* nas arenas tratadas com o OEPA em relação ao controle, não tendo sido constatada

variação significativa para *C. ferrugineus* (Tabela 6). O OEPA foi classificado como *atraente* para as duas espécies de *Sitophilus* e *neutro* para *C. ferrugineus*, conforme métodos estabelecidos por Mazzone e Vendramim (2003), tendo sido *neutro* para *C. ferrugineus*. Para os bioensaios com as populações de *S. zeamais*, o número de insetos não variou significativamente entre as arenas tratadas com o OEPA e o controle ($F_{4;30}=0,41$; $P=0,80$) (Tabela 7). O OEPA foi classificado como *atraente* para a população de Viçosa, e *neutro* para as demais populações de *S. zeamais*.

Tabela 6- Atratividade/repelência do OEPA CL₅ para *Sitophilus zeamais*, *Sitophilus oryzae* e *Cryptolestes ferrugineus*.

Espécie	Número de Insetos		IR ±EPM	Classificação
	Controle	OEPA		
<i>S. zeamais</i>	17,43±2,03 b	28,71±5,63 a	1,19±0,07	Atraente
<i>S. oryzae</i>	15,29±2,47 b	31,74±2,83 a	1,35±0,10	Atraente
<i>C. ferrugineus</i>	3,5±2,17 a	2,86±1,30 a	1,00±0,34	Neutro

Médias seguidas pela mesma letra, na linha, não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey ($P\leq 0,05$).

Tabela 7- Atratividade/repelência do OEPA CL₅ para as populações de *Sitophilus zeamais*.

Espécie	Número de Insetos		IR ± EPM	Classificação
	Controle	OEPA		
Viçosa-MG	16,75±8,25 a	27,50±10,21 a	1,29±0,14	Atraente
Crixás-GO	18,50±8,31 a	24,50±7,66 a	1,18±0,25	Neutro
Tunapólis-SC	20,00±6,72 a	22,00±6,48 a	1,05±0,13	Neutro
Picos-PI	23,50±7,72 a	34,25±7,07 a	1,23±0,18	Neutro
Juiz de Fora-MG	23,75±10,14 a	29,75±3,61 a	1,19±0,20	Neutro

Médias seguidas pela mesma letra, na linha, não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey ($P\leq 0,05$).

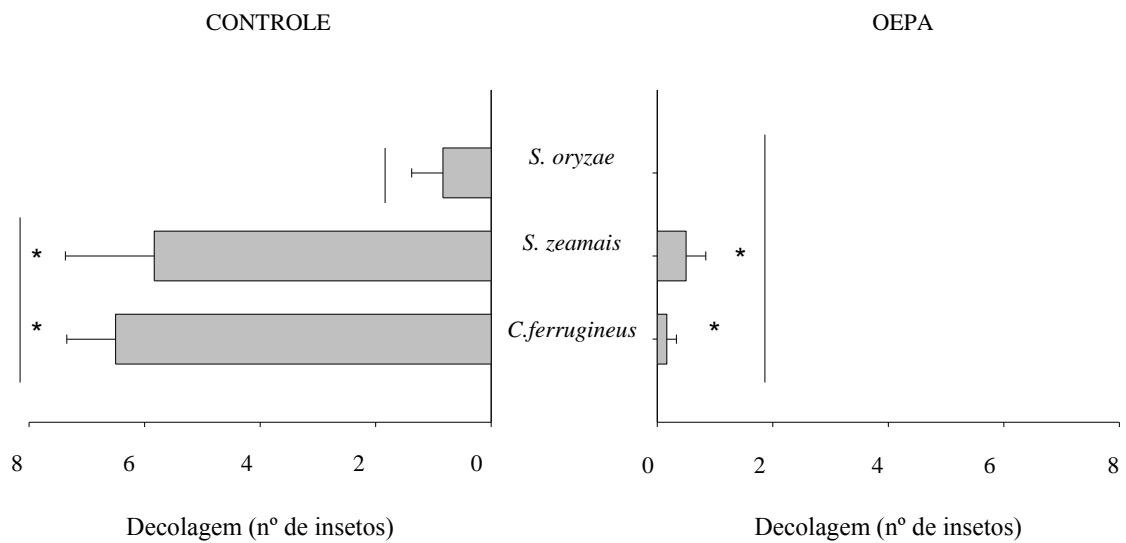
Os fenômenos de atratividade e repelência devem ser considerados na escolha de um óleo essencial para controle de pragas de grãos armazenados (ADHIKARY et al., 2016; KLYŚ et al., 2017), sendo que o OEPA foi classificado como atraente para *S. zeamais* e *S.*

oryzae na presente investigação, com variação de resposta entre as populações da primeira espécie. Do ponto de vista toxicológico, o efeito *neutro* reduz as chances de escape dos efeitos deletérios do bioinseticida, reduzindo os riscos de evolução de resistência fisiológica e comportamental (SOUSA et al., 2012). Outra abordagem é o uso de cairomônios vegetais empregados no monitoramento e captura de carunchos da massa de grãos (WAKEFIELD et al., 2005), inclusive de forma associada com iscas de feromônios (SEMEO et al., 2011; PHOONANA et al., 2014). Ressalta-se que cairomônios vegetais podem atuar na comunicação química atraindo os carunchos e seus inimigos naturais, e interferindo na relação entre ambos. O fato do OEPA ter apresentado efeito *atraente* para *Sitophilus* instiga o uso deste bioinseticida como agente sinérgico em associação com iscas contendo feromônios, até mesmo porque o potencial sinérgico do OEPA já foi comprovado em misturas com inseticidas sintéticos (FAZOLIN et al., 2016).

4.4.2 Atividade de voo

O número de insetos que decolaram variou significativamente entre as espécies ($F_{2;30}=9,15$; $P=0,0008$), entre os tratamentos (OEPA e controle) ($F_{1;30}=44,43$; $P<0,0001$) e houve interação entre estes dois fatores ($F_{2;30}=7,32$; $P=0,0026$) (Figura 8). Constatou-se que tanto o número de insetos que decolaram, quanto à altura de voo, foram significativamente menores nas câmaras de voo tratadas com a CL_5 do OEPA (Figura 8), sendo que o OEPA nesta concentração subletal inibiu completamente a atividade de voo de *S. oryzae*.

DECOLAGEM DE INSETOS (A)



ALTURA DE VOO (B)

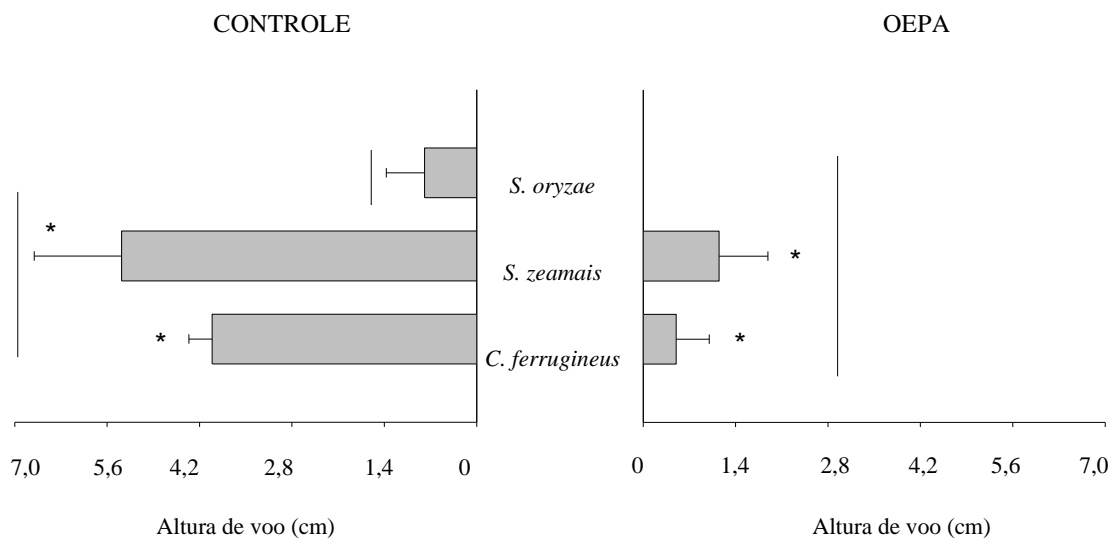


Figura 8- (A) Decolagem (B) e altura de voo de adultos de *Sitophilus oryzae*, *Sitophilus zeamais* e *Cryptolestes ferrugineus* expostos a CL₅ do OEPA para a espécie mais susceptível. Espécies agrupadas pela mesma linha de barra não diferem pelo teste de Tukey ($P < 0,05$). Asteriscos indicam diferenças significativas entre tratamentos (OEPA e controle) para uma determinada espécie (F de Fisher a $P < 0,05$).

A altura de voo também variou significativamente entre as espécies ($F_{2,30}=8,42$; $P=0,0013$), entre os tratamentos (OEPA e controle) ($F_{1,30}=24,14$; $P < 0,0001$) e houve interação entre os dois ($F_{2,30}=3,26$; $P \leq 0,05$). Observa-se (Figura 9) que a CL₅ do OEPA reduziu significativamente a atividade de voo de todas as populações de *S. zeamais*, tanto reduzindo a

decolagem quanto reduzindo a altura de voo, havendo uniformidade de resposta comportamental entre as mesmas ($P < 0,01$).

As alterações comportamentais que os insetos apresentam na presença dos inseticidas podem lhes proporcionar habilidades adicionais para se adaptarem aos ambientes tratados com os compostos tóxicos (SOUSA et al., 2017). A detecção da presença dos inseticidas no ambiente pode estar associada à habilidade de aprendizagem dos insetos ou a variações genéticas nos receptores periféricos ou sistemas de processamento central (PLATA-RUEDA et al., 2019). Isso pode ocasionar a evolução de resistência comportamental aos inseticidas em algumas espécies (SOUZA et al., 2018). Como as populações apresentaram respostas comportamentais homogêneas nas câmaras impregnadas com o OEPA, não foram constatados indícios de plasticidade fenotípica para os parâmetros de decolagem e altura de voo em resposta ao ambiente enriquecido com o OEPA.

O fenômeno da plasticidade fenotípica é reconhecido quando a expressão de uma determinada característica do organismo varia com o ambiente em que ele vive e com o genótipo através da interação genótipo-ambiente (SIBLY et al., 1997), mas o fenômeno não foi detectado para as populações de *S. zeamais* expostas ao OEPA. Em geral, a redução da atividade de voo dos insetos na presença do OEPA, assim como o efeito *neutro* ou *atrativo* sobre os insetos, reduz as chances de escape dos efeitos tóxicos deste bioinseticida, e consequentemente reduz os riscos de evolução de resistência ao bioinseticida.

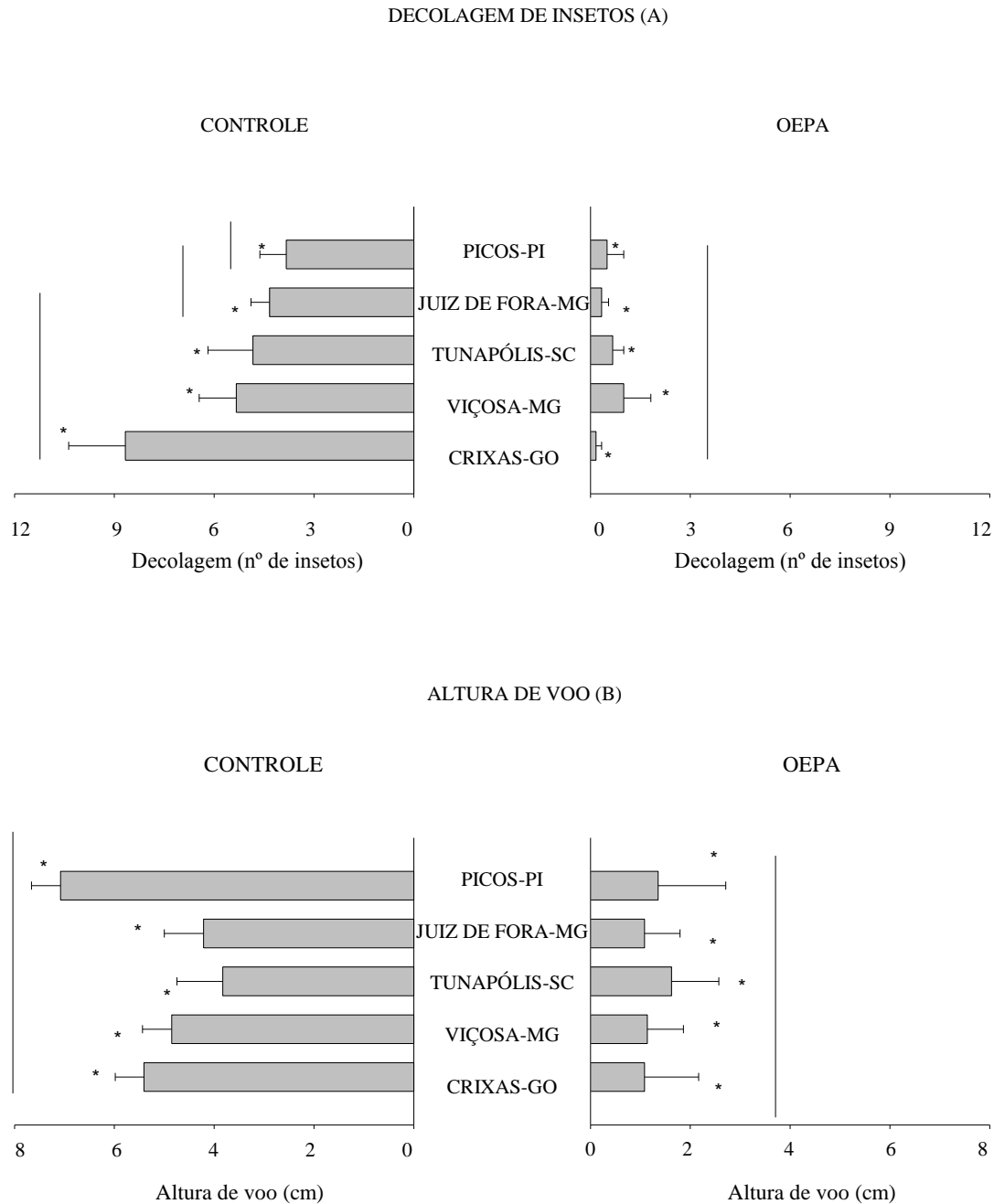


Figura 9- (A) Decolagem (B) e altura de voo de populações de *Sitophilus zeamais* expostas a CL₅ do OEPA para a população padrão de suscetibilidade. Populações agrupadas pela mesma linha de barra não diferem pelo teste de Tukey ($P < 0,05$). Asteriscos indicam diferenças significativas entre tratamentos (OEPA e controle) para uma determinada população (F de Fisher a $P < 0,05$).

4.5 Efeito do OEPA sobre a taxa instantânea de crescimento populacional (r_i)

A r_i variou significativamente entre as concentrações do OEPA ($F_{1,36}= 4,13$; $P \leq 0,0001$), mas não variou significativamente entre as populações ($F_{1,36}= 2,13$; $P=0,15$) e não houve interação significativamente entre estes dois fatores ($F_{1,36}= 1,20$; $P=0,28$). Estes resultados indicam efeito isolado do incremento da concentração OEPA em relação a r_i , sendo, portanto, o evento estudado por meio de análise de regressão. O Modelo de decaimento exponencial de dois parâmetros ($y=a\exp(-bx)$) foi o que melhor se ajustou aos dados da r_i em relação a concentração do OEPA ($F_{14,2}=808,64$; $R^2=0,98$; $P < 0,0001$) (Figura 10). Observa-se que o r_i reduziu com o incremento da concentração do OEPA, obtendo uma eficiência média de $93,77 \pm 1,1$ e $100 \pm 0,0\%$ nas respectivas concentrações de 250 e 500 $\mu\text{L kg}^{-1}$ de grãos de milho.

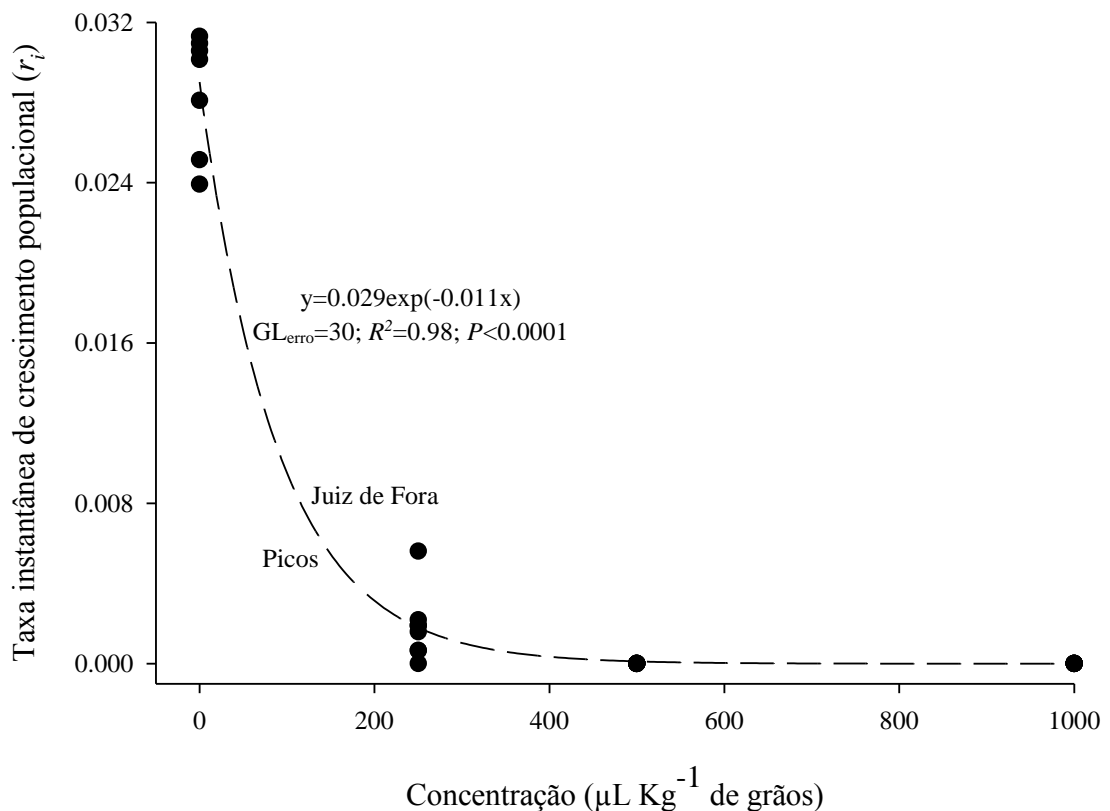


Figura 10- Taxa instantânea de crescimento populacional (r_i) de *Sitophilus zeamais* em função da concentração do OEPA.

De forma comparativa com os principais inseticidas sintéticos organofosforados e piretroides, os quais constituem os dois grupos de inseticidas residuais mais utilizados na proteção de grãos armazenados (KAVALLIERATOS et al., 2019), estes apresentam maior toxicidade para carunchos em relação ao OEPA, conforme concentrações efetivas observadas

na presente investigação. A recomendação técnica dos inseticidas à base de deltametrina e pirimifós-metílico variam, respectivamente, de 14 a 20 e de 8 a 16 mL/ton de grãos (Agrofit, 2020), enquanto que os resultados da presente investigação indicam que a dose de 250 e 500 mL/ton (250 e 500 $\mu\text{L kg}^{-1}$) de grãos apresentaram eficácia de 93,77 e 100 sobre a r_i de *S. zeamais* durante o período de armazenamento de 60 dias.

Para o OEPA, assim como ocorre para outros inseticidas botânicos, os riscos de evolução de resistência são mitigados considerando o fenômeno sinérgico que ocorre entre os voláteis (ALMEIDA et al., 2017). Ressalta-se que, no OEPA, foram detectados 13 compostos sesquiterpenos e Fenilpropanoides, sendo o apiol o composto majoritário (90%). Porém, mesmo havendo menores chances de ganho de resistência, os riscos existem e eles devem ser igualmente considerados, sendo ainda necessárias investigações sobre potencialização e desenvolvimento de tecnologias de bioformulações. Adicionalmente, é importante destacar que o uso indiscriminado de qualquer inseticida botânico deve ser evitado, devido a possíveis efeitos nocivos sobre organismos não-alvo, como inimigos naturais (SUTHISUT et al., 2011).

Em geral, a determinação da toxicidade do OEPA para insetos-praga de produtos armazenados, seus efeitos subletais, bem como o estudo da eficácia sobre a inibição da r_i , são informações de grande importância para o manejo de insetos-praga de grãos armazenados na região amazônica, onde as técnicas utilizadas para a proteção dos grãos ainda se baseiam nos moldes adotados em outras regiões. São necessários estudos adicionais sobre o uso do OEPA em grãos de milho armazenado, principalmente sobre potencialização do bioinseticida, novas formulações, análises de resíduo, e efeitos sobre a qualidade dos grãos em períodos prolongados de armazenamento.

5 CONCLUSÕES

(i) A espécie *C. ferrugineus* apresenta maior susceptibilidade ao óleo essencial de *P. aduncum* em relação às demais espécies;

(ii) As populações apresentam uniformidade de resposta ao OEPA e nenhuma exibe resistência;

(iii) As populações apresentam diferentes padrões respiratórios naturais, mas não há relação entre a toxicidade do OEPA e a taxa respiratória dos insetos;

(iv) O OEPA reduz a atividade de voo para *S. zeamais* e *C. ferrugineus* e inibe a atividade de voo para *S. oryzae*. Sobre a atratividade, o OEPA apresenta efeito atrativo para *S. zeamais* e *S. oryzae* e neutro para *C. ferrugineus*. Entre as populações de *S. zeamais*, O OEPA é atrativo para a população de Viçosa, e neutro para as demais.

(vi) O OEPA reduz a taxa instantânea de crescimento (*ri*) na concentração de 250 e 500 mL Kg⁻¹ (tonelada).

REFERÊNCIAS

- ADHIKARY, P.; MUKHERJEE, A.; BARIK, A. Free fatty acids from *Lathyrus sativus* seed coats acting as short-range attractants to *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 67, n. 1, p. 56-62, 2016.
- AGROFIT - Sistema de Agrotóxicos Fitossanitários. Disponível em: <http://extranet.agricultura.gov.br/agrofit_cons/principal_agrofit_cons>. Acesso em: 15 mar. 2020.
- ALMEIDA, W. A.; SILVA, I. H. L.; SANTOS, A. C. V.; BARROS JÚNIOR, A. P.; SOUSA, A. H. Potentiation of copaíba oil-resin with synthetic insecticides to control of fall armyworm. **Revista Caatinga**, Mossoró, v. 30, n. 4, p. 1059-1066, 2017.
- ALENCAR, E. R.; FARONI, L. R. A.; FERREIRA, L. G.; COSTA, A. R.; PIMENTEL, M. A. G. Qualidade de milho armazenado e infestado por *Sitophilus zeamais* e *Tribolium castaneum*. **Revista Engenharia na Agricultura**, Viçosa-MG, v. 19, n. 1, p. 09-18, 2011.
- ANDRADE, M. A.; CARDOSO, M. das G.; BATISTA, L. R.; MALLET, A. C. T.; MACHADO, S. M. F. Óleos essenciais de *Cymbopogon nardus*, *Cinnamomum zeylanicum* e *Zingiber officinale*: composição, atividades antioxidante e antibacteriana. **Revista Ciência Agronômica**, (Online), v. 43, n. 2, p. 399-408, 2012.
- ARAÚJO, A. M. N.; FARONI, L. R. A.; OLIVEIRA, J. V.; NAVARRO, D. M. A. F; SILVA BARBOSA, D. R.; BREDA, M. O.; FRANÇA, S. M. Lethal and sublethal responses of *Sitophilus zeamais* populations to essential oils. **Journal of Pest Science**, (Online), v. 89, p. 1-12, 2016.
- BAKKALI, F.; AVERBECK, S.; AVERBECK, D.; IDAOMAR, M. Biological effects of essential oils a review. **Food and Chemical Toxicology**, (Online), v. 46, n. 2, p. 446-475, 2008.
- BECKEL, H. dos S.; LORINI, I.; LAZZARINI, S.M.N. Efeito do sinergista butóxido de piperonila na resistência de *Oryzaephilus surinamensis* (L.) (Coleoptera, Silvanidae) a deltametrina e fenitrotiom. **Revista Brasileira de Entomologia**, (Online), v. 50, n. 1, p. 110-114, 2006.
- BELCHIOR, D. C. V.; SARAIVA, A. S.; LÓPEZ, A. M. C.; SCHEIDT, G. N. Impactos de agrotóxicos sobre o meio ambiente e a saúde humana. **Cadernos de Ciência e Tecnologia**, Brasília, v. 34, n. 1, p. 135-152, 2014.
- BIZZO, R. H.; HOVELL, A. M.; REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**, Rio de Janeiro, v. 32, n. 3, p. 588-594, 2001.
- BOYER, S.; ZHANG, H.; LEMPÉRIÈRE, G. A review of control methods and resistance mechanisms in stored-product insects. **Bulletin of Entomological Research**, (Online), v. 102, n. 2, p. 213-229, 2012.
- BRAZÃO, M. A.; BRAZAO, F. V. MAIA, J. G.; MONTEIRO, M. C. Antibacterial activity of the *Piper aduncum* oil and dillapiole, its main constituent, against multidrug-resistant strains. **Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas**, (Online), v. 13, n. 6, p. 517-526, 2014.

BRATTI, C.; VIEIRA, M. C.; ZÁRATE, N. A. H.; OLIVEIRA, A. P. A.; MARAFIGA, B. G. FERNANDES, S. S. L. Levantamento de Plantas Medicinais Nativas da Fazenda Azulão em Dourados- MS. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, (Online), v. 15, n. 3, p. 675-683, 2013.

CAMPO, C.; FERREIRA, B.; MOSCARDI, F.; **Soja: manejo integrado de insetos e outros artrópodes-praga**. Embrapa, p. 859, Brasília, 2012.

CARVALHO-SILVA M, GUIMARÃES E. F, PEREIRA L. A, SARNAGLIA-JUNIOR V. B. Duas novas espécies da seção *Piper Ottonia* (Piperaceae) do sudeste do Brasil. **Phytotaxa**, (Online) v. 212, n.4, p. 212-293, 2015.

CAVALHEIRO, C. N.; SCHNEIDER, F.; GRILLO, H. C. Z.; CORRÊA, N. R.; ALMEIDA, R. V. A.; SPINELLI, R.; PÉRICO, E.; FERLA, N. J.; RAMPEL, C. Distribuição de *Piper gaudichaudianum* Kuntze (Piperaceae) e efeito de borda em fragmento florestal do Jardim Botânico de Lajeado (JBL), Rio Grande do Sul. **Revista Destaque Acadêmicos**, (Online), v. 5, n. 3, p. 131-139, 2013.

COITINHO, R. L. B. C.; J. V. OLIVEIRA, M. G. C. GONDIM JR; C. A. G. CAMARA. Toxicidade por fumigação, contato e ingestão de óleos essenciais para *S. zeamais* Motskulsky, 1885 (Coleoptera: Curculionidae). **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 35, n. 1, p. 172-178, 2011.

CORRÊA, A. S.; TOMÉ, H. V. V.; BRAGA, L. S.; MARTINS, G. F.; DE OLIVEIRA, L. O.; GUEDES, R. N. C. Are mitochondrial lineages, mitochondrial lysis and respiration rate associated with phosphine susceptibility in the maize weevil *Sitophilus zeamais*. **Annals of Applied Biology**, London, v. 165, n. 1, p. 137-146, 2014.

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

DO CARMO, D. F. M. FERNANDES, A. C. F.; MACHADO, G. M. C.; LEON, L. L.; SILVA, J. R. A. Chemical and Biological Analyses of the Essential Oils and Main Constituents of *Piper* Species. **Molecules**, (Online), v. 17, n. 2, p. 1819-1829, 2012.

DUTRA, L. S.; FERREIRA, A. P. Tendência de malformações congênitas e utilização de agrotóxicos em commodities: um estudo ecológico. **Saúde debate**, Rio de Janeiro, v. 43, n. 121, p.390-405, 2019.

EROGLU, N.; SAKKA, M. K.; EMEKCI, M.; ATHANASSIOU, C. G. Effects of zeolite formulations on the mortality and progeny production of *Sitophilus oryzae* and *Oryzaephilus surinamensis* at different temperature and relative humidity levels. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 81, n. 1, p. 40-45, 2019.

ESTRELA, J. L. V.; FAZOLIN, M.; CATANI, V.; ALÉCIO, M. R.; LIMA, M. S. Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 41, n. 2, p. 217-222, 2006.

FACUNDO, V. A.; POLLLI, A. R.; RODRIGUES, R. V.; MILITÃO, J. S. T.; STABELLI, R. G.; CARDOSO, C. T. Constituintes químicos fixos e voláteis dos talos e frutos de *Piper tuberculatum* Jacq. e das raízes de *P. hispidum* H. B. K. **Acta amazônica**, (Online), v. 38, n. 4, p. 733-742, 2008.

FARONI, L. R. A.; MOLIN, L.; ANDRADE, E. T.; CARDOSO, E. G. Utilização de produtos naturais no controle de *Acanthoscelides obtectus* em feijão armazenado. **Revista Brasileira de Armazenamento**, Viçosa-MG, v. 20, n. 1-2, p. 44-48, 1995.

FARONI, L. R. A.; SOUSA, A. H. Aspectos biológicos e taxonômicos dos principais insetos-pragas de produtos armazenados In: ALMEIDA, F. A. C. et al. (Eds.). **Tecnologia de Armazenagem em sementes**. Campina Grande: UFCG, v. 1, cap. 7, p. 371-402, 2006.

FARZAEI, M. H.; ABBASABADI, Z.; ARDEKANI, M. R.; RAHIMI, R.; FARZAEI, F.; PARSLEY: a review of ethnopharmacology, phytochemistry and biological activities. **Journal of Traditional Chinese Medicine**, (Online), v. 33, n. 6, p. 815-826, 2013.

FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L. V.; CATANI, V.; COSTA, C. R. **Potencialidades da Pimenta-de-macaco (*Piper aduncum* L.): características gerais e resultados de pesquisa**. Rio Branco: Embrapa Acre. 53p. il. Color. (Embrapa Acre. Documentos, 103) 2006.

FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L. V.; CATANI, V.; LIMA, M. S.; ALECIO, M. R. Toxicidade do óleo de *Piper aduncum* L. a adultos de *Cerotoma tingomarianus* Bechyné (Coleoptera: Chrysomelidae). **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 34, n. 3, p. 485-489, 2005.

FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L. V.; MEDEIROS, A. F. M.; SILVA, I. M.; GOMES, L. P.; SILVA, M. S. F. Synergistic potential of dillapiole-rich essential oil with synthetic pyrethroid insecticides against fall armyworm. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 46, n. 3, p. 382-388, 2016.

FERNANDES, E. T.; FAVERO, S. Óleo essencial de *Schinus molle* L. para o controle de *Sitophilus zeamais* Most. 1885 (Coleoptera: Curculionidae) em milho. **Revista Brasileira de Agroecologia**, Viçosa-MG, v.9, n.1, p. 225:231, 2014.

FENIGSTEIN, A.; ELIYAHU, M.; GAN-MOR, S.; VEIEROV, D. Effects of five vegetable oils on the sweet potato whitefly, *Bemisia tabaci*. **Phytoparasitica**, (Online), v. 29, n. 3, p. 197-206, 2001.

FERHAT, M. A.; MEKLATI, B. Y.; SMADJA, J.; CHEMAT, F. An improved microwave Clevenger apparatus for distillation of essential oils from orange peel. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 1112, p. 121-126, 2006.

FIELDS, P. G.; Effect of *Pisum sativum* fractions on the mortality and progeny production of nine stored-grain beetles. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 42, n. 1, p. 86-96, 2006.

FURLAN, M. R.; MARTINS, R. C.; RODRIGUES, E.; SCALCO, N.; NEGRI, G.; LAGO, J. H. G. Variação dos teores de constituintes voláteis de *Cymbopogon citratus* (DC) Staf, Poaceae, coletados em diferentes regiões do Estado de São Paulo, **Revista Brasileira de Farmacognosia**, São Paulo, v. 20, n. 5, p. 686-691, 2010.

GAIA, J. M. D.; MOTA, M. G. C.; CONCEIÇÃO, C. C. C.; MAIA, J. G. S. Collecting and evaluation of germplasm of spiked pepper from Brazilian Amazon. **Horticultura Brasileira**, Brasília, v. 28, n. 2, p. 162- 167, 2010.

GOMES, S. P.; FAVERO, S. Avaliação de óleos essenciais de plantas aromáticas com atividade inseticida em *Triatoma infestans* (Klug, 1834) (Hemiptera: Reduviidae). **Acta Scientiarum Health Sciences**, Maringá v. 33, n. 2, p. 147-151, 2011.

GUEDES, N. M. P.; GUEDES, R. N. C.; FERREIRA, G. H.; SILVA, L. B. Flight take-off and walking behavior of insecticide-susceptible and – resistant strains of *Sitophilus zeamais* exposed to deltamethrin. **Bulletin of Entomological Research**, (Online), v. 99, n. 2, p. 393-400, 2009.

GUEDES, R. N. C.; GUEDES, N. M. P.; ROSI-DENADAI, R. A. Sub-lethal effects of insecticides on stored-product insects: current knowledge and future needs. **Stewart Posthar Review**, (Online), v. 7, n. 3, p. 1-5, 2011.

GUEDES, R. N. C.; LIMA, J. O. G. ; SANTOS, J. P. ; CRUZ, C. D. Resistance to DDT and pyrethroids in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* Motsch. Coleoptera: Curculionidae. **Journal of Stored Products Research**, Elmsford, v. 31, n. 2, p. 145-150, 1995.

GUEDES, R. N. C.; OLIVEIRA, E. E.; GUEDES, N. M. P.; RIBEIRO, B.; SERRÃO, J. E. Cost and mitigation of insecticide resistance in the maize weevil, *Sitophilus zeamais*. **Physiological Entomology**, (Online), v. 31, n. 1, p. 30-38, 2006.

GUIMARÃES, E. F.; CARVALHO-SILVA, M.; MONTEIRO, D.; MEDEIROS, E. S.; QUEIROZ, G. A. Piperaceae in lista de espécies da flora do Brasil. **Rodriguésia**, Rio de Janeiro, v. 66, n. 4, p. 1085-1113, 2015.

HAGSTRUM D. W.; KLEJDYSZ, T.; SUBRAMANYAM B., NAWROT J. **Atlas of stored product insects and mites**. AAAC International Inc., St. Paul, Minnesota, USA, 589 pp. 2013.

HOEFFEL, J. L. M., GONÇALVES, N. M., FADINI, A. A. B, SEIXAS, S. R. C. Conhecimento tradicional e uso de plantas medicinais nas APAS`S Cantareira/SP e Fernão Dias/MG. **Revista VITAS**, Niterói, n. 1, 2011.

HYLDGAARD, M.; MYGIND, T.; MEYER, R. L. Essential oils in food preservation: mode of action, synergies, and interactions with food matrix components. **Frontiers in Microbiology**, San Miguel de Tucumán, v. 3, n. 12, p. 1-24, 2012.

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

KAVALLIERATOS, N. G.; MICHAIL, E. J.; BOUKOUVALA, M. C.; NIKA, E. P.; SKOURTI, A. Efficacy of pirimiphos-methyl, deltamethrin, spinosad and silicoSec against adults and larvae of *Tenebrio molitor* L. on wheat, barley and maize. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 83, n. 1, p. 161-167, 2019.

KETOH, G. K.; KOUMAGLO, H. K.; GLITHO, I. A. Inhibition of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae) development with essential oil extracted from *Cymbopogon schoenanthus* L. Spreng. (Poaceae), and the wasp *Dinarmus basalis* (Rondani) (Hymenoptera: Pteromalidae). **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 41, n. 4, p. 363-371, 2005.

KLYŚ, M.; MALEJKY, N.; NOWAK-CHMURA, M. The repellent effect of plants and their active substances against the beetle storage pests. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 74, n. 1, p. 66-77, 2017.

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

KOTZE, A. C.; DOBSON R. J.; CHANDLER, D. Synergism of rotenone by piperonyl butoxide in *Haemonchus contortus* and *Trichostrongylus colubriformis* in vitro: Potential for drug-synergism through inhibition of nematode oxidative detoxification pathways. **Veterinary Parasitology**, (Online), v. 136, n. 3-4, p. 275- 282, 2006.

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**, Lavras, v. 40, n. 6, p. 676-687, 2016.

LARA JÚNIOR, C. R.; OLIVEIRA, G. L.; MOTA, B. C. F.; FERNANDES, M. F. G.; FIGUEIREDO, L. S.; MARTINS, E. R.; MOREIRA, D. L. M.; KAPLAN, M. A. C. Antimicrobial activity of essential oil of *Piper aduncum* L. (Piperaceae). **Journal of Medicinal Plants Research**, (Online), v. 6, p. 3800-3805, 2012.

LAURIN, A. H.; MURRAY, B. I. Acute, sublethal, antifeedant, and synergistic effects of monoterpenoid essential oil compounds on the tobacco cutworm, *Spodoptera litura* (Lep., Noctuidae). **Journal of Agriculture Food Chemistry**, (Online), v. 49, n. 2, p. 715-720, 2001.

LEELAJA, B. C.; RAJASHEKAR, Y.; REDDY, P. V.; BEGUM, K.; RAJENDRAN, S. Enhanced fumigant toxicity of allyl acetate to stored-product beetles in the presence of carbon dioxide. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 43, n. 1, p. 45-48, 2007.

LORINI, I. **Manejo integrado de pragas de grãos de cereais armazenados**. Passo Fundo: Embrapa Trigo, 72 p. 2008.

LORINI, I. Insetos que atacam grãos de soja armazenados. In: HOFFMANN-CAMPO, C. B., CORRÊA-FERREIRA, B. S.; MOSCARDI, F. Soja: manejo integrado de insetos e outros artrópodes-praga. Brasília, DF: Embrapa, p. 421-444, 2012.

LORINI, I.; KRZYŻANOWSKI, F. C.; FRANÇANETO, J. B.; HENNING, A. A. **Principais pragas e métodos de controle em sementes durante o armazenamento – Série Sementes**. Londrina: Embrapa Soja, 12 p. (Embrapa Soja. Circular técnica, 73), 2010.

LORINI, I.; KRZYŻANOWSKI, F. C.; FRANÇANETO, J. B.; HENNING, A. A.; HENNING, F. A. **Manejo integrado de pragas de grãos e sementes armazenadas**. Brasília, DF: Embrapa, 84 p. 2015.

LORINI, I.; MIKE, L. H.; SCUSSEL, V. M. **Armazenagem de grãos**. Campinas: IBG, 983p. 2002.

LUCENA, D. C.; BERTHOLDO-VARGAS, L. R.; SILVA, W. C. E.; MACHADO, A.; LOPES, T. S.; MOURA, S.; BARROS, N. M. Biological Activity of *Piper aduncum* Extracts

on *Anticarsia gemmatalis* (Hübner) (Lepidoptera: Erebidae) and *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, Rio de Janeiro, v. 89, n. 3, p. 1869-1879, 2017.

MACHADO, M. P.; BERGO, C. L.; DESCHAMPS, C.; BIZZO, H. R.; BIASI, L. A. Efeito da secagem natural e artificial da biomassa foliar de *Piper hispidinervum* na composição química do óleo essencial. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 34, n. 1, p. 265-270, 2013.

MAGALHÃES, C. R. I.; OLIVEIRA, C. R. F.; MATOS, C. H. C.; BRITO, S. S. S.; MAGALHÃES, T. A.; FERRAZ, M. S. S. Potencial inseticida de óleos essenciais sobre *Tribolium castaneum* em milho armazenado. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, (Online), v.17, n. 46, p. 1150-1158, 2015.

MARQUES, M. de A.; QUINTELA, E. D.; MASCARIN, G. M.; FERNANDES, P. M.; ARTHURS, S. P. Management of *Bemisia tabaci* biotype B with botanical and mineral oils. **Crop Protection**, Oxford, v. 66, n. 24, p. 127-132, 2014.

MARTINAZZO, A. P.; FARONI, L. R. A.; BERBERT, P. A.; REIS, F. P. Utilização da fosfina em combinação com o dióxido de carbono no controle do *Rhyzopertha dominica* (F.) **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, (Online), v. 35, n. 6, p. 1063-1069, 2000.

MAZZONETTO, F.; VENDRAMIM, J. D. Efeito de pós de origem vegetal sobre *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Bruchidae) em feijão armazenado. **Neotropical Entomology**, (Online), v. 32, n. 1, p. 145-149, 2003.

MENDONÇA, C. G.; RAETANO, C. G.; MENDONÇA, C. G. Tensão superficial estática de soluções aquosas com óleos minerais e vegetais utilizados na agricultura. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, v. 27, n. 1, p. 16-23, 2007.

MITHÖFER A, BOLAND W. Plant Defense Against Herbivores: Chemical Aspects. **Annual Review Plant Biology**, Palo Alto, v. 63, n. 1, p.431-450, 2012.

MORANDIM, A. A., PIN, A. R., PIETRO, N. A. S., ALECIO, A. C., KATO, M. J., YOUNG, C. M., OLIVEIRA, J. E., FURLAN, M. Composition and screening of antifungal activity against *Cladosporium sphaerospermum* and *Cladosporium cladosporioides* of essential oils of leaves and Piper fruits of species. **African Journal of Agricultural Research**, (Online), v. 9, n. 37, p. 6135-6139. 2010.

MÜLLER, M.; BUCHBAUER G. Essential oil components as pheromones. A review. **Flavour and Fragrance Journal**, (Online), v. 26, n. 6, p.357-377, 2011.

NASCIMENTO, J. C.; PAULA, V. F.; DAVID, J. M; DAVID, J. P. Occurrence, biological activities and ¹³C NMR data of amides from *Piper* (Piperaceae). **Química Nova**, (online), v. 35, n 11, p. 2288-2311, 2012.

NATTUDURAI, G.; PAULRAJ, M. G.; IGNACIMUTHU, S. Fumigant toxicity of volatile synthetic compounds and natural oils against red flour beetle *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). **Journal of King Saud University - Science**, (Online), v. 24, n. 2, p.153-159, 2012.

NEGREIROS, J.R.S.; MIQUELONI, D.P. Morphological and phytochemical characterization of *Piper hispidinervum* DC. and *Piper aduncum* L. populations in the state of Acre. **Revista Ceres**, Viçosa-MG, v. 62, n. 1, p. 78-86, 2015.

NWAUBANI, S. I; OPIT, G. P; OTITODUN, G. O; ADESIDA, M. A. Efficacy of two Nigeriaderived diatomaceous earths against *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae) and *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae) on wheat. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 59, n. 1, p. 9–16, 2014.

PACHECO, L. A. e PAULA, D. C. **Insetos de grãos armazenados - identificação e biologia**. Campinas, Fundação Cargill, 229 p.1995.

PACHECO, F. V.; AVELAR, R. P.; ALVARENGA, I. C. A.; BERTOLUCCI, S. K. V.; ALVARENGA, A. A.; PINTO, J. E. B. P. Essential oil of monkey-pepper (*Piper aduncum* L.) cultivated under different light environments. **Industrial Crops and Products**, (Online), v. 85, n. 1, p. 251-257, 2016.

PAES, J. L.; FARONI, L. R. A.; DHINGRA, O. Insecticidal fumigant action of mustard essential oil against *Sitophilus zeamais* in maize grains. **Industrial Crops and Products**, (Online), v. 34, p.56-58. 2012.

PAULIQUEVIS, C. F.; CONTE, C. de O.; FAVERO, S. Atividade insetistática do óleo essencial de *Pothomorphe umbellata* (L.) Miq. Sobre *Rhyzopertha dominica* (Fabricius, 1792) (Coleoptera: Bostrichidae). **Revista Brasileira de Agroecologia**, (Online), v. 8-3, n. 9, p. 39-4, 2013.

PLETSCH, M.; SANT ANNA, A. E. G.; CHARLWOOD, B. V.; Secondary compound accumulation in plants – the application of plant biotechnology to plant improvement, in *chemistry of the amazon* (Seidel P. R.; Gottlieb O. R.; Kaplam M. A. C.) **American Chemical Society**, (online), v. 588, n.1, p. 51-64, 1995.

PEREIRA, C. J.; PEREIRA, E. J. G.; CORDEIRO, E. M. G.; DELLA LUCIA, T. M. C.; TÓTOLA, M. R.; GUEDES, R. N. C. Organophosphate resistance in the maize weevil *Sitophilus zeamais*: magnitude and behavior. **Crop Protection**, Oxford, v. 28, n. 2, p. 168-173, 2009.

PHILLIPS, T. W.; THRONE, J. E. Biorational approaches to managing stored-products insects. **Annual Review of Entomology**, Palo Alto, v. 55, p. 375-397, 2010.

PHOONANA, W.; DEOWANISH, S.; CHAVASIRI, W. Food attractant from mulberry leaf tea and its main volatile compounds for the biocontrol of *Lasioderma serricorne* F. (Coleoptera: Anobiidae). **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 59, p. 299-305, 2014.

PIMENTEL, M. A. G.; FARONI, L. R. A; TÓTOLA, M. R.; GUEDES, R. N. C. Phosphine resistance, respiration rate and fitness consequences in stored-product insects. **Pest Management Science**, London, v. 63, n. 9, p. 876-881, 2007.

PINTO, M. V.; NOGUEIRA, J. C. M.; TRESVENZOL, L. M. F.; FIUZA, T. S. Botanical, Phytochemical and physicochemical study of *Euphorbia hirta* L. (Euphorbiaceae). **Revisa Brasileira de Plantas Mediciniais**, (Online), v. 16, n. 3, p. 649-656, 2014.

- PLATA-RUEDA, A.; MARTÍNEZ, L. C.; SILVA, B. K. R.; ZANUNCIO, J. C.; FERNANDES, M. E. S.; GUEDES, R. N. C.; FERNANDES, F. L. Exposure to cyantraniliprole causes mortality and disturbs behavioral and respiratory responses in the coffee berry borer (*Hypothenemus hampei*). **Pest Management Science**, London v. 75, n. 8, p. 2236-2241, 2019.
- RAJENDRAN, S.; SRIRANJINI, V. Plant products as fumigants for stored-product insect control. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 44, n. 2, p. 126-135, 2008.
- RAJASHEKAR, Y. Toxicity of coumaran to stored products beetles. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 69, n. 1, p. 172-174, 2016.
- RAUT, J. S.; KARUPPAYIL, S. M. A status review on medicinal properties of essential oils. **Industrial Crops and Products**, (Online), v. 62, p. 250-264, 2014.
- REES, D. P. Coleoptera. In: SUBRAMANYAM, B.; HAGSTRUM, D. W. **Integrated Management of Insects in Stored Products**, New York: Marcel Dekker, cap. 1, p. 1-39, 1996.
- REGASINI, L. O.; COTINGUIBA, F.; PASSERINI, G. D.; BOLZANI, V. S.; CICARELLI, M. B.; KATO, M. J.; FURLAN, M. Trypanocidal activity of *Piper arboretum* and *Piper tuberculatum* (Piperaceae). **Revista Brasileira de Farmacognosia**, (Online), v.19, n. 1, p. 199-203, 2009.
- REICHERT JR, F. W.; SCARIOT, M. A.; ECKER, S. L.; CAMPOS, A. T. de; MENEGUZZO, M.; RANDUZ, A. L.; RANDUZ, L. L.; GALON, L.; TREICHEL, H.; MOSSI, A. Estudo do efeito repelente, inseticida do óleo essencial de *Baccharis dracunculifolia* DC no controle de insetos (*Sitophilus zeamais*) em grãos de milho armazenados. **Cadernos de Agroecologia**, (Online), v.8, n. 2, 2013.
- RODRIGUES, A. C.; WIATER, G.; PUTON, B. M. S.; PEREIRA, A. A. M.; PAROUL, N.; CANSIAN, R. L. Atividade repelente e inseticida do óleo essencial de *Baccharis dracunculifolia* D. C. sobre *Sitophilus zeamais* Mots., 1855. **Perspectiva**, Erechim, v. 43, n. 161, p. 123-130, 2019.
- RODRIGUES, J. V.; CHILDERS, C. Óleos essenciais no manejo de pragas e doenças em citros. **Laranja**, Cordeirópolis, v. 23, n. 1, p. 77-100, 2002.
- RUEDA, A. P.; MARTÍNEZ, L. C.; COSTA, N. C. R.; ZANUNCIO, J. C.; FERNANDES, M. E. S.; SERRÃO, J. E.; GUEDES, R. N. C.; FERNANDES, F. L. Chlorantraniliprol-mediated effects on survival, walking abilities, and respiration in the coffee berry borer, *Hypothenemus hampei*. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, (Online), v. 172, n. 15, p. 53-58, 2019.
- SAITO, M. L.; POTT, A.; FERRAZ, J. G.; NASCIMENTO, R. S. Avaliação da Atividade Inseticida em Espécies de Plantas do Pantanal Matogrossense. **Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento**. Jaguariúna, Embrapa Meio Ambiente, 2004.
- SANINI C.; MASSAROLI, A.; KRINSK, D.; BUTNARIU, A. Essential oil of spiked pepper, *Piper aduncum* L. (Piperaceae), for the control of caterpillar soybean looper, *Chrysodeixis*

includens Walker (Lepidoptera: Noctuidae). **Brazilian Journal of Botany**, São Paulo, v. 40, n. 2, p.399-40, 2017.

SANTANA, H. T.; TRINDADE, F. T. T.; STABELI, R. G.; SILVA, A. A. E.; MILITÃO, J. S. T. L.; FACUNDO, V. A. Essential oils of leaves of *Piper* species display larvicidal activity against the dengue vector, *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, (Online), v. 17, n. 1, p.105-111, 2015.

SANTOS, A. C. V.; FERNANDES, C. C.; LOPES, L. M.; SOUSA, A. H. Inseticidal oils from Amazon plants in control of fall armyworm. **Revista Caatinga**, Mossoró, v. 29, n. 3, p. 642-647, 2016.

SANTOS, T. L. B.; TURCHEN, L. M.; DALL'OGGIO, E. L.; BUTNARIU, A. R.; PEREIRA, M. J. B. Fitoquímica do óleo essencial de *Piper* e toxicidade aguda sobre *Helicoverpa armigera* (Lepidoptera: Noctuidae). **Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, Recife, v. 12, n. 4, p. 484-489, 2017.

SANTOS, M. R. A.; LIMA, R. A.; SILVA, A. G.; TEXEIRA, C. A. D.; ALPIREZ, I. P. V.; FACUNDO, V. A. Composição química e atividade inseticida do extrato acetônico de *Piper alatabaccum* Trel & Yuncker (Piperaceae) sobre *Hypothenemus hampei* Ferrari. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, (Online), v. 15, n. 3, p. 332-336, 2013.

SANTOS, M. R. A. dos; SILVA, A. G.; LIMA, R. A.; LIMA, D. K. S. SALLET, L. A. P.; TEIXEIRA, C. A. D.; POLLI, A. R.; FACUNDO, V. A. Atividade inseticida do extrato das folhas de *Piper hispidinervum* (Piperaceae) sobre a broca-do-café (*Hypothenemus hampei*). **Revista Brasileira de botânica**, São Paulo, v. 33, n. 2, p. 319-324, 2010.

SARNAGLIA JUNIOR, V. B.; BERUDEZ, G. M.; GUIMARÃES, E. F. Diversidade de Piperaceae em um remanescente de Floresta Atlântica na região serrana do Espírito Santo, Brasil. **Biotemas**, Florianópolis, v. 27, p.49-57, 2014.

SARRIA, A. L.; SOARES, M. S.; MATOS, A. P.; FERNANDES, J. B.; VIEIRA, P. C.; SILVA, M. F. G. F. Effect of triterpenoids and limonoids isolated from *Cabralea canjerana* and *Carapa guianensis* (Meliaceae) against *Spodoptera frugiperda* (J.E. SMITH). **Zeitschrift für Naturforschung**, (Online), v. 66, n. 5-6, p. 245-50, 2011.

SAS Institute. **SAS/STAT User`s Guide, version 9**. 3ed. Cary: Statistical Analysis System, 2011.

SCHEEPENS, P.; HOEVERS, R.; ARULAPPAN, F. X.; PESCH, G. **Armazenamento de produtos agrícolas**. Wageningen, 85p. 2011.

SEMEAO, A. A.; CAMPBELL, J. F.; WHITWORTH, R. J.; SLODERBECK, P. E. Response of *Tribolium castaneum* and *Tribolium confusum* adults to vertical black shapes and its potential to improve trap capture. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 47, n. 2, p. 88-94, 2011.

SIBLY, R.M.; WINOKUR, L.; SMITH, R.H. Interpopulation variation in phenotypic plasticity in the speckled wood butterfly, *Pararge aegeria*. **Oikos**, Viçosa-MG, v.78, n. 2, p. 323-330, 1997.

SILVA, A. L.; CHAVES, F. C. M.; LAMEIRA, R. C.; BIZZO, H. R. Rendimento e composição do óleo essencial de *Piper aduncum* L. cultivado em Manaus, AM, em função da densidade de plantas e épocas de corte. **Revista Brasileira de Plantas medicinais**, (Online), v. 15, n. 4, p. 670-674, 2013.

SILVA, G. N.; FARONI, L. R. A.; SOUSA, A. H.; FREITAS, R. S. Bioactivity of *Jatropha curcas* L. to insect pests of stored products. **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 48, n. 1, p. 111-113, 2012.

SILVA, J. K.; TRINDADE, R.; ALVES, N. S.; FIGUEIREDO, P. L.; MAIA, J. G. S.; SETZER, W. N. Essential Oils from Neotropical *Piper* species and their biological activities. **International Journal of Molecular Sciences**, (Online), v. 18, n. 12, p. 2571, 2017.

SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; DE MELLO, J. C. P.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 6. Ed. – Porto Alegre: Editora da UFRGS; Florianópolis: Editora da UFSC, 2007.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. A.; FREITAS, R. S. Relative toxicity of mustard essential oil insect-pests of stored products. **Revista Caatinga**, Mossoró, v. 27, n. 2, p. 222-226, 2014.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. A.; GUEDES, R. N. C. Locomotor behavior of *Sitophilus zeamais* populations under sublethal ozone exposure. **Journal of Pest Science**, (online), v. 90, n. 1, p. 239-247, 2017.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. A.; SILVA, G. N.; GUEDES, R. N. C. Ozone Toxicity and Walking Response of Populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). **Journal of economic entomology**, Lanham, v. 105, n. 6, p. 2187-2195, 2012.

SOUSA, A. H.; FARONI, L. R. A.; PIMENTEL, M. A. G.; SILVA, G. N.; GUEDES, R. N. C. Ozone toxicity to *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) populations under selection pressure from ozone. **Journal of Stored Products Research**, Amsterdam, v. 65, p. 1-5, 2016.

SOUSA, R. M. ROSA, J. S.; OLIVEIRA, L.; CUNHA, A.; FERREIRA, M. F. Activities of Apiaceae essential oils and volatile compounds on hatchability, development, reproduction and nutrition of *Pseudaletia unipuncta* (Lepidoptera: Noctuidae). **Industrial Crops and Products**, (Online), v. 63, p. 226-237, 2015.

SOUTO, R.; HARADA, A. Y.; ANDRADE, E. H.; MAIA, J. G. Insecticidal Activity of Pier essential Oils from the Amazon Against the Fire Ant *Solenopsis saevissima* (Smith) (Hymenoptera: Formicidae). **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 41, n. 6, p. 510-517, 2012.

SOUZA, A. P.; MARQUES, M. R.; MAHMOUD, T. S.; BOLZANI, V. S.; CAPUTO, B. A.; CANHETE, G. M.; LEITE, C. B.; LIMA, D. P. Insecticidal effects of extracts from native plants to Mato Grosso do Sul, Brazil, on *Sitophilus zeamais* Mots. (Coleoptera: Curculionidae). **BioAssay**, Londrina, v. 5, n. 1, p. 1-5, 2010.

SOUZA, A. R.; SILVA, T. M.; SANTOS, J. F. L. Seleção e desenvolvimento de *Sitophilus oryzae* (Linné, 1763) em três substratos. **Magistra**, Bahia v. 24, n. 2, p.160–163, 2012.

SOUZA, L. P.; FARONI, L. R. A.; LOPES, L. M.; SOUSA, A. H.; PRATES, L. H. F. Toxicity and sublethal effects of allyl isothiocyanate to *Sitophilus zeamais* on population development and walking behavior. **Journal of Pest Science**, (Online), v. 91, n.2, p. 761-770, 2018.

STARK, J. D.; RANGUS, T. Lethal and sublethal effects of the neem insecticide, Margosan-O, on pea aphid. **Pest Science**, (Online), v. 41; p. 155-160, 1994.

STORCH, G.; LOECK, A. E.; BORBA, R. S.; MAGANO, D. A.; MORAES, C. L.; GRÜTZMACHER, A. D. Efeitos de inseticidas aplicados em doses subletais sobre a dieta artificial e em lagartas de *Anticarsia gemmatalis* (Lepidoptera: Noctuidae). **Revista Brasileira Agrocência**, Pelotas, v. 13, n. 2, p. 175-179, 2007.

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**, (Online), v. 47, n. 5, p. 222-230, 2011.

TEFERA, T. S.; MUGO, P. L.; LIKHAYO, P. Effects of insect population density and storage time on grain damage weight loss in maize due to the maize weevil *Sitophilus zeamais* and the larger grain borer *Prostephanus truncatus*. **African Journal of Agricultural Research**, (Online), v. 6, n. 10, p. 2249-2254, 2011.

TISSERAND, R.; YOUNG, R. **Essential oil safety. A guide for health care professionals**. 2ed. London, UK: Churchill Livingstone Elsevier, 2014.

TURCHEN, L. M.; PITON, L. P.; DALL'OGGIO, E. L.; BUTNARIU, A. R.; PEREIRA, M. J. Toxicity of *Piper aduncum* (Piperaceae) Essential Oil Against *Euschistus heros* (F.) (Hemiptera: Pentatomidae) and Non-Effect on Egg Parasitoids. **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 45, n. 5 p. 604-611, 2016.

UKEH, D.A.; WOODCOCK, C. M.; PICKETT, J. A.; BIRKETT, M. A. Identification of host kairomones from maize, *Zea mays*, for the maize weevil, *Sitophilus zeamais*. **Journal of Chemical Ecology**, (Online), v. 38, n. 11, p. 1402-1409, 2012.

VÁSQUEZ-CASTRO, J.A., G.C. BAPTISTA, L.R.P. TREVIZAN & C.D. GADANHA JR. Flight Activity of *Sitophilus oryzae* (L) and *Sitophilus zeamais* Motsch (Coleoptera: Curculionidae) and its Relationship with Susceptibility to Insecticides. **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 38, n. 3, p. 405-409, 2009.

VÉLEZ, M.; BERNARDES, R. C.; BARBOSA, W. F.; SANTOS, J. C.; GUEDES, R. N. C. Walking activity and dispersal on deltamethrin- and spinosad-treated grains by the maize weevil *Sitophilus zeamais*. **Crop Protection**, Oxford, v. 118, n.1, p. 50-56, 2019.

VELOSO, R. V. S.; PEREIRA, E. J.; GUEDES, R. N.; OLIVEIRA, M. G. A. Does cypermethrin affect enzyme activity, respiration rate and walking behavior of the maize weevil (*S. zeamais*). **Insect Science**, (online), v. 20, n. 3, p. 358- 366, 2013.

VEGGI, P. C. PRADO, J. M; BATAGLION, G. A.; EBERLIN, M. N.; MEIRELES, M. A. A. Obtaining phenolic compounds from jatoba (*Hymenaea courbaril* L.) bark by supercritical fluid extraction. **The Journal of Supercritical Fluids**, (Online), v. 89, p. 68-77, 2014.

VOLPE, H. X. L.; FAZOLIN, M.; GARCIA, R. B.; MAGNANI, R. F.; BARBOSA, J. C.; MIRANDA, M. P. Efficacy of essential oil of against nymphs and adults of *Diaphorina citri*. **Pest Management Science**, London, v. 71, n. 6, p. 1242-1249, 2015.

WALTHALL, W. K.; STARK, J. D. A comparison of acute mortality and population growth rate as endpoints of toxicological effect. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, (Online), v. 37, n. 1, p. 45-52, 1997.

WAKEFIELD, M. E.; BRYNING, G. P.; COLLINS, L. E.; CHAMBERS, J. Identification of attractive components of carob volatiles for the foreign grain beetle, *Ahasverus advena* (Waltl): (Coleoptera: Cucujidae). **Journal of Stored Products Research**, (Online), v. 41, n. 3, p. 239-253, 2005.

YUNCKER, T. G. The piperaceae of Brazil-I. Piper group I, II, III, IV. **Hoehnea**, São Paulo, v. 2, p. 19-366, 1972.