

YAGO ALVES BAPTISTA

**EFEITOS DE ÓLEOS ESSENCIAIS SOBRE *Lasioderma serricorne*
(FABRICIUS) (COLEOPTERA: ANOBIIDAE)**

Botucatu

2021

YAGO ALVES BAPTISTA

**EFEITOS DE ÓLEOS ESSENCIAIS SOBRE *Lasioderma serricorne*
(FABRICIUS) (COLEOPTERA: ANOBIIDAE)**

Dissertação apresentada à
Faculdade de Ciências Agronômicas
da Unesp, Campus de Botucatu, para
obtenção do título de Mestre em
Agronomia (Proteção de Plantas).

Orientador: Edson Luiz Lopes Baldin

**Botucatu
2021**

B222e	Baptista, Yago Alves Efeitos de óleos essenciais sobre <i>Lasioderma serricorne</i> (Fabricius) (Coleoptera: Anobiidae) / Yago Alves Baptista. -- Botucatu, 2021 60 p. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu Orientador: Edson Luiz Lopes Baldin 1. Inseticidas botânicos. 2. Entomologia agrícola. 3. Produtos agrícolas armazenados. 4. Óleos essenciais de plantas. 5. <i>Lasioderma serricorne</i> (besourinho-do-fumo). I. Título.
-------	--

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

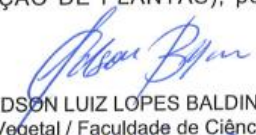
CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

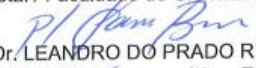
TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: EFEITOS DE ÓLEOS ESSENCIAIS SOBRE *Lasioderma serricorne* (FABRICIUS) (COLEOPTERA: ANOBIIDAE)

AUTOR: YAGO ALVES BAPTISTA

ORIENTADOR: EDSON LUIZ LOPES BALDIN

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em AGRONOMIA (PROTEÇÃO DE PLANTAS), pela Comissão Examinadora:


Prof. Dr. EDSON LUIZ LOPES BALDIN (Participação Virtual)
Proteção Vegetal / Faculdade de Ciências Agronômicas de Botucatu - UNESP


Pesquisador Dr. LEANDRO DO PRADO RIBEIRO (Participação Virtual)
. / Empresa de Pesquisa Agropecuária e Extensão Rural de Santa Catarina


Prof.ª Dr.ª MARIA DE JESUS PASSOS DE CASTRO (Participação Virtual)
. / Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão

Botucatu, 10 de dezembro de 2021

Dedico

Aos meus pais,

Alberto José Correia Baptista e Sônia Maria Garcia Baptista, Lina Izaura Correia Baptista e Orlando Novoa Filho, por todo amor, carinho e incentivo em toda a minha jornada, principalmente na UNESP.

Aos meus irmãos,

Sabrina Garcia Baptista, Fernando Antonio S. Correia Baptista, Yasmin Correia Baptista Novoa, Bruna Correia Baptista Novoa e Caio Correia Baptista Novoa, por todo amor, força, amizade e inspiração.

Aos meus avós,

Áurea Rodrigues Moura Baptista e José Correia Baptista Neto, por todo apoio, amor incondicional e dedicação.

À família Jardim, por me acolherem, cuidarem de mim e me amarem como membro da família.

À toda minha família, por sempre me apoiarem e incentivarem.

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Alberto José Correia Baptista e Sônia Maria Garcia Baptista, Lina Izaura Correia Baptista e Orlando Novoa Filho, pelo amor, carinho, ensinamentos, apoio psicológico e financeiro desde a minha graduação, esforço e por serem os exemplos de seres humanos que continuo a me transformar. Sou eternamente grato por tudo que fizeram e abriram mão por minha causa.

Ao Prof. Dr. Edson Luiz Lopes Baldin, pela orientação, ensinamentos, conselhos, por todo exemplo de caráter, dedicação e profissionalismo. Muito obrigado por ter me dado a chance de evoluir profissionalmente e pessoalmente, sou eternamente grato.

Aos docentes do Departamento de Proteção Vegetal, por todo o conhecimento durante as aulas ministradas no meu mestrado, além de toda a troca de conhecimentos, conselhos e críticas em conversas informais. Aos demais funcionários do mesmo Departamento, pelo conhecimento transmitido, amizade, companheirismo, exemplos e a colaboração para a execução deste trabalho, nos ajudando a manter os ambientes sempre limpos, organizados e seguros.

À Faculdade de Ciências Agronômicas, UNESP, Campus de Botucatu, por toda a vivência de seis anos como aluno de graduação em Engenharia Florestal e estes dois anos e meio como aluno de mestrado. Minha formação superior inteira foi realizada nesta instituição maravilhosa. A FCA me deu oportunidade de conhecer diversas áreas e pessoas fantásticas, passar por diversas experiências desafiadoras e ajudou a transformar um menino de 17 anos em homem, desenvolvendo o meu lado pessoal e profissional. Aos nossos oito anos de história juntos, meu muito obrigado.

Aos funcionários da biblioteca e da Seção Técnica de Pós-Graduação da UNESP/FCA, pela ajuda e colaboração em todas as etapas deste trabalho.

Ao meu amigo e irmão de coração, Alisson da Silva Santana, por todos os ensinamentos, madrugadas de TL's, paciência, auxílio, força, motivação e amizade.

A todos os meus amigos e amigas do Laboratório de Resistência de Plantas a Insetos e Plantas Inseticidas (LARESPI): Rodrigo (Pepa), Vinícius (Celeal),

Maria Clézia (Clezião), Ana Paula (Paulinha), Thaís Braga, Sabrina Ongaratto, Adriano Pimentel (Agregado), Jéssica Gorri, Isabella (Ladyretorno), Vinícius (Sem Sintoma), Vinícius (Djohan), Nádia (Talismã), Adilson (Naka), Guilherme (Delivery), Carolina (Pamonha), Mateus (Leilão), Rafael (Usuário), Pedro (Urso), Felipe (Dias Bar), Guilherme (Taguaí) por todo auxílio, companheirismo, amizade, ensinamentos e momentos de descontração.

Aos meus outros amigos de Botucatu: Maurício (Sno), Felipe (Paranóia), Pedro (Led), Arthur (Kikominho), Vander (Francoxa), Thiago (Ruffles), Luigi (Pedrita), Fabrício (Tirolesa), Pedro (Alegria), Lucas (Tsé), Hugo (John Lennon), Lucas (Dedão), Ícaro (Picaro), Pedro (Pelé) e os demais moradores da República Abre-Lacre, Vitor (Sucção), Bruna (Diferentona), Jader (Tio), Luís (Inútil).

Aos meus amigos de Santos que sempre me apoiaram e me deram forças mesmo longe: Lucas Bastos, Gabriel Moncorvo, Kaue Panarielo, Matheus Santana e Camile Fontes.

À chegada do meu afilhado Leonardo, que me trouxe mais felicidade, amor e perspectiva para um futuro melhor.

A família Jardim, Edson, Patrícia, Roberta, Marcos, Valentina e Carla, por me inserirem na família, por me apoiarem em diversas ocasiões, por toda confiança e amor depositado em mim.

A minha namorada, companheira, amiga e confidente Carla C. Jardim (Toca), por estar sempre presente nos momentos bons e ruins, por todo o amor, força, motivação, carinho e por me apoiar em todas as minhas decisões. Além da sua enorme importância, serei eternamente grato por cada abraço, palavra e força que me deu, você foi e é a pessoa mais importante de todo o meu processo de desenvolvimento pessoal e caminhada, eu te amo.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

O besouro-do-fumo, *Lasioderma serricorne* (Fabricius) (Coleoptera: Anobiidae), é uma praga altamente polífaga e prejudicial que infesta diversos produtos armazenados, incluindo o tabaco. Seu controle é obtido principalmente por meio de aplicações de inseticidas sintéticos, cujos efeitos adversos ao meio ambiente e pressão de seleção têm sido amplamente discutidos. Dentre as opções de manejo alternativas ao método químico convencional, o uso de derivados botânicos configura-se como uma ferramenta eficiente e mais sustentável a longo prazo. Nesse sentido, o uso de óleos essenciais tem se destacado no manejo de artrópodes-praga dos armazéns. Os óleos essenciais de plantas têm sido considerados uma alternativa promissora ao manejo convencional de insetos-pragas. Os principais objetivos do presente estudo são introduzir novos compostos naturais ambientalmente seguros para o controle do besourinho do fumo, *L. serricorne*, além de retardar a seleção de resistência de populações de insetos-pragas. Por esse motivo, avaliamos os efeitos tóxicos e repelentes de óleos essenciais de duas espécies de Piperaceae separadamente e em uma mistura binária contra adultos de *L. serricorne*. Inicialmente, a atividade inseticida dos óleos essenciais separadamente foi avaliada. Em seguida, as concentrações necessárias para causar 50 e 90% de mortalidade na população de *L. serricorne* foram determinadas para ambos óleos essenciais. Em seguida, os tratamentos foram utilizados para determinar o tempo necessário para causar a mortalidade de 50% da população e verificar os efeitos repelentes em *L. serricorne*. Por fim, o efeito sinérgico da mistura binária entre os óleos também foi verificado. Os óleos essenciais separadamente de *Piper aduncum* e *Piper marginatum*, além de sua mistura binária foram os altamente tóxicos contra *L. serricorne*. As concentrações letais do óleo essencial de *P. aduncum*, necessárias para matar 50% e 90% das populações de *L. serricorne*, variaram entre 26,41 a 138,48 $\mu\text{L L}^{-1}$, respectivamente, enquanto que *P. marginatum* variou entre 15,64 a 48,90 $\mu\text{L L}^{-1}$. Todos os tratamentos agiram rapidamente e causaram mortalidade de 50% da população de *L. serricorne* em menos de 38 horas de exposição à fumigação. A mistura foi mais tóxica do que os óleos essenciais aplicados separadamente, o que indica a ocorrência de efeitos sinérgicos. Além disso, o óleo essencial de

P. aduncum foi repelente para *L. serricorne*. Os resultados indicaram que os óleos essenciais testados e sua mistura binária tem potencial para serem desenvolvidos como inseticidas e repelentes naturais para o controle de populações de *L. serricorne*, além de também poderem ser utilizados como alternativa para o manejo da resistência dessas populações.

Palavras-chave: Besouro-do-fumo; inseticida botânico; *Piper marginatum*; *Piper aduncum*; fumigação, repelência.

ABSTRACT

The cigarette beetle, *Lasioderma serricorne* (Fabricius) (Coleoptera: Anobiidae), is a highly polyphagous and harmful pest that infests several stored products, including tobacco. Its control is obtained mainly through applications of synthetic insecticides, whose adverse effects on the environment and selection pressure have been widely discussed. Among the management options alternative to the conventional chemical method, the use of botanical derivatives is an efficient and more sustainable tool in the long run. In this sense, the use of essential oils has stood out in the management of pest arthropods in warehouses. One of the main problems caused by synthetic insecticides use is the development of resistant insect populations. Essential oils of plants have been considered a promising alternative to the conventional management of pests-insects. The main objectives of the present study are to introduce new, ecologically safe, and natural compounds for controlling the cigarette beetle, *Lasiderma serricorne* Fabricius (Coleoptera: Anobiidae), in addition to retard the resistance selection of insect-pest populations. For this reason, we evaluate the toxic and repellent effects of two Piperaceae species essential oils separately and in a binary mixture against adults of *L. serricorne*. Initially, the insecticidal activity of separately essential oils was assessed. Then, the concentrations necessary to cause 50 and 90% of mortality in the *L. serricorne* population were determined for the both essential oils. After that, treatments were used to determine the time required to cause mortality of 50% of the population and check the repellent effects on *L. serricorne*. At least, the synergistic effect of the oils was also verified. The separately essential oils of *Piper aduncum* and *Piper marginatum* and your binary mixture were the highly toxic against *L. serricorne*. *P. aduncum* essential oil lethal concentrations, needed to kill 50% and 90% of *L. serricorne* populations, vary between 26.41 to 138.48 $\mu\text{L L}^{-1}$, respectively, whereas *P. marginatum* vary between 15,64 to 48,90 $\mu\text{L L}^{-1}$. All treatments acted quickly and caused mortality of 50% of the population of *L. serricorne* in less than 38 hours of fumigation exposure. The mixture was more toxic than the essential oils applied separately, which indicates the occurrence of synergistic effects. In addition, the essential oil *P. aduncum* was repellent to *L. serricorne*, however *P. marginatum* was attractive

to him. The results indicated that the tested essential oils and your binary mixture had the potential to be developed as natural insecticides and repellents for controlling *L. serricornis* populations and can also be used as an alternative for the resistance management of these populations.

Keywords: Cigarette beetle; botanical insecticide; *Piper marginatum*; *Piper aduncum*; fumigation, repellence.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Recipientes com dieta e populações de <i>Lasioderma serricorne</i>	30
Figura 2 - Câmara climática para acondicionamento da criação de <i>Lasioderma serricorne</i>	30
Figura 3 - Amostras dos óleos essenciais de <i>Piper marginatum</i> (A) e <i>Piper aduncum</i> (B) utilizados no ensaio.....	30
Figura 4 - Montagem dos potes de acrílico para os ensaios de fumigação (A-C); disposição final do ensaio de fumigação em laboratório (D).....	33
Figura 5 - Disposição de ensaio com fosfina (recipientes adaptados) em área externa.....	32
Figura 6 - A- Placa de Petri subdividida em três áreas: (i) área tratada com o óleo essencial, (ii) área não tratada, e (iii) área de transição (entre as duas porções); B- disposição final do ensaio de repelência.....	34
Figura 7 - Mortalidade de adultos de <i>Lasioderma serricorne</i> expostos aos óleos essenciais <i>P. aduncum</i> , <i>P. marginatum</i> , <i>P. cernuum</i> , <i>P. gaudichaudianum</i> e <i>P. arboreum</i> em concentração preliminar (10 µL de óleo/ litro de ar). * Não incluído na análise por apresentar variância nula.....	36
Figura 8 - Curvas de sobrevivência de <i>Lasioderma serricorne</i> exposto às CL90s dos óleos essenciais de <i>Piper marginatum</i> e <i>Piper aduncum</i>	39
Figura 9 - Efeito sinérgico da combinação entre os óleos essenciais de <i>Piper aduncum</i> e <i>Piper marginatum</i> sobre adultos de <i>L. serricorne</i>	40

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química dos óleos essenciais de <i>Piper marginatum</i> (PM) e <i>Piper aduncum</i> (PA).	37
Tabela 2 – Toxicidade dos óleos essenciais de <i>Piper marginatum</i> e <i>Piper aduncum</i> sobre <i>Lasioderma serricorne</i> após 72 horas de exposição.	38
Tabela 3 – Índices de repelência dos óleos essenciais de <i>Piper aduncum</i> e <i>Piper marginatum</i> sobre adultos de <i>Lasioderma serricorne</i>	41

Sumário

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DE LITERATURA	22
2.1	Distribuição geográfica e aspectos bioecológicos de <i>Lasioderma serricorne</i>	22
2.2	Manejo de pragas em armazéns	23
2.3	Óleos essenciais como alternativa para o controle de pragas	25
3	MATERIAL E MÉTODOS	29
3.1	Criação massal de <i>Lasioderma serricorne</i>	29
3.2	Extração dos óleos essenciais e análises químicas	30
3.3	Screening com óleos essenciais de <i>Piper</i> spp.....	31
3.4	Estimativa de concentrações letais	32
3.5	Estimativa de tempos letais	33
3.6	Avaliação de efeito sinérgico	33
3.7	Avaliação de repelência.....	33
3.8	Análises estatísticas	34
4	RESULTADOS.....	36
4.1	Screening com óleos essenciais de plantas.....	36
4.2	Composição química dos óleos essenciais de <i>Piper marginatum</i> e <i>P. aduncum</i>	36
4.3	Avaliação de toxicidade aguda por fumigação.....	38
4.4	Estimativa de tempos letais	38
4.5	Avaliação de efeito sinérgico	39
4.6	Avaliação de repelência.....	40
5	DISCUSSÃO	41
6	CONCLUSÕES	46
	REFERÊNCIAS.....	47

1 INTRODUÇÃO

O cultivo de tabaco tem elevada importância econômica e social para o Brasil. Além da geração de renda e emprego, o setor contribui significativamente para a balança comercial do país. Sob o aspecto social, a atividade proporciona melhoria nas condições de saúde, educação e segurança de parte da população na região Sul, onde a cultura se concentra. O Brasil se destaca como um dos principais produtores e exportadores de tabaco (SINDITABACO, 2019) e, com base em dados oficiais, o país é terceiro maior produtor, ficando atrás somente da China e da Índia. A produção total brasileira na safra 2017/2018 foi de 632 mil toneladas, resultando em uma renda de R\$ 6,28 bilhões (FAOSTAT, 2019).

O principal objetivo de unidades armazenadoras de grãos, farinhas e folhas secas é preservar a qualidade e a quantidade dos produtos durante as etapas de processamento e armazenamento (CARVALHO et al., 2017). Embora o Brasil seja um grande produtor de tabaco, o ataque de diversos insetos-praga compromete na produção final de produtos armazenados (SALLAM, 2014). As perdas no período pós-colheita resultantes da atividade de insetos normalmente são irrecuperáveis e consistem em uma crescente restrição de segurança alimentar, especialmente nos países tropicais em desenvolvimento. Considerando-se toda a cadeia produtiva, o prejuízo a nível mundial relacionado à presença de insetos-praga em produtos armazenados pode chegar a 17,7 bilhões de dólares ao ano (RAJA et al., 2001; OLIVEIRA et al., 2014; LORINI et al., 2015).

Insetos-praga da ordem Coleoptera configuram-se entre os principais responsáveis pelos danos aos produtos armazenados (HASHIM et al., 2012). Dentre as espécies comumente relatadas, destaca-se o besouro-do-fumo, *Lasioderma serricorne* (Fabricius) (Coleoptera: Anobiidae), por ser a espécie mais importante em tabaco armazenado, podendo acarretar prejuízos de até 100% na produção (RAMADAN, 2020). Esses prejuízos estão relacionados à ocorrência de danos diretos e indiretos, que incluem a perda de peso de produto, aumento da temperatura e umidade em contêineres, contaminação dos produtos por resíduos (fezes e fragmentos do corpo), além da obstrução de equipamentos de beneficiamento (MAHROOF e PHILLIPS, 2008; KHANI e ASGHARI, 2012; NEGRISOLI et al., 2013).

Lasioderma serricorne é uma praga cosmopolita, capaz de infestar diversos produtos armazenados. Tais características possibilitam sua dispersão em todas as fases de seu ciclo de vida, principalmente durante o transporte de contêineres preenchidos com commodities agrícolas (RAYNER, 1951; BLANC et al., 2006). Em fumo, as larvas causam danos desde o armazenamento de folhas curadas até o estoque dos produtos finais (charutos e cigarros), enquanto que os adultos perfuram a embalagem para sair ou penetram mais profundamente no produto (PAPADOPOULOU, 2006; ATHANASSIOU, 2018). Nos últimos anos, a ocorrência de *L. serricorne* em grãos de soja armazenados também tem sido constantemente reportada (KRZYZANOWSKI et al., 2019). Além disso, infestações significativas também já foram registradas em diversos outros produtos armazenados, de origem vegetal ou animal, como amêndoas e torta do babaçu (SILVA e OLIVEIRA, 1985), rações de animais (MACHADO et al., 2008), folhas de camomila (ZANÚNCIO et al., 2014), farinha de trigo (LÜ e MA, 2015), folhas de chá (PHOONAN et al., 2014), couros de animais (HAGSTRUM, 2013), entre outros. A rápida adaptação a diversos hospedeiros evidencia ainda mais a importância do manejo adequado de *L. serricorne* em produtos armazenados (KRZYZANOWSKI et al., 2013).

O método mais comum e eficaz para o controle de *L. serricorne* e diversos outros insetos de produtos armazenados se baseia no uso de inseticidas sintéticos, por meio de fumigação. O gás fosfina ou hidreto de fósforo (PH_3) é o inseticida fumigante mais comumente utilizado para a desinfestação de uma ampla gama de produtos duráveis, incluindo grãos, frutas secas e tabaco nos armazéns, além de instalações de processamento de alimentos em todo o mundo (BENHALIMA et al., 2004; DAGLISH, 2004; AGRAFIOTI et al., 2019). Em contrapartida, a dependência excessiva desse fumigante pelas indústrias de grãos e alimentos no controle de pragas provavelmente contribuiu para o desenvolvimento de resistência de base genética à fosfina nas principais espécies de insetos de produtos armazenados (AFFUL et al., 2018). A resistência de *L. serricorne* a estes inseticidas sintéticos, além da periculosidade ambiental e dos riscos associados à saúde humana, têm impulsionado a busca por métodos alternativos de controle do inseto (SOUSA et al., 2017).

Derivados de plantas são considerados fontes potenciais de novos inseticidas (FERNÁNDEZ-GRANDON et al., 2020). Em geral estes produtos têm efeito sobre

algumas espécies de insetos-praga, além de apresentarem menor toxicidade a organismos não-alvo e ao meio ambiente (MAHDI e BEHNAM, 2018). Dentre algumas alternativas botânicas, os óleos essenciais de plantas medicinais e aromáticas - formados por uma ampla variedade de misturas de compostos orgânicos, têm sido consideradas ferramentas promissoras no controle de artrópodes-praga, inclusive sob condições de armazenamento (BACCI et al., 2015; GERMINARA et al., 2017; WANG et al., 2019).

Considerando-se a diversidade de produtos atacados por *L. serricorne* durante o armazenamento e face à dimensão dos prejuízos anteriormente descritos, surge a necessidade de desenvolver estratégias de controle que sejam menos agressivas ao ambiente e ao homem e, ao mesmo tempo, sejam mais estáveis a longo prazo. Embora diversos métodos de controle tenham sido avaliados para *L. serricorne*, são escassos os estudos sobre os efeitos de óleos essenciais de espécies do gênero *Piper* sobre o inseto, estimulando novas investigações. Assim, no presente estudo avaliou-se bioatividade de óleos essenciais de *Piper* spp. (Piperaceae) em uso isolado e combinado sobre *L. serricorne*. Os resultados podem oferecer novas opções visando ao manejo mais eficiente e sustentável para o besouro-do-fumo nos aramzéns.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Distribuição geográfica e aspectos bioecológicos de *Lasioderma serricorne*

Não existe consenso quanto à origem correta de *Lasioderma serricorne* (Fabricius) (Coleoptera: Anobiidae). Contudo, o inseto foi descrito originalmente em 1792 a partir de uma coleta de plantas secas provenientes das Américas (FABRICIUS, 1792). O primeiro registro de *L. serricorne* associado com tabaco curado na Europa foi feito em Paris em 1848 (RUNNER, 1919; CANZANELLI, 1935) e nos Estados Unidos por volta de 1885 (FULLAWAY, 1914; RUNNER, 1919). Atualmente, *L. serricorne* ocorre em todas as regiões tropicais e subtropicais, além de armazéns abandonados em regiões temperadas.

Historicamente, a dispersão das espécies-praga de armazéns entre regiões geográficas distintas ocorre por meio do transporte (em todas as fases do ciclo biológico dos artrópodes) de mercadorias infestadas (BLANC et al., 2006). Em geral, regiões tropicais e subtropicais favorecem o desenvolvimento desses organismos, os quais demonstram ser mais sensíveis a baixas temperaturas e, em menor medida, a menores teores de umidade (RAYNER, 1951).

O besouro-do-fumo é a espécie com maior importância agrícola e econômica dentro da família Anobiidae (EDDE, 2019). O inseto adulto mede cerca de 2 a 3 mm de comprimento, possui formato oval e apresenta pilosidade por todo o corpo (GALLO et al.; 2002). A cabeça é defletida sob o protórax e os élitros são lisos sem estrias ou pontuações; a antena apresenta onze segmentos, serreados entre o 4° e 10° antenômeros e os tarsos apresentam cinco segmentos (COLLIER, 1981). A duração do ciclo de ovo a adulto é de 35-50 dias em média, dependendo das condições de temperatura e umidade (EDDE, 2019).

Os ovos de *L. serricorne* são branco-perolados (RETIEF, 1988), com numerosos espinhos na porção final, de onde a larva eclode (SIVIK et al., 1957). As fêmeas adultas são capazes de ovipositar sobre substratos secos a partir de um dia da emergência (COOPER e BENGSTON, 1974). Os ovos eclodem em 6-8 dias (RETIEF, 1988) e a casca do ovo é geralmente consumida pelas larvas recém-emergidas (PANT, 1981).

A larva do besouro-do-fumo caracteriza-se por ter corpo delgado, ser muito ativa e capaz de se locomover por distâncias consideráveis em busca de alimento, sendo essa a fase mais prejudicial aos produtos armazenados (RAYNER, 1951; KURUP e PARKHE, 1962; DA SILVA, et al., 2018). Sua coloração nos primeiros dias de vida é branco-amarelada; porém, ao se aproximar do estágio de pupa, o tom escurece, tendendo se tornar pardacenta (COLLIER, 1981). A fase larval dura, em média, é de 25 dias sob condições favoráveis de armazenamento (EDDE, 2019).

As larvas totalmente desenvolvidas param de se alimentar e formam uma célula pupal, geralmente presa a uma superfície firme (HOWE, 1957). As pupas são brancas, com leve coloração esverdeada quando recém-formadas, gradualmente assumindo cor marrom-avermelhada (RUNNER, 1919; CANZANELLI, 1935). A duração da fase pupal varia de 7 a 10 dias sob temperaturas de 30 a 34 °C e 10 a 14 dias em temperaturas mais amenas, de 25 a 29 °C (TENHET e BARE, 1951).

2.2 Manejo de pragas em armazéns

Algumas estratégias podem ser utilizadas para o manejo de pragas em armazenamento. De forma preventiva, a limpeza e higienização das instalações de armazenamento de grãos e alimentos e a exclusão efetiva dos insetos de produtos armazenados e respectivas embalagens são estratégias-chave para o manejo de pragas nestes ambientes (REES, 2004; LORINI et al., 2015). É também indispensável que os produtos recém-processados sejam armazenados em caixas limpas e não em caixas que contenham resíduos de produtos mais antigos, uma vez que podem servir de abrigo para esses artrópodes (PHILLIPS e THRONE, 2010).

Outro método eficaz visando prevenir o ataque de *L. serricorne* e outros insetos é manter os produtos armazenados por períodos consideráveis de tempo sob baixas temperaturas (SWINGLE, 1938, CHILDS et al., 1970, IMAI, 2010). Imai (2010) relatou que o número de indivíduos de *L. serricorne* capturados em armadilhas com iscas de feromônio diminuiu em 98% quando folhas de tabaco foram transportadas de um armazém localizado em uma região quente do Japão para um armazém situado em uma região de frio constante. Segundo o autor, os estágios do ciclo de vida de *L. serricorne* variam devido sua suscetibilidade a baixas temperaturas.

Alternativamente, telas incorporadas com inseticidas de contato podem fornecer vantagem adicional no controle de insetos-praga de armazenamento

(RUMBOS et al. 2018). Estas redes tratadas com inseticida não agem apenas como uma barreira física, podendo também agir quimicamente como repelentes ou eliminando os insetos que entram em contato com as mesmas (RUMBOS et al. 2018).

Contudo, para auxiliar no saneamento preventivo das instalações que recebem os produtos agrícolas armazenados, o controle químico por fumigação é o método mais eficiente e empregado na contenção de infestações por insetos-praga em armazéns (RAJENDRAN e SRIRANJINI, 2008). Esse manejo é feito principalmente por meio de aplicações de produtos sintéticos, por vias de contato e fumigação. O produto mais empregado no controle químico é o hidreto de fósforo, conhecido popularmente como fosfina (SAĞLAM et al., 2015). Este fumigante possui importante papel na proteção de *commodities* devido ao baixo custo, rápida difusão no ar, baixo residual e alta eficiência sobre diversas espécies de artrópodes-praga (CHAUDHRY, 1997; WANG et al., 2006; NAYAK e COLLINS, 2008; PIMENTEL et al., 2009).

Apesar de apresentar grande eficiência no controle de pragas, o uso contínuo e indiscriminado de produtos químicos pode ocasionar desequilíbrios ao meio ambiente e danos à saúde humana (PLUMIER et al., 2020). Além disso, o repetido e indiscriminado uso desses produtos tem resultado na seleção de populações de insetos resistentes aos principais compostos utilizados (BENHALIMA et al., 2004). Este cenário tem contribuído para a utilização de doses cada vez mais elevadas, razão pela qual alguns resíduos de pesticidas sintéticos têm excedido os limites aceitáveis em alimentos, colocando em risco os consumidores finais (SAĞLAM et al., 2015).

Com base no exposto, torna-se necessário desenvolver novas técnicas eficientes e alternativas ao manejo químico convencional para o manejo de pragas em produtos armazenados (CAMPOLO et al., 2018). Dentre as possibilidades, o uso de derivados botânicos com atividade inseticida e/ou insetistática se apresenta como uma opção valiosa no controle de populações de insetos. Estes produtos destacam-se pela baixa toxicidade a organismos não-alvo (alta seletividade) e mamíferos, além de apresentarem menor persistência no ambiente, garantindo maior segurança ambiental (CLOYD, 2004; ISMAN, 2006).

2.3 Óleos essenciais como alternativa para o controle de pragas

A utilização de plantas e seus derivados como inseticidas é uma prática que vem sendo adotada pelo homem desde a idade antiga (VIEGAS JÚNIOR, 2003). No entanto, essa ferramenta foi preterida entre as décadas de 1930 e 1950, especialmente durante a Segunda Guerra Mundial, com a descoberta dos inseticidas sintéticos (organoclorados, organofosforados, carbamatos e piretroides), sobretudo, pela disponibilização do DDT (D'AMATO et al., 2002).

Mais recentemente, diversos estudos têm demonstrado que os produtos derivados de plantas possuem grande potencial inseticida, apresentando-se como alternativas eficientes para o controle de pragas (Isman, 2006). Assim, uma grande variedade de compostos químicos tem sido estudada como alternativa aos inseticidas convencionais devido à significativa bioatividade (GUO et al., 2016; SONG et al., 2016).

Os produtos naturais de plantas apresentam uma vasta gama de diferentes compostos, que variam desde moléculas relativamente simples a moléculas extremamente complexas (STANIEK et al., 2014). Os principais grupos de compostos oriundos do metabolismo secundário das plantas incluem terpenos, compostos fenólicos e compostos nitrogenados, os quais podem representar fontes para novos compostos sintéticos (RAGHUVeer et al., 2015).

Dentre os principais derivados de plantas, se destacam os óleos essenciais (OEs), responsáveis pela distinção do aroma das plantas (PAVELA, 2015). O emprego destes derivados é uma importante ferramenta no controle de insetos-praga devido sua alta eficácia sobre diversas espécies, múltiplos mecanismos de ação, baixa persistência no ambiente e baixa toxicidade a organismos não-alvo (PAVELA e BENELLI, 2016). Isto se deve ao baixo peso molecular de seus compostos, tornando-os altamente voláteis e, portanto, com baixa persistência no meio ambiente, contribuindo para sua seletividade a organismos não-alvo (PEIXOTO et al., 2015).

Produzidos e armazenados em diferentes órgãos como flores, folhas, caules, raízes, frutos e sementes, os óleos essenciais são uma classe de substâncias originadas a partir do metabolismo secundário de plantas (AGUIAR-MENEZES, 2005; REGNAULT-ROGER et al., 2012). Sua constituição química apresenta grande variedade de compostos como alcaloides, terpenos, flavonoides, cumarinas,

benzenoides, quinonas, xantonas, lactonas e esteroides, entre outras classes de compostos (VENTUROSIO et al., 2011; DA SILVA et al., 2012). Quimicamente, a maioria dos óleos essenciais de plantas é constituída de fenilpropanoides e de terpenoides, sendo esses últimos compostos os mais predominantes. Os terpenos encontrados com maior frequência nos OEs são os monoterpenos e os sesquiterpenos (CASTRO et al., 2004; BAKKALI et al., 2008).

A composição química de um óleo essencial pode apresentar variações devido a fatores ambientais e de manejo das plantas, bem como da forma de extração e armazenamento, podendo interferir em sua atividade inseticida (NASCIMENTO et al., 2007). Os compostos presentes em um óleo essencial apresentam-se em diferentes concentrações, sendo denominados majoritários aqueles que se encontram em maiores concentrações (SIMÕES et al., 2007).

A eficiência dos óleos essenciais para o controle de insetos se deve em grande parte à sua complexidade e potencial para efeitos sinérgicos ou aditivos entre os componentes que podem conferir diferentes modos de ação sobre organismos-alvo (JAYA et al., 2014). Esta mistura natural pode contribuir para dificultar o desenvolvimento de resistência por artrópodes. A atividade inseticida de OEs de plantas pode ainda ter diferentes modos de ação (EL-WAKEIL, 2013) e pode se expressar por meio da mortalidade direta, repelência, atratividade, interferência no desenvolvimento e outras alterações no comportamento dos artrópodes (GONZAGA et al., 2008; KUMAR et al., 1997), podendo apresentar, portanto, efeitos letais e subletais.

Diversos estudos documentaram o potencial inseticida de óleos essenciais de plantas de diferentes famílias botânicas sobre importantes pragas de produtos armazenados, como *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) (KOUNINKII et al., 2007), *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae) (ASAWALAM, 2008; UKEH et al., 2008), *Sitophilus oryzae* Linnaeus (Coleoptera: Curculionidae) (UKEH et al., 2008), *Callosobruchus maculatus* Fabricius (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) (BABARINDE et al., 2015), *Zabrotes subfasciatus* Bohemann (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) (GONÇALVES et al., 2015; BERNARDES et al., 2018) e *L. serricorne* (KIM et al., 2003).

Dentre as principais famílias de plantas detentoras de óleos essenciais utilizados para o controle de artrópodes, destacam-se Piperaceae, Lamiaceae, Myrtaceae e Rutaceae, as quais vêm sendo exploradas de maneira crescente visando ao manejo de insetos-praga, inclusive em produtos armazenados (SCOTT et al., 2008). A família Piperaceae forneceu a muitas civilizações do passado e do presente uma fonte de diversos medicamentos e especiarias, além de ser utilizada como inseticida em diversos casos (MATSUI e MUNSKATA, 1975; SCHULTES, 1975; KOKATE et al., 1980; MIYAKADO et al., 1989).

Ainda hoje, os estudos e aplicações dos óleos de Piperaceae no controle de insetos-praga são reportados com frequência. A variedade de espécies de plantas produtoras de óleos essenciais pertencentes a esta família é bastante vasta. Por exemplo, *Piper marginatum* Jacq. é originária da Guatemala e da região amazônica do Brasil e seu óleo essencial é empregado no tratamento de inflamações, malária, cicatrização de feridas, picadas de cobra, doenças relacionadas à bile ou fígado, cárie dentária, como diurético e agente sudorífero (SEQUEDA-CASTAÑEDA et al., 2015). Adicionalmente, diversos estudos demonstraram o seu potencial inseticida sobre *Drosophila suzukii* Matsumura (Diptera: Drosophilidae) (DE SOUZA et al., 2020), *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae) (DUTRA et al., 2020; GUEDES et al., 2020), *Anticarsia gemmatalis* Hübner (Lepidoptera: Noctuidae) (KRINSKI et al., 2018), *Plutella xylostella* (Linnaeus) (Lepidoptera: Plutellidae) (RODRIGUES et al., 2019) entre outros.

Outra piperácea, cujo óleo essencial apresenta grande potencial inseticida é *Piper aduncum* L. A biotividade de seu OE já foi comprovada sobre *Euschistus heros* (Fabricius) (Heteroptera: Pentatomidae) (TURCHEN et al., 2016; COSSOLIN et al., 2019), *Chrysodeixis includens* (Walker) (Lepidoptera: Noctuidae) (SANINI et al., 2017), *P. xylostella* (Lepidoptera: Plutellidae) (ARAÚJO et al., 2020), *Diaphorina citri* Kuwayama (Hemiptera: Liviidae) (VOLPE et al., 2016), *Cerataphis lataniae* Boisduval (Hemiptera: Aphididae), *Aedes aegypti* (Linnaeus) (Diptera, Culicidae) (SILVA et al., 2019), *Crociodolomia pavonana* Fabricius (Lepidoptera: Crambidae) (NAILUFAR e PRIJONO, 2017), entre outros.

Apesar das vantagens descritas, como ação e degradação rápidas, toxicidade baixa à moderada para mamíferos, maior seletividade e baixa fitotoxicidade, os

inseticidas botânicos apresentam algumas limitações que impedem sua pronta utilização em larga escala no campo. Dentre estas, pode-se citar a baixa persistência, escassez do recurso natural, necessidade de padronização química e controle de qualidade, além de dificuldades de registro e custos elevados (ISMAN, 2000; COSTA et al., 2004; AGUIAR-MENEZES, 2005; CORRÊA e SALGADO, 2011). Tais desafios, no entanto, podem ser contornados a partir da intensificação de pesquisas sobre o assunto, além da avaliação de novas estratégias de uso, por exemplo a mistura de óleos essenciais.

Essa combinação de óleos essenciais pode elevar o potencial inseticida e/ou insetistático, promovendo possíveis efeitos sinérgicos ou aditivos. Este tipo de estudo tem sido realizado há mais tempo com bactérias (DUARTE, et al., 2012), nematoides-parasitos intestinais (KATIKI, et al., 2017) e em espécies de mosquitos (WALIWITIYA et al., 2012; YUAN et al., 2019); no entanto, ainda é incipiente quanto ao emprego sobre espécies de insetos-praga em armazéns. Estudos com misturas dos OEs são promissores devido à possibilidade de obtenção de efeito sinérgico, tornando a prática ainda mais eficaz e persistente. No entanto, é importante ressaltar que, além dos efeitos potencializadores (aditivo e sinérgico), também pode ocorrer antagonismo a partir da combinação dos compostos, exigindo grande acurácia nas avaliações (MIRESMAILLI e ISMAN, 2014; KATIKI et al., 2017).

Com base na importância de *L. serricorne* e seu potencial de danos para os produtos armazenados e considerando-se à grande carência por métodos alternativos de controle do inseto, este estudo teve como objetivo avaliar efeitos isolados e combinados de óleos essenciais de *Piper* spp. sobre o inseto. Embora estudos prévios tenham demonstrado o potencial de algumas espécies botânicas sobre o besouro-do-fumo (BACHROUCH et al., 2010; MAHDI e BEHNAM, 2018; ATAIDE et al., 2020), os efeitos de óleos essenciais de *Piper* spp. são ainda desconhecidos para *L. serricorne*.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Criação massal de *Lasioderma serricorne*

Para fornecer insetos necessários aos bioensaios previstos, uma população de *L. serricorne* foi mantida no Laboratório de Resistência de Plantas a Insetos e Plantas Inseticidas (LARESPI), junto ao Departamento de Proteção Vegetal, da Faculdade de Ciências Agrônômicas, UNESP, Campus de Botucatu, SP. Os insetos foram mantidos no interior de recipientes plásticos de 1,5 L, contendo uma mistura de farinha de soja, gérmen de trigo e levedo de cerveja, na proporção de 3:2:1 (Figura 1). Estes recipientes foram vedados com tecido *voil* e mantidos sob condições controladas ($26 \pm 3^\circ\text{C}$, $70\% \pm 10\%$ UR e 12 h de fotoperíodo) dentro de incubadoras tipo BOD (Figura 2).

Figura 1 - Recipientes com dieta e populações de *Lasioderma serricorne*



Figura 2 - Câmara climática para acondicionamento da criação de *Lasioderma serricorne*



3.2 Extração dos óleos essenciais e análises químicas

Para a extração dos óleos essenciais, folhas frescas de cada planta foram submetidas à hidrodestilação em aparelho tipo Clevenger por 4h. Para tanto, foram utilizados 300 g de folhas frescas e 500 mL de água destilada. Sulfato de sódio anidro foi usado para remover vestígios de água. Posteriormente, o óleo essencial foi acondicionado em frasco âmbar de 5 mL (Figura 3), e armazenado no interior de um freezer a -4 °C até a realização dos bioensaios.

Figura 3 - Amostras dos óleos essenciais de *Piper marginatum* (A) e *Piper aduncum* (B) utilizados no ensaio



A composição dos óleos essenciais (EO) foi analisada por cromatografia gasosa com detector de ionização de chama (CG-FID) e cromatografia gasosa-espectrometria de massa (CG-MS). As análises CG-FID foram realizadas em um cromatógrafo Shimadzu GC2010 Plus equipado com um amostrador automático AOC-20s e equipado com um FID e um processador de tratamento de dados. Uma coluna capilar de sílica fundida Rtx-5 (Restek Co., Bellefonte, PA, EUA) (30-m × 0,25 mm d.i.; espessura de filme de 0,25 µm) foi empregada. A temperatura da coluna foi programada para aumentar de 60 a 240 °C a 3 °C min⁻¹ e manter a 240 °C por 5 min. O gás de arraste foi He (99,999%) a 1,0 mL min⁻¹, injetado a um volume de 0,1 µL (razão de divisão de 1: 10), e as temperaturas do injetor e do detector foram de 240 e 280 °C, respectivamente. As concentrações relativas dos componentes foram obtidas pela normalização da área do pico (%). As áreas relativas foram a média de análises de CG-FID em triplicata.

As análises CG-MS foram realizadas em um sistema Shimadzu QP2010 Plus (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão) equipado com um amostrador automático AOC-20i. Foi usada uma coluna capilar de sílica fundida RTX-5MS (Restek Co., Bellefonte, PA, EUA) (30 m x 0,25 mm d.i. x 0,25 µm de espessura de filme). O modo de ionização de elétrons ocorreu em 70 eV. Hélio (99,999%) foi empregado como gás

de arraste em um fluxo constante de 1,0 mL min⁻¹. O volume de injeção foi de 0,1 µL (proporção de divisão de 1:10). As temperaturas do injetor e da fonte de íons foram fixadas em 240 e 280 ° C, respectivamente. O programa de temperatura do forno foi o mesmo usado para CG. Os espectros de massa foram obtidos em intervalos de varredura de 0,5 s, na faixa de massa de 40 a 600 Da. A identificação dos constituintes químicos do EO foi baseada em seus índices de retenção em uma coluna capilar Rtx-5MS sob as mesmas condições operacionais utilizadas em CG em relação a uma série homóloga de n-alcanos (C 8 -C 20). As estruturas foram automaticamente comparadas com as bibliotecas de espectros Wiley 7, NIST 08 e FFNSC 1.2, e seus padrões de fragmentação foram comparados com dados da literatura (ADAMS, 2007).

3.3 Screening com óleos essenciais de *Piper* spp.

No teste preliminar foi avaliada a bioatividade de óleos essenciais de cinco espécies de *Piper*: *P. aduncum*, *P. marginatum*, *P. cernuum* Vell, *P. gaudichaudianum* Kunth e *P. arboreum* Aubl., por meio de ensaios de fumigação. Os óleos foram aplicados sobre porções de papel filtro (1 cm²) na concentração de 10 µL L⁻¹ (óleo/ar) (OLIVEIRA et al., 2017), com auxílio de uma micropipeta. Na sequência, as porções de papel de filtro tratadas foram afixadas na superfície interna da tampa de frascos de acrílico (50 mL). Estes papéis foram isolados do restante do pote por uma camada de tecido *voil*, a fim de evitar o contato entre os insetos e as substâncias (Figura 4). Dez adultos recém-emergidos de *L. serricorne* foram transferidos para o interior dos frascos e, após o término das infestações, todas as parcelas foram dispostas em 180° (com a tampa voltada à base inferior) e mantidos nesta posição visando permitir a saturação e homogeneização do gás na atmosfera do frasco (OLIVEIRA et al., 2018).

Como controle positivo foi empregado fosfeto de alumínio (Gastoxin® B57, Bequisa Ind. Química do Brasil Ltda., São Vicente, SP) em pastilha macerada, na dosagem de 0,015g/5L (comercial adaptado) (Figura 5), além do controle negativo (acetona). O delineamento experimental empregado foi o inteiramente casualizado (DIC), com sete tratamentos e cinco repetições. Os potes com os óleos essenciais impregnados foram mantidos em BOD (condições já descritas), enquanto que os potes com fosfina foram mantidos em ambiente externo. A mortalidade dos insetos foi avaliada diariamente até 72 h de exposição.

Figura 4 - Montagem dos potes de acrílico para os ensaios de fumigação (A-C); disposição final do ensaio de fumigação em laboratório (D)

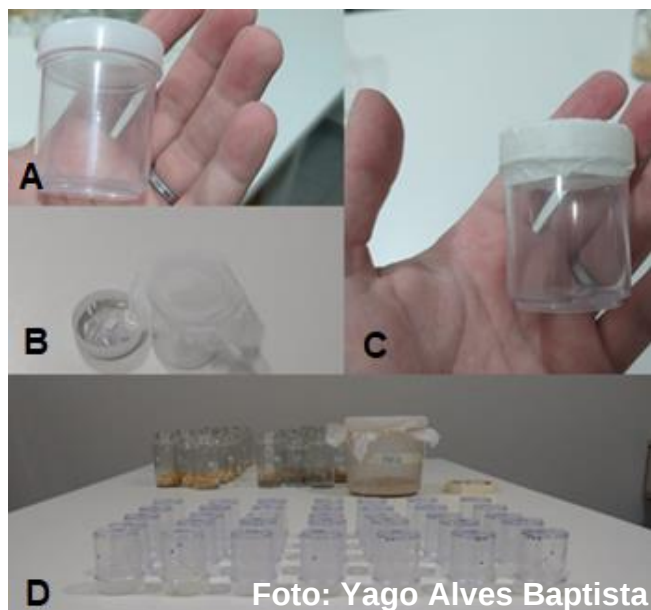


Figura 5 - Disposição de ensaio com fosfina (recipientes adaptados) em área externa



3.4 Estimativa de concentrações letais

A estimativa das concentrações letais (CL_{50} e CL_{90}) dos óleos essenciais de *Piper marginatum* e *Piper aduncum* sobre *L. serricorne* foi obtida por meio de ensaios de fumigação. Para isso, os tratamentos foram aplicados em diferentes concentrações, para obter mortalidades entre zero e 100,00%. A metodologia adotada para instalação e avaliação foi a mesma descrita em 3.3. No entanto, neste caso foram avaliados 14 tratamentos, sendo seis concentrações de *P. marginatum* (5; 10; 20; 40; 60; 80 $\mu\text{L L}^{-1}$), cinco concentrações de *P. Aduncum* (10; 20; 40; 60; 80 $\mu\text{L L}^{-1}$), além do controle negativo acetona, em delineamento inteiramente casualizado, com cinco repetições por tratamento.

3.5 Estimativa de tempos letais

Para a estimativa dos tempos letais dos tratamentos sobre *L. serricorne*, foi empregada a CL₉₀ de cada óleo essencial (obtidas em 3.4), além do controle negativo (acetona). O ensaio foi realizado em delineamento inteiramente casualizado com três tratamentos e 10 repetições, seguindo a mesma metodologia descrita em 3.4. A mortalidade foi avaliada a cada 30 minutos nas duas primeiras horas e depois a cada duas horas, até completar 12 horas de exposição. A partir de 12 horas de ensaio, as avaliações foram contínuas e com intervalo de quatro horas até que a mortalidade do controle negativo atingisse 80%.

3.6 Avaliação de efeito sinérgico

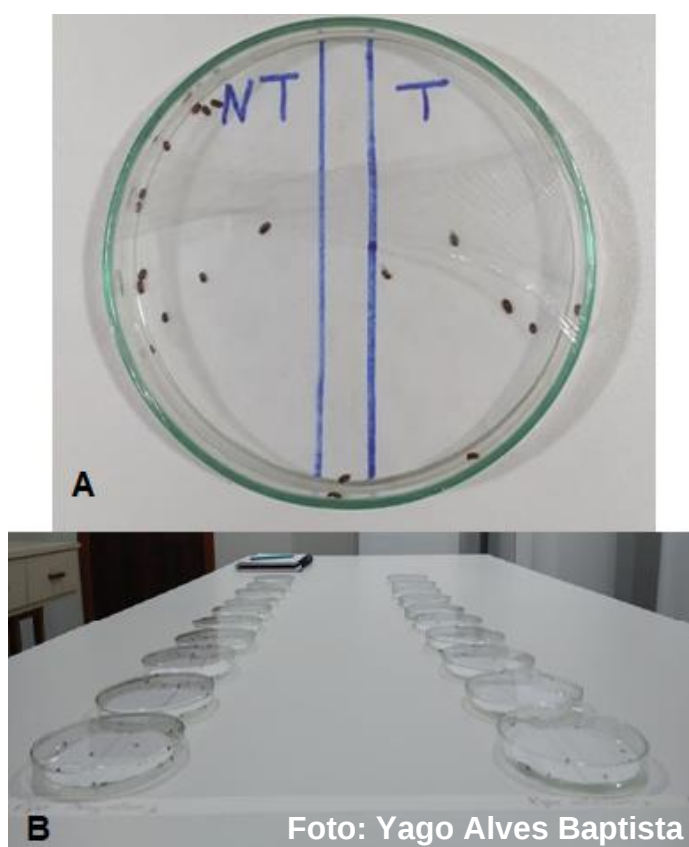
A metodologia aplicada no ensaio de efeito sinérgico foi similar à adotada no item 3.4. O ensaio foi realizado em delineamento inteiramente casualizado com quatro tratamentos e cinco repetições. Os tratamentos foram constituídos de um controle negativo (acetona), a CL₅₀ de ambos os óleos essenciais separadamente estimada no bioensaio de concentração letal (3.4.), além da mistura binária (HUMMELBRUNNER e ISMAN, 2001; ALCANTARA et al., 2017; OLIVEIRA et al., 2017). O efeito da mistura binária sobre adultos de *L. serricorne* foi classificado em antagonismo, aditismo ou sinergismo, em função da comparação entre as mortalidades observada e esperada (HUMMELBRUNNER e ISMAN, 2001).

3.7 Avaliação de repelência

Para o bioensaio de repelência, foram utilizados os mesmos tratamentos avaliados em 3.5. Cada unidade experimental foi constituída de uma placa de Petri de vidro (7 cm de diâmetro x 2 cm de altura), contendo uma camada de papel filtro ao fundo. O papel filtro foi subdividido em três porções: (i) área tratada com o óleo essencial, (ii) área não tratada, e (iii) área de transição (zona entre a área tratada e a não tratada) (Figura 6). As porções tratadas receberam 0,1 mL dos tratamentos, enquanto que as áreas não tratadas receberam apenas o solvente acetona (controle). Após a aplicação dos tratamentos, 20 adultos recém-emergidos não-sexados de *L. serricorne* foram liberados ao centro de cada placa. Apenas os insetos nas áreas tratadas e não tratadas de cada placa foram contabilizados a cada 2 horas, até completar 12 horas, e após 24 horas do início do bioensaio. O índice de repelência

(IR) foi calculado seguindo a fórmula: $(IR) = ((C - T)/(C + T)) \times 100$, considerando C a área de controle e T a área tratada. Valores positivos e negativos indicaram efeitos repelentes e atrativos, respectivamente (SAAD et al., 2019). O delineamento experimental foi o inteiramente casualizado e cada placa considerada uma repetição, num total de 10.

Figura 6 - A- Placa de Petri subdividida em três áreas: (i) área tratada com o óleo essencial, (ii) área não tratada, e (iii) área de transição (entre as duas porções); B- disposição final do ensaio de repelência



3.8 Análises estatísticas

Para a seleção dos óleos essenciais com mortalidade mais promissora a partir do *screening*, foi utilizada análise de variância e de resíduos por meio do teste das amplitudes múltiplas de Duncan.

Os resultados de mortalidade dos bioensaios de concentração letal foram corrigidos em relação à mortalidade ocorrida na testemunha, utilizando-se a fórmula de Abbott (ABBOTT, 1925). Análises de Probit foram realizadas para determinar as curvas de concentração-mortalidade dos óleos essenciais de *P. aduncum* e *P.*

marginatum para *L. serricorne*. As curvas foram obtidas com o auxílio do software SAS (Statistical Analysis System) University Edition, SAS® Studio (SAS Institute, NC, USA). Foram aceitas curvas com probabilidade maior que 0,05 de aceitação da hipótese de nulidade pelo teste de χ^2 . As CL's foram comparadas pelo critério da não-sobreposição dos intervalos de confiança (IC₉₅) em relação à origem do intervalo.

Os resultados dos bioensaios de tempo letal foram submetidos à análise de sobrevivência usando o software SigmaPlot 11.0. Este procedimento permitiu a estimativa de curvas de sobrevivência, usando os estimadores de Kaplan-Meier. Com isso, foi determinado o tempo necessário para causar 50,00% de mortalidade (TL₅₀) dos carunchos para cada tratamento.

No bioensaio de atratividade e repelência, a porcentagem de insetos contabilizados nas partes tratadas e não-tratadas da placa de Petri foi submetida a análise de variância (PROC GLM, SAS) e a diferença entre o número de indivíduos nas porções não-tratadas e tratadas analisada e comparada por meio de teste T (PROC TTEST, SAS).

No bioensaio de efeito sinérgico, as mortalidades esperadas foram calculadas segundo a fórmula: $E = O_a + O_b (1 - O_a)$ (HUMMELBRUNNER e ISMAN, 2001), onde E é a mortalidade esperada e O_a e O_b são mortalidades observadas dos óleos essenciais separadamente.

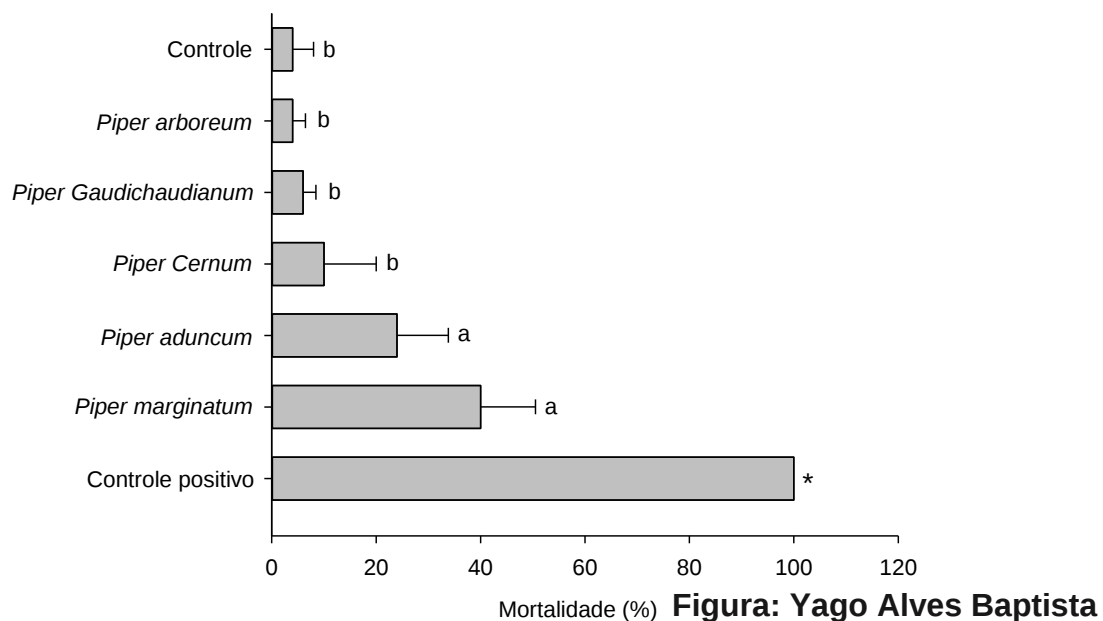
Os efeitos das misturas binárias foram classificados por meio de comparações entre o χ^2 tabulado e o χ^2 calculado ($\chi^2_{\text{tab}} = 3,84$; $df = 1$; $\alpha = 0,05$). O χ^2 foi calculado de acordo com a seguinte fórmula: $\chi^2 = (O_m - E)^2 / E$, no qual O_m é a mortalidade observada da mistura binária. Se o valor do par analisado for $\chi^2_{\text{cal}} < 3.84$ sugere que o efeito é aditivo. No entanto, se o valor do par analisado resultar em $\chi^2_{\text{cal}} > 3.84$, o efeito indicado será de sinergismo ou de antagonismo, sendo necessário, portanto, analisar as mortalidades esperadas e observadas das misturas binárias.

4 RESULTADOS

4.1 Screening

Após 72 horas de exposição, os óleos essenciais de *P. marginatum* e *P. aduncum* foram significativamente mais tóxicos contra *L. serricorne* na comparação com os demais óleos ($F=9,7$; $GL=5$, $p<0,001$), sendo selecionados para os ensaios subsequentes. Os óleos de *P. arboreum*, *P. gaudichaudianum* e *P. cernum* não diferiram significativamente do controle negativo (acetona). Adicionalmente, o controle positivo (fosfina) causou 100,00% de mortalidade na população em estudo (Figura 7).

Figura 7 - Mortalidade de adultos de *Lasioderma serricorne* expostos aos óleos essenciais *P. aduncum*, *P. marginatum*, *P. cernum*, *P. gaudichaudianum* e *P. arboreum* em concentração preliminar (10 µL de óleo/ litro de ar). * Não incluído na análise por apresentar variância nula



4.2 Composição química dos óleos essenciais de *Piper marginatum* e *P. aduncum*

Os componentes majoritários do óleo essencial de *P. marginatum* foram espatulenol (15%), 3,4-metilenedioxipropiofenona (14,0%), miristicina (10,3%), elimicina (9,2%) e β -cariofileno (6,5%). Por sua vez, o óleo essencial de *P. aduncum* apresentou apiol (63,5%), germacreno D (7,3%), cis-nerolidol (6,9%) e β -cariofileno (4,1%) como componentes majoritários (Tabela 1).

Tabela 1 - Composição química dos óleos essenciais de *Piper marginatum* (PM) e *Piper aduncum* (PA)

Componentes	TR (min)	IR _{esp}	IR _{lit}	% AR	
				PM	PA
α-pineno	9,17	921	939	1,7	
β-pineno	11,89	965	979	1,2	
mirreno	12,94	981	991	0,3	
3-careno	14,06	999	1011	4,1	
limoneno	15,29	1019	1029	0,3	
cis-ocimeno	15,96	1030	1040	1,7	
trans-β-ocimeno	16,59	1040	1050	2,7	
linalol	19,76	1091	1098	4,7	2,4
safrol	30,73	1282	1285	0,5	
δ-elemeno	32,98	1335	1339	1,1	0,3
α-cubebeno	33,52	1347	1351	3,1	0,5
β-burboneno	34,95	1381	1384	1,0	
β-elemeno	35,23	1387	1391	1,9	1,2
metil eugenol	35,64	1397	1401	3,9	
β-cariofileno	36,43	1415	1418	6,5	4,1
aromadendreno	37,20	1436	1439		0,4
α-humuleno	37,88	1453	1454	0,9	
germacreno D	38,83	1477	1480	1,7	7,3
β-Selineno	38,98	1481	1485	1,9	
bicyclogermacreno	39,37	1491	1495	1,1	
valenceno	39,40	1491	1491		1,1
miristicina	40,42	1517	1520	10,3	
δ-cadineno	40,56	1522	1524		2,2
cis-nerolidol	41,33	1542	1534		6,9
3,4-metilenedioxipropiofenona	41,42	1544	1545	14,0	
Elimicina	41,75	1553	1554	9,2	
trans-nerolidol	42,06	1561	1564	0,3	
spatulenol	42,48	1572	1575	15,0	3,5
Ledol	42,53	1573	1565		1,5
Óxido de cariofileno	42,79	1580	1583	0,1	
α-cadinol	44,03	1653	1653	5,6	
τ-cadinol	44,40	1624	1640		1,2
τ-muurolol	44,95	1639	1642		0,9
Apiol	46,43	1680	1680		63,5
Hidrocarbonetos monoterpênicos				12,0	
Monoterpenos oxigenados				4,7	2,4
Hidrocarbonetos sesquiterpênicos				19,2	17,1
Sesquiterpenos oxigenados				21,3	14,0
Fenilpropanoides				37,9	63,5
Não identificados				5,2	3,0

^a TR: tempo de retenção (min); ^b IR esp: índice de retenção determinado em relação aos n-alcanos (C8-C20) na coluna Rtx-5MS; ^c IR lit: índice de retenção da literatura (Adams 2007); ^d AR: área relativa, calculada a partir da área do pico em relação à área total do pico do cromatograma CG-FID.

4.3 Avaliação de toxicidade aguda por fumigação

Considerando o critério de sobreposição do intervalo de confiança, o óleo essencial de *P. marginatum* mostrou-se mais tóxico que o óleo essencial de *P. aduncum*. Foram necessários 15,64 (IC95= 13,07-18,80) e 48,90 µL de óleo/ litro de ar (IC95= 36,79-76,23) para que o óleo essencial de *P. marginatum* causasse 50 e 90% de mortalidade aos adultos de *L. serricorne*, respectivamente. Já para o óleo essencial de *P. aduncum*, foram necessários 26,41 (IC95= 20,48-33,94) e 138,48 µL de óleo/ litro de ar (IC95= 85,87-360,22) para provocar os mesmos índices de mortalidade (Tabela 2).

Tabela 2 - Toxicidade dos óleos essenciais de *Piper marginatum* e *Piper aduncum* sobre *Lasioderma serricorne* após 72 horas de exposição

Tratamentos	N	CL ₅₀ (95% IC)	CL ₉₀ (95% IC)	G.L.	β	χ ²	P
<i>P. marginatum</i>	250	15,64 (13,07-18,80)	48,90 (36,79-76,23)	4	0,40	60,38	0,19
<i>P. aduncum</i>	250	26,41 (20,48-33,94)	138,48 (85,87-360,22)	4	0,47	30,27	0,98

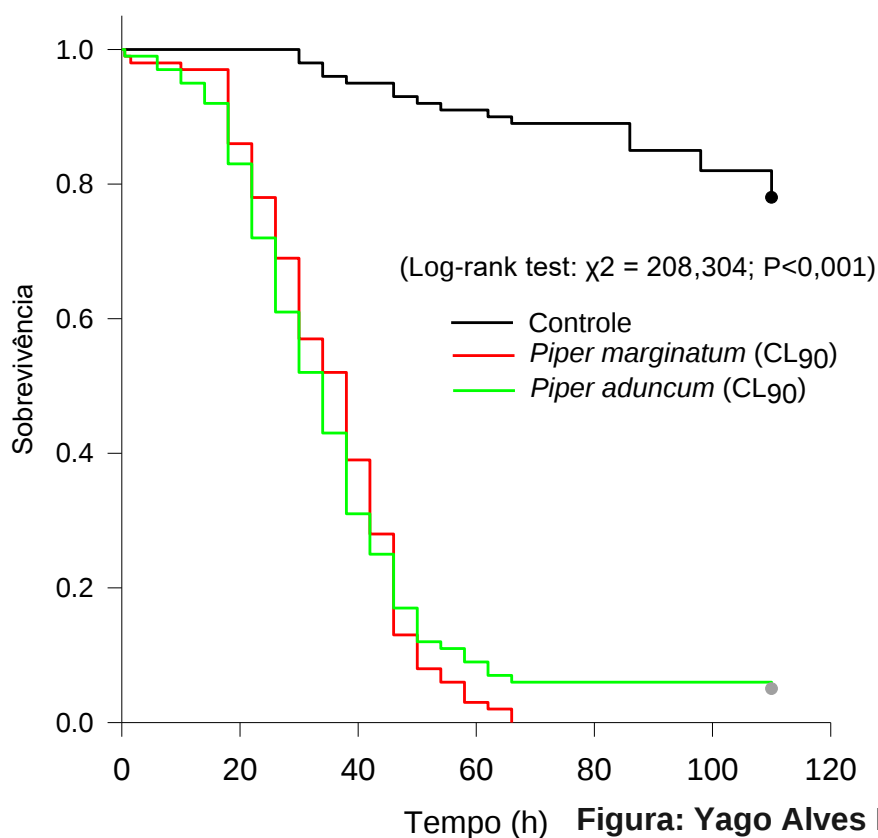
N= Número de insetos testados CL= Concentração letal (µL de óleo/ litro de ar); IC= Intervalo de confiança; G.L=Graus de liberdade; β=Inclinação da curva; χ²=Qui-quadrado; P= Probabilidade.

4.4 Estimativa de tempos letais

A sobrevivência de adultos de *L. serricorne* expostos à fumigação com as CL₉₀s dos óleos essenciais de *P. marginatum* e *P. aduncum* foi significativamente reduzida ao longo do tempo (Log-rank test: χ² = 208,304; P<0,001) (Figura 8). Foram necessárias menos de 40 horas de exposição para que os óleos de *P. marginatum* (TL₅₀= 35,2h) e *P. aduncum* (TL₅₀= 36,9h) causassem mortalidade em 50% da

população de *L. serricorne*. Não foi possível observar diferenças significativas entre as TL₅₀s dos óleos (Holm-Sidak test; $P=0.789$).

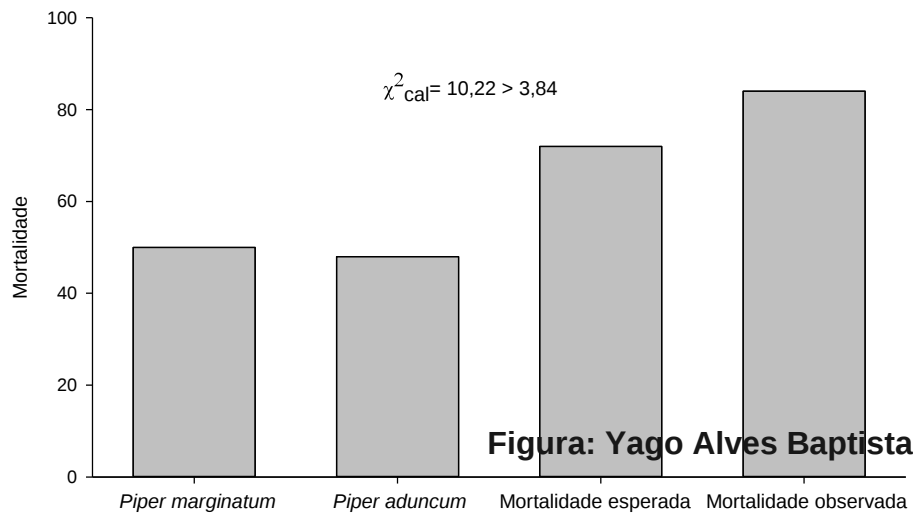
Figura 8 - Curvas de sobrevivência de *Lasioderma serricorne* exposto às CL90s dos óleos essenciais de *Piper marginatum* e *Piper aduncum*



4.5 Avaliação de efeito sinérgico

A mistura entre os óleos essenciais de *P. marginatum* e *P. aduncum* resultou em incremento na mortalidade de *L. serricorne*, na comparação com a mortalidade observada com os óleos essenciais separadamente. Além disso, a mortalidade observada foi maior que a mortalidade esperada para a combinação, indicando a ocorrência de efeito sinérgico ($\chi^2_{\text{cal}} = 10,22 > 3,84$) (Figura 9).

Figura 9 - Efeito sinérgico da combinação entre os óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper marginatum* sobre adultos de *L. serricorne*



4.6 Avaliação de repelência

O óleo essencial de *P. aduncum* apresentou índice de repelência significativamente superior ao óleo essencial de *P. marginatum* em todos os intervalos de avaliação. Até seis horas após a aplicação, os dois óleos essenciais foram repelentes aos adultos de *L. serricorne*; no entanto, após oito horas de exposição, o óleo essencial de *P. marginatum* mostrou-se atrativo para os adultos de *L. serricorne* (Tabela 3).

Tabela 3 - Índices de repelência dos óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper marginatum* sobre adultos de *Lasioderma serricorne*

Tratamentos	Índice de repelência							
	0,5 h	2 h	4 h	6 h	8 h	10 h	12 h	24 h
<i>P. aduncum</i>	54a	54a	58,4a	45,6a	45a	58,3a	52,5a	22,2a
<i>P. marginatum</i>	3,9b	3,9b	17,9b	10b	-0,09b	-8,4b	-11b	-28b
P	0,0013	0,0013	0,0276	0,0851	0,0416	0,0031	0,0027	0.0242

Índice de repelência: $(IR) = ((C - T)/(C + T)) \times 100$; Valores positivos e negativos indicaram o quão esses materiais são repelentes e atrativos, respectivamente.

5 DISCUSSÃO

A busca por novos inseticidas eficientes para manejar pragas de produtos agrícolas armazenados é importante para diminuir as perdas em pós-colheita e aumentar o faturamento. Além disso, o uso indiscriminado de inseticidas sintéticos pode ser altamente danoso ao ambiente, aos aplicadores e consumidores, bem como acelerar a seleção de populações resistentes a estes produtos. Frente a este cenário, a utilização de óleos essenciais de plantas pode ser uma ferramenta importante, já que estes compostos possuem propriedades inseticidas e são menos danosos ao ambiente.

Os óleos essenciais de *P. aduncum* e *P. marginatum* são alternativas altamente promissoras para o controle de uma ampla gama de insetos-praga de diversas culturas. Além disso, estes óleos essenciais apresentam baixa toxicidade para mamíferos (SOUSA et al., 2008) e as matérias-primas podem ser obtidas sem causar impacto negativo ao meio ambiente, uma vez que as espécies de Piperaceae são consideradas invasoras de áreas desmatadas (SANINI et al., 2017). Neste trabalho, foi comprovada alta toxicidade destes óleos essenciais contra o besouro-do-fumo, *L. serricorne*.

Esta é a primeira vez que a atividade inseticida do óleo essencial de *P. marginatum* é estudada para *L. serricorne*. As propriedades inseticidas desta espécie foram reportadas para *S. frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) (DUTRA et al., 2020; GUEDES et al., 2020), *A. gemmatilis* (Lepidoptera: Noctuidae) (KRINSKI et al., 2018), *Solenopsis saevissima* (Smith) (Hymenoptera: Formicidae) (SOUTO et al., 2012), *Drosophila suzukii* (Diptera: Drosophilidae) (DE SOUZA et al., 2020) e *A. aegypti* (Diptera: Culicidae) (AUTRAN et al., 2009; SANTANA et al., 2015).

De modo semelhante, a atividade inseticida do óleo essencial de *P. aduncum* ainda não havia sido estudada contra *L. serricorne*. Os efeitos tóxicos deste óleo essencial já foram observados contra *Cerotoma tingomarianus* Bechyné (Coleoptera: Chrysomelidae) (FAZOLIN et al., 2005), *E. heros* (Heteroptera: Pentatomidae) (PITON et al., 2014; COSSOLIN et al., 2019), *Tibraca limbativentris* Stål (Hemiptera: Pentatomidae) (KRINSKI e FOERSTER, 2016), *S. zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) (ESTRELA et al., 2006), *Tenebrio molitor* L. (Coleoptera:

Tenebrionidae) (FAZOLIN et al., 2007), *Aphis gossypii* Glover (Hemiptera: Aphididae) (ANDRADE et al., 2012), *S. saevissima* S. (Hymenoptera: Formicidae) (SOUTO et al., 2012), *C. includens* (Lepidoptera: Noctuidae) (SANINI et al., 2017), *Musca domestica* L. (Diptera: Muscidae) (MEE et al., 2009) e *A. aegypti* (Diptera: Culicidae) (OLIVEIRA et al., 2013; SCALVENZI et al., 2019).

A toxicidade de óleo essenciais está primariamente relacionada à presença de diversos compostos bioativos na composição química dos mesmos. Na literatura recente, são observadas grandes variações na composição química dos óleos essenciais de *P. aduncum* e *P. marginatum* (SOUSA et al., 2008; SEQUEDA-CASTAÑEDA et al., 2015; RODRIGUES et al., 2019; SILVA et al., 2019; GUEDES et al., 2020). Diversos fatores podem causar tal variação, entre eles a localização geográfica, estação de coleta, temperatura e luminosidade, estágio de desenvolvimento, condições do solo e época de coleta (MORAIS, 2009). Neste trabalho, os compostos espatulenol, 3,4-metilenedioxipropiofenona, miristicina, elimicina e β -cariofileno foram os constituintes majoritários do óleo essencial de *P. marginatum*, ao passo que o óleo essencial de *P. aduncum* apresentou apiol, germacreno D, *cis*-nerolidol e β -cariopfileno em maiores proporções.

O composto elemicina é conhecido por possuir propriedades bioativas (GARCÍA e ACEVEDO, 2018). Este composto é utilizado como matéria-prima para síntese de remédios antibacterianos, além de ser utilizado em formulações analgésicas (ONLINE ARCHIVE OF HUMAN METABOLOME DATABASE, 2015). Além disso, esse composto mostrou-se altamente tóxico para adultos de *L. serricorne* (QI et al., 2020).

O composto 3,4-metilenedioxipropiofenona pertence ao grupo metilenodioxifenil, característico de muitos outros compostos derivados do metabolismo secundário de plantas, e usado frequentemente como inseticida botânico (MUKERJEE et al., 1979, SCOTT et al., 2008). O grupo metilenodioxifenil é encontrado no butóxido de piperonila, um sinergista comercial que interage com o citocromo P-450 e inibe a atividade do polissubstrato monooxigenase, enzima responsável pelo metabolismo de toxinas nos insetos (BELZILE et al., 2000), o que pode justificar as altas mortalidades causadas no presente estudo.

A alta concentração de apiol é um dos fatores que pode justificar a atividade inseticida do óleo essencial de *P. aduncum*. Este composto possui eficácia significativa na preservação de *commodities* alimentícios por apresentar atividade antifúngica contra *Aspergillus flavus* Link, *A. niger* van Tieghem e *A. fumigatus* Fresenius (Eurotiales; Trichocomaceae), fungos cosmopolitas que provocam doenças em frutas, amêndoas, entre outros alimentos armazenados (DAS et al., 2021). Além disso, Ferraz et al. (2010) sugeriram que a alta concentração de apiol (64,89%) presente no óleo essencial *Piper mikanianum* Kunth foi responsável pela elevada mortalidade e atividade acaricida sobre *Rhipicephalus (Boophilus) microplus* Lahille (Acari: Ixodidae).

O composto β -cariofileno, presente na composição de ambos os óleos, atua inibindo a atividade da enzima acetilcolinesterase, polifenol oxidase, carboxilesterase e glutathione S-transferases em insetos (ZUNJARRAO et al. 2020). De fato, as propriedades biológicas do β -cariofileno foram reportadas em relatos anteriores envolvendo larvas de *A. aegypti* (DÓRIA et al. 2010). Os efeitos letais deste composto também foram observados contra o ácaro *Tetranychus urticae* Koch (Acari: Tetranychidae) (RIBEIRO et al. 2016).

O óleo essencial de *P. aduncum* foi altamente repelente contra adultos de *L. serricorne*. Dentre outros fatores, essa atividade pode ser atribuída à presença de compostos considerados repelentes de insetos, tais como β -cariofileno (BEDINI et al., 2015) e germacreno D (BRUCE et al., 2005). Os compostos repelentes são geralmente detectados pelas sensilas olfativas dos insetos, responsáveis por desencadear o comportamento de fuga (OLIVEIRA et al., 2018). Substâncias repelentes podem ser utilizadas para evitar a alimentação e oviposição de insetos-praga em produtos armazenados.

Os efeitos letais e subletais e os benefícios ambientais de inseticidas à base de plantas são bastante significativos quando comparados aos sintéticos. Estes efeitos podem ser potencializados pela utilização de misturas binárias entre óleos essenciais, já que os compostos presentes nestas misturas podem agir de forma sinérgica, proporcionando efeito acentuado e/ou duradouro (AKHTAR e ISMAN, 2013). Isso se deve ao fato que as misturas de compostos podem aumentar o espectro de ação inseticida, tendo em vista que várias espécies de insetos têm respostas variáveis a

compostos individuais (SINGH et al., 2009). Além disso, o grande número de componentes envolvidos nas misturas de óleos essenciais pode reduzir ainda mais o risco de seleção de populações de insetos resistentes. Aqui, a mistura entre os óleos essenciais de *P. aduncum* e *P. marginatum* mostrou-se mais tóxica que os óleos essenciais separadamente, evidenciando o potencial inseticida de misturas sinérgicas entre compostos botânicos.

6 CONCLUSÕES

Os óleos essenciais *P. aduncum* e *P. marginatum*, utilizados individualmente ou em mistura binária são altamente tóxicos para *Lasioderma serricorne*;

A mistura dos dois óleos é mais tóxica do que os óleos essenciais isoladamente, indicando efeito sinérgico;

Os valores estimados para CL's 50 e 90 do óleo essencial de *P. aduncum* são de 26,41 a 138,48 $\mu\text{L L}^{-1}$, respectivamente;

Os valores estimados para CL's 50 e 90 do óleo essencial de *P. marginatum* são 15,64 a 48,90 $\mu\text{L L}^{-1}$, respectivamente;

O óleo essencial de *P. aduncum* provoca repelência para adultos de *L. serricorne*.

REFERÊNCIAS

- ABBOTT, W., 1925. A method of computing the effectiveness of an insecticide. *Journal of Economic Entomology*, v. 18, p. 265-267.
- ADAMS, R., 2007. Identification of essential oils components by gas chromatography/mass spectrometry, 4th edn. Allured Publishing, Carol Stream, p. 804.
- AFFUL, E., ELLIOTT, B., NAYAK, M.K., PHILLIPS, T.W., 2018. Phosphine resistance in North American field populations of the lesser grain borer, *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae). *Journal of Economic Entomology*, v. 111, n. 1, p. 463-469.
- AGRAFIOTI, P., ATHANASSIOU, C.G., NAYAK, M.K., 2019. Detection of phosphine resistance in major stored-product insects in Greece and evaluation of a field resistance test kit. *Journal of Stored Products Research*, v. 82, p. 40-47.
- AGUIAR-MENEZES, E.D.L., 2005. Inseticidas botânicos: seus princípios ativos, modo de ação e uso agrícola. Embrapa Agrobiologia, p. 58.
- AKHTAR, Y., ISMAN, M.B., 2013. Plant natural products for pest management: the magic of mixtures. In: *Advanced Technologies for Managing Insect Pests*. Springer, p. 231-247.
- ALCANTARA, R.B.F., BACCI, L., BLANK, A.F., ALVES, P.B., SILVA, I.M.D.A., SOARES, C.A., SAMPAIO, T.S., NOGUEIRA, P.C.D.L., ARRIGONI-BLANK, M.D.F., 2017. Essential oils of *Hyptis pectinata* chemotypes: Isolation, binary mixtures and acute toxicity on leaf-cutting ants. *Molecules*, v. 22, p. 1-13.
- ANDRADE, L.H.D., OLIVEIRA, J.V.D., BREDÁ, M.O., MARQUES, E.J., LIMA, I.M.D.M., 2012. Effects of botanical insecticides on the instantaneous population growth rate of *Aphis gossypii* Glover (Hemiptera: Aphididae) in cotton. *Acta Scientiarum. Agronomy*, v. 34, n. 2, p. 119-124.
- ARAÚJO, M.J.D., CAMARA, C.A.D., MORAES, M.M., BORN, F.S., 2020. Insecticidal properties and chemical composition of *Piper aduncum* L., *Lippia sidoides* Cham. and *Schinus terebinthifolius* Raddi essential oils against *Plutella xylostella* L. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, v. 92.
- ASAWALAM, E.F., EMOSAIRUE, S.O., HASSANALI, A., 2008. Contribution of different constituents to the toxicity of the essential oil constituents of *Vernonia amygdalina* (Compositae) and *Xylopiya aetiopica* (Annonaceae) on maize weevil *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). *African Journal of Biotechnology*, v. 7, n. 16.

- ATAIDE, J.O., ZAGO, H.B., DOS SANTOS JÚNIOR, H.J.G., MENINI, L., DE CARVALHO, J.R., 2020. Acute toxicity, sublethal effect and changes in the behavior of *Lasioderma serricorne* Fabricius (Coleoptera: Anobiidae) exposed to major components of essential oils. *Research, Society and Development*, v. 9, n. 8, p. e170985581-e170985581.
- ATHANASSIOU, C., BRAY, D.P., HALL, D.R., PHILLIPS, C., VASSILAKOS, T.N., 2018. Factors affecting field performance of pheromone traps for tobacco beetle, *Lasioderma serricorne*, and tobacco moth, *Ephestia elutella*. *Journal of Pest Science*, v. 91, n. 4, p. 1381-1391.
- AUTRAN, E.S., NEVES, I.A., DA SILVA, C.S.B., SANTOS, G.K.N., DA CÂMARA, C.A.G., NAVARRO, D.M.A.F., 2009. Chemical composition, oviposition deterrent and larvicidal activities against *Aedes aegypti* of essential oils from *Piper marginatum* Jacq. (Piperaceae). *Bioresource Technology*, v. 100, n. 7, p. 2284-2288.
- BABARINDE, S.A., PITAN, O.O.R., OLATUNDE, G.O., AJALA, M.O., 2015. First report of toxicity of *Xylopia parviflora* Benth (Annonaceae) root bark's essential oil against cowpea seed bruchid, *Callosobruchus maculatus* Fabricius (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae). *Natural Product Research*, v. 29, n. 4, p. 349-352.
- BACCI, L., LIMA, J.K., ARAÚJO, A.P.A., BLANK, A.F., SILVA, I.M., SANTOS, A.A., ... PICANÇO, M.C., 2015. Toxicity, behavior impairment, and repellence of essential oils from pepper-rosmarin and patchouli to termites. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, v. 156, n. 1, p. 66-76.
- BACHROUCH, O., JEMAA, J.M.B., TALOU, T., MARZOUK, B., ABDERRABA, M., 2010. Fumigant toxicity of *Pistacia lentiscus* essential oil against *Tribolium castaneum* and *Lasioderma serricorne*. *Bull Insectol*, v. 63(1), p. 129–135.
- BAKKALI, F., AVERBECK, S., AVERBECK, D., IDAOMAR, M., 2008. Biological effects of essential oils – a review. *Food and Chemical Toxicology*, v. 46, n. 2, p. 446-475.
- BEDINI, S., FLAMINI, G., GIRARDI, J., COSCI, F., CONTI, B., 2015. Not just for beer: evaluation of spent hops (*Humulus lupulus* L.) as a source of eco-friendly repellents for insect pests of stored foods. *Journal of Pest Science*, v. 88, p. 583-592.
- BELZILE, A.S., MAJERUS, S.L., PODESZFINSKI, C., GUILLET, G., DURST, T., ARNASON, J.T., 2000. Dillapiol derivatives as synergists: structure–activity relationship analysis. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, v. 66, n. 1, p. 33-40.
- BENHALIMA, H., CHAUDHRY, M.Q., MILLS, K.A., PRICE, N.R., 2004. Phosphine resistance in stored-product insects collected from various grain storage facilities in Morocco. *Journal of Stored Products Research*, v. 40, n. 3, p. 241-249.

- BERNARDES, W.A., SILVA, E.O., CROTTI, A.E.M., BALDIN, E.L.L., 2018. Bioactivity of selected plant-derived essential oils against *Zabrotes subfasciatus* (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Stored Products Research*, v. 77, p. 16-19.
- BLANC, M.P., LUGON-MOULIN, N., PANIGHINI, C., PIJNENBURG, H., ROSSI, L., 2006. Structure of worldwide populations of *Lasioderma serricorne* (Coleoptera: Anobiidae) as revealed by amplified fragment length polymorphism profiles. *Bulletin of Entomological Research*, v. 96, n. 2, p. 111-116.
- BRUCE, T.J.A., BIRKETT, M.A., BLANDE, J., HOOPER, A.M., MARTIN, J.L., KHAMBAY, B., PROSSER, I., SMART, L.E., WADHAMS, L.J., 2005. Response of economically important aphids to components of *Hemizygia petiolata* essential oil. *Pest Management Sciences*, v. 61, p. 1115-1121.
- CAMPOLO, O., GIUNTI, G., RUSSO, A., PALMERI, V., ZAPPALÀ, L., 2018. Essential oils in stored product insect pest control. *Journal of Food Quality*, v. 2018.
- CANZANELLI, A., 1935. Contributo alla embriologia e biologia del tarlo del tabacco (*Lasioderma serricorne* Fabricius).
- CARVALHO, A., LOPES, A.D., REZENDE, C.N., CARNEIRO, L.A.V., MEIRELLES, V., LARA, V.D.S., ... LORINI, I., 2017. Manejo integrado de pragas de grãos armazenados: implantação e monitoramento de pragas na unidade armazenadora. Embrapa Soja-Artigo em Periódico Indexado (ALICE).
- CASTRO, H.G.D., OLIVEIRA, L.O.D., BARBOSA, L.C.D.A., FERREIRA, F.A., SILVA, D.J.H.D., MOSQUIM, P.R., NASCIMENTO, E.A., 2004. Teor e composição do óleo essencial de cinco acessos de mentrasto. *Química Nova*, v. 27, n. 1, p. 55-57.
- CHAUDHRY, M.Q., 1997. Review: A Review of the mechanisms involved in the action of phosphine as an insecticide and phosphine resistance in stored-product insects. *Pesticide Science*, v. 49, n. 3, p. 213-228.
- CHILDS, D.P., OVERBY, J.E., WATKINS, B.J., NIFFENEGGER, D., 1970. Low temperature effect upon third-and fourth-Instar cigarette beetle larvae. *Journal of Economic Entomology*, v. 63, n. 6, p. 1860-1864.
- CLOYD, R., 2004. Natural indeed: Are natural insecticide safer and better than conventional insecticide? *Illinois Pesticide Review*, v. 17, n. 3 p. 1-3.
- COLLIER, D. J., 1981. Identification of adult Coleoptera found in stored products. Australian Development Assistance Course on the Preservation of Stored Cereals, v. 1, p. 70-95.
- COOPER, L. M., BENGSTON, M., 1974. Tobacco beetle and its control. *Aust Tob Grow Bull*.

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

COSSOLIN, J.F., PEREIRA, M.J., MARTÍNEZ, L.C., TURCHEN, L.M., FIAZ, M., BOZDOĞAN, H., SERRÃO, J.E., 2019. Cytotoxicity of *Piper aduncum* (Piperaceae) essential oil in brown stink bug *Euschistus heros* (Heteroptera: Pentatomidae). *Ecotoxicology*, v. 28, n. 7, p. 763-770.

COSTA, E.L.N., SILVA, R.D., FIUZA, L.M., 2004. Efeitos, aplicações e limitações de extratos de plantas inseticidas. *Acta Biologica Leopoldensia*, v. 26, n. 2, p. 173-185.

DA SILVA, A.P.O., MARTINS, J.R., GOULART, H.F., RIFFEL, A., VAZ, J.C., SANTANA, A.E.G., 2018. Pest Management in Stored Products: the case of the cigarette beetle, *Lasioderma serricorne* (Coleoptera: Anobiidae). In: *Sustainable Agriculture Reviews* 27. Springer, p. 61-89.

DA SILVA, J.L., TEIXEIRA, R.N.V., SANTOS, D.I.P., PESSOA, J.O., 2012. Atividade antifúngica de extratos vegetais sobre o crescimento in vitro de fitopatógenos. *Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável*, v. 7, n. 1, p. 80-86.

DAGLISH, G.J., 2004. Effect of exposure period on degree of dominance of phosphine resistance in adults of *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrychidae) and *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae). *Pest Management Science: Formerly Pesticide Science*, v. 60, n. 8, p. 822-826.

D'AMATO, C., TORRES, J.P., MALM, O., 2002. DDT (dicloro difenil tricloroetano): toxicidade e contaminação ambiental-uma revisão. *Química Nova*, v. 25, n. 6a, p. 995-1002.

DAS, S., SINGH, V.K., DWIVEDY, A.K., CHAUDHARI, A.K., DUBEY, N.K., 2021. Exploration of some potential bioactive essential oil components as green food preservative. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, v. 137, p. 110498.

DE SOUZA, M.T., DE SOUZA, M.T., BERNARDI, D., KRINSKI, D., DE MELO, D.J., DA COSTA OLIVEIRA, D., ... ZAWADNEAK, M.A.C., 2020. Chemical composition of essential oils of selected species of *Piper* and their insecticidal activity against *Drosophila suzukii* and *Trichopria anastrephae*. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 27, n. 12, p. 13056-13065.

DÓRIA, G.A., SILVA, W.J., CARVALHO, G.A., ALVES, P.B., CAVALCANTI, S.C., 2010. A study of the larvicidal activity of two *Croton* species from northeastern Brazil against *Aedes aegypti*. *Pharmaceutical Biology*, v. 48, n. 6, p. 615-620.

DUARTE, A., FERREIRA, S., SILVA, F., DOMINGUES, F.C., 2012. Synergistic activity of coriander oil and conventional antibiotics against *Acinetobacter baumannii*. *Phytomedicine*, n. 19, p. 236-238.

- DUTRA, K., WANDERLEY-TEIXEIRA, V., GUEDES, C., CRUZ, G., NAVARRO, D., MONTEIRO, A., ..., TEIXEIRA, Á., 2020. Toxicity of essential oils of leaves of plants from the genus *Piper* with influence on the nutritional parameters of *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, p. 1-17.
- EDDE, P.A., 2019. Biology, ecology, and control of *Lasioderma serricorne* (F.) (Coleoptera: Anobiidae): A Review. *Journal of Economic Entomology*, v. 112, n. 3, p. 1011-1031.
- EL-WAKEIL, N.E., 2013. Botanical pesticides and their mode of action. *Gesunde Pflanzen*, Berlin, v. 65, n. 4, p.125-149.
- ESTRELA, J.L.V., FAZOLIN, M., CATANI, V., ALÉCIO, M.R., LIMA, M.S.D., 2006. Toxicity of essential oils of *Piper aduncum* and *Piper hispidinervum* against *Sitophilus zeamais*. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v. 41, n. 2, p. 217-222.
- FABRICIUS, J. C., 1793. *Entomologia Systematica emendata et aucta. Secundum Classes, Ordines, Genera, Species, Adjectis Synonymis, Locis, Observationibus Descriptionibus*.
- FAOSTAT, 2019. Food and Agriculture Organization of the United Nations – Agriculture statistics, Brasil, 2019. http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC_ (Acessado dia 20 de julho de 2020).
- FAZOLIN, M., ESTRELA, J.L., CATANI, V., LIMA, M.S.D., ALÉCIO, M.R., 2005. Toxicidade do óleo de *Piper aduncum* L. a adultos de *Cerotoma tingomarianus* Bechyné (Coleoptera: Chrysomelidae). *Neotropical Entomology*, v. 34, n. 3, p. 485-489.
- FAZOLIN, M., ESTRELA, J.L., CATANI, V., ALÉCIO, M.R., LIMA, M.S., 2007. Propriedade inseticida dos óleos essenciais de *Piper hispidinervum* C., *Piper aduncum* L. e *Tanaecium nocturnum* (Barb. Rodr.) sobre *Tenebrio molitor* L., 1758. *Ciência e Agrotecnologia*, v. 31, n. 1, p. 113-120.
- FERNÁNDEZ-GRANDON, G.M., HARTE, S.J., EWANY, J., BRAY, D., STEVENSON, P.C., 2020. Additive effect of botanical insecticide and entomopathogenic fungi on pest mortality and the behavioral response of its natural enemy. *Plants*, v. 9, n. 2, p. 173.
- FERRAZ, B.F., BALBINO, J.M., ZINI, C.A., RIBEIRO, V.L.S., BORDIGNON, S.A., VON POSER, G., 2010. Acaricidal activity and chemical composition of the essential oil from three *Piper* species. *Parasitology Research*, v. 107, n. 1, p. 243-248.
- GERMINARA, G.S., DI STEFANO, M.G., DE ACUTIS, L., PATI, S., DELFINE, S., DE CRISTOFARO, A., ROTUNDO, G., 2017. Bioactivities of *Lavandula angustifolia*

essential oil against the stored grain pest *Sitophilus granarius*. Bulletin of Insectology, v. 70, n. 1, p. 129-138.

GONÇALVES, G.L.P., RIBEIRO, L.D.P., GIMENES, L., VIEIRA, P.C., DA SILVA, M.F., FORIM, M.R., ... VENDRAMIM, J.D., 2015. Lethal and sublethal toxicities of *Annona sylvatica* (Magnoliales: Annonaceae) extracts to *Zabrotes subfasciatus* (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae). Florida Entomologist, p. 921-928.

GONZAGA, A.D., GARCIA, M. V., SOUSA, S.G., PY-DANIEL, V., CORREA, R.D., RIBEIRO, J., 2008. Toxicidade de manipueira de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) e erva-de-rato (*Palicourea marcgravii* St. Hill) a adultos de *Toxoptera citricida* Kirkaldy (Homoptera: Aphididae). Acta Amazonica, v. 38, n. 1, p. 101-106.

GUEDES, C.A., TEIXEIRA, V.W., DUTRA, K.A., NAVARRO, D.M., CRUZ, G.S., LAPA-NETO, C.J., ..., TEIXEIRA, Á.A., 2020. Evaluation of *Piper marginatum* (Piperales: Piperaceae) oil and geraniol on the embryonic development of *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in comparison to formulated products. Journal of Economic Entomology, v. 113, n. 1, p. 239-248.

GUO, S., ZHANG, W., LIANG, J., YOU, C., GENG, Z., WANG, C., DU, S., 2016. Contact and repellent activities of the essential oil from *Juniperus formosana* against two stored product insects. Molecules, v. 21, n. 4, p. 504.

HAGSTRUM, D., KLEJDYSZ, T., SUBRAMANYAM, B., NAWROT, J., 2013. Atlas of stored-product insects and mites, AACC International. Inc. USA, St. Paul, Minnesota.

HASHEM, M.Y., AHMED, S.S., EL-MOHANDES, M.A., GHARIB, M.A., 2012. Susceptibility of different life stages of saw-toothed grain beetle *Oryzaephilus surinamensis* (L.) (Coleoptera: Silvanidae) to modified atmospheres enriched with carbon dioxide. Journal of Stored Products Research, v. 48, p. 46-51.

HOWE, R.W., 1957. A laboratory study of the cigarette beetle, *Lasioderma serricorne* (F.) (Coleoptera: Anobiidae) with a critical review of the literature on its biology. Bulletin of Entomological Research, v. 48, n. 1, p. 9-56.

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

IMAI, T., 2010. Suppression of the population of *Lasioderma serricorne* in stored tobacco by relocation of warehouses to cooler areas. Julius Kühn Archiv, n. 425, p. 668-670.

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

- ISMAN, M.B., 2006. Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual Review of Entomology*, v. 51, p. 45-66.
- KATIKI, L.M., BARBIERI, A.M., ARAUJO, R.C., VERÍSSIMO, C.J., LOUVANDINI, H., FERREIRA, J.F., 2017. Synergistic interaction of ten essential oils against *Haemonchus contortus* in vitro. *Veterinary Parasitology*, v. 243, p. 47-51.
- KHANI, A., ASGHARI, J., 2012. Insecticide activity of essential oils of *Mentha longifolia*, *Pulicaria gnaphalodes* and *Achillea wilhelmsii* against two stored product pests, the flour beetle, *Tribolium castaneum*, and the cowpea weevil, *Callosobruchus maculatus*. *Journal of Insect Science*, v. 12, p. 73.
- KIM, S.I., PARK, C., OHH, M.H., CHO, H.C., AHN, Y.J., 2003. Contact and fumigant activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Lasioderma serricorne* (Coleoptera: Anobiidae). *Journal of Stored Products Research*, v. 39, n. 1, p. 11-19.
- KOKATE, C.K., TIPNIS, H.P., GONSALVES, L.X., 1980. Anti-insect and juvenile hormone mimicking activities of essential oils of *Adhatoda vasica*, *Piper longum* and *Cyperus rotundus*. In: 4. Asian Symposium on Medicinal Plants and Spices, 15-19 Sep 1980.
- KOUNINKI, H., NGAMO, L. S., HANCE, T., NGASSOUM, M.B., 2007. Potential use of essential oils from local Cameroonian plants for the control of red flour weevil *Tribolium castaneum* (Herbst.) (Coleoptera: Tenebrionidae). *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development*, v. 7, n. 5.
- KRINSKI, D., FOERSTER, L.A., DESCHAMPS, C., 2018. Ovicidal effect of the essential oils from 18 Brazilian *Piper* species: controlling *Anticarsia gemmatilis* (Lepidoptera, Erebididae) at the initial stage of development. *Acta Scientiarum Agronomy*, v. 40.
- KRZYZANOWSKI, F.C., LORINI, I., FRANÇA-NETO, J.D.B., HENNING, A.A., 2013. Effects of phosphine fumigation on the quality of soybean seeds. *Journal of Seed Science*, v. 35, n. 2, p. 179-182.
- KRZYZANOWSKI, F.C., LORINI, I., HENNING, A.A., FRANÇA-NETO, J.D.B., 2019. Physiological and sanitary performance of soybean seeds during storage after phosphine fumigation. *Journal of Seed Science*, 41(3), 280-285.
- KUMAR, A., NARAYAN, S., TAVA, A., 1997. Composition of *Cymbopogon pendulus* (Ness ex Steud) Wats, an elemicin-rich oil grass grown in jammu region of India. *Journal of Essential Oil Research*, v.9, p. 561-563.
- KURUP, A., PARKHE, D.P., 1962. Some observations on the biology of the cigarette beetle (*Lasioderma serricorne*) (F.). *Indian Journal of Entomology*, v. 23, p. 274-278.

- LORINI, I., KRZYZANOWSKI, F.C., FRANÇA-NETO, J.B., HENNING, A.A., HENNING, F.A., 2015. Manejo Integrado de Pragas de Grãos e Sementes Armazenadas, v. 86001, p. 970.
- LÜ, J., MA, D., 2015. Effect of wheat flour packaging materials on infestation by *Lasioderma serricorne* (F.). Journal of Food Protection, v. 78, n. 5, p. 1052-1055.
- MACHADO, E.H.L., ALVES, L.C., FAUSTINO, M.A.G., MACHADO, E.C.L., 2008. Occurrence of weevils (Insecta: Coleoptera) in pet food traded in the Metropolitan Region of Recife, Pernambuco State, Brazil. Neotropical Entomology, v. 37, n. 5, p. 602-605.
- MAHDI, K.R., BEHNAM, A.B., 2018. Fumigant toxicity and repellency effect of orange leaves *Citrus sinensis* (L.) essential oil on *Rhyzopertha dominica* and *Lasioderma serricorne*. Journal of Essential Oil Bearing Plants, v. 21, n. 2, p. 577-582.
- MAHROOF, R., PHILLIPS, T.W., 2008. Life history parameters of *Lasioderma serricorne* (F.) as influenced by food sources. Journal of Stored Products Research, v. 44, n. 3, p. 219-226.
- MATSUI, K., MUNAKATA, K., 1975. The structure of piperenone, a new insect antifeeding substance from *Piper futokadzura*. Tetrahedron Letters, v. 16, n. 24, p. 1905-1908.
- MEE, K.C., SULAIMAN, S., OTHMAN, H., 2009. Efficacy of *Piper aduncum* extract against the adult housefly (*Musca domestica*). Journal of Tropical Medicine and Parasitology, v. 32, n. 2, p. 52-57.
- MIRESMAILLI, S., ISMAN, M.B., 2014. Botanical insecticides inspired by plant-herbivore chemical interactions. Trends in Plant Science, v. 19, n. 1, p. 29-35.
- MIYAKADO, M., NAKAYAMA, I., OHNO, N., 1989. Insecticidal unsaturated isobutylamides: From natural products to agrochemical leads, p. 183-187, in: J.T. Amason, B.J.R. Philogne, P. Morand (eds.). Insecticides of Plant Origin. ACS Symposium Series 387, American Chemical Society.
- MORAIS, L.A.S., 2009. Influência dos fatores abióticos na composição química dos óleos essenciais. In: Embrapa Meio Ambiente - Artigo em anais de congresso (ALICE). Horticultura Brasileira, Brasília, DF, v. 27, n. 2, p. 3299-3302.
- MUKERJEE, S.K., SAXENA, V.S., TOMAR S.S., 1979. New methylenedioxyphenyl synergist for pyrethrins. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 27, p. 1209-1211.
- NAILUFAR, N., PRIJONO, D., 2017. Synergistic activity of *Piper aduncum* fruit and *Tephrosia vogelii* leaf extracts against the cabbage head caterpillar, *Crociodolomia*

pavonana. Journal of the International Society for Southeast Asian Agricultural Sciences, v. 23, n. 1, p. 102-110.

NASCIMENTO, P.F.C., NASCIMENTO, A.C., RODRIGUES, C.S., ANTONIOLLI, A.R., SANTOS, P.O., BARBOSA JUNIOR, A.M., TRINDADE, R.C., 2007. Antimicrobial activity of the essential's oils: a multifactor approach of the methods. Revista Brasileira de Farmacognosia, v. 17, n. 1, p. 108-113.

NAYAK, M.K., COLLINS, P.J., 2008. Influence of concentration, temperature and humidity on the toxicity of phosphine to the strongly phosphine-resistant psocid *Liposcelis bostrychophila* Badonnel (Psocoptera: Liposcelididae). Pest Management Science: Formerly Pesticide Science, v. 64, n. 9, p. 971-976.

NEGRISOLI, C.R D., JÚNIOR, A.S.N., BERNARDI, D., GARCIA, M.S., 2013. Activity of eight strains of entomopathogenic nematodes (Rhabditida: Steinernematidae, Heterorhabditidae) against five stored product pests. Experimental Parasitology, v. 134, n. 3, p. 384-388.

OLIVEIRA, A.P., SANTOS, A.A., SANTANA, A.S., LIMA, A.P.S., MELO, C.R., SANTANA, E.D.R., SAMPAIO, T.S., BLANK, A.F., ARAÚJO, A.P.A., CRISTALDO, P.F., BACCI, L., 2018. Essential oil of *Lippia sidoides* and its major compound thymol: Toxicity and walking response of populations of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae). Crop Protection, v. 112, p. 33-38.

OLIVEIRA, B.M.S., MELO, C.R., ALVES, P.B., SANTOS, A.A., SANTOS, A.C.C., SANTANA, A.D.S., ARAÚJO, A.P.A., NASCIMENTO, P.E.S., BLANK, A.F., BACCI, L., 2017. Essential oil of *Aristolochia trilobata*: Synthesis, routes of exposure, acute toxicity, binary mixtures and behavioral effects on leaf-cutting ants. Molecules, v. 22, p. 1-17.

OLIVEIRA, C.M., AUAD, A.M., MENDES, S.M., FRIZZAS, M.R., 2014. Crop losses and the economic impact of insect pests on Brazilian agriculture. Crop Protection, v. 56, p. 50-54.

OLIVEIRA, G.L., CARDOSO, S.K., LARA-JUNIOR, C.R., VIEIRA, T.M., GUIMARÃES, E.F., FIGUEIREDO, L.S., ..., KAPLAN, M.A.C., 2013. Chemical study and larvicidal activity against *Aedes aegypti* of essential oil of *Piper aduncum* L. (Piperaceae). Anais da Academia Brasileira de Ciências, v. 85, n. 4, p. 1227-1234.

ONLINE ARCHIVE OF HUMAN METABOLOME DATABASE, 2015. Canadian Institutes of Health Research, Canadá. (Disponível em: <http://www.hmdb.ca/metabolites/HMDB35873>).

PANT, N. C., 1981. Physiology of symbiotes in insects. Insect physiology and anatomy: summer institute lectures/edited by N. C Pant and Swaraj Ghai.

PAPADOPOULOU, S.C., 2006. Observations on the mating behavior of *Lasioderma serricorne* (F.) adults and experiments on their nutritional requirements in dried tobacco. The Coleopterists Bulletin, v. 60, n. 4, p. 291-297.

PAVELA, R., 2015. Acute toxicity and synergistic and antagonistic effects of the aromatic compounds of some essential oils against *Culex quinquefasciatus* Say larvae. Parasitology Research, v. 114, n. 10, p. 3835-3853.

PAVELA, R., BENELLI, G., 2016. Essential oils as ecofriendly biopesticides? Challenges and constraints. Trends in Plant Science, v. 21, n. 12, p. 1000-1007.

PEIXOTO, M.G., BACCI, L., BLANK, A.F., ARAÚJO, A.P.A., ALVES, P.B., SILVA, J.H.S., SANTOS, A.A., OLIVEIRA, A.P., COSTA, A.S., BLANK, M.F.A., 2015. Toxicity and repellency of essential oils of *Lippia alba* chemotypes and their major monoterpenes against stored grain insects. Industrial Crops and Products, v. 71, p. 31-36.

PHILLIPS, T.W., THRONE, J. E., 2010. Biorational approaches to managing stored-product insects. Annual Review of Entomology, v. 55.

PHOONAN, W., DEOWANISH, S., CHAVASIRI, W., 2014. 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, v. 59, p. 299-305.

PIMENTEL, M.A.G., LRD'A, F., GUEDES, R.N.C., SOUSA, A.H., TÓTOLA, M.R., 2009. Phosphine resistance in Brazilian populations of *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). Journal of Stored Products Research, v. 45, n. 1, p. 71-74.

PITON, L.P., TURCHEN, L.M., BUTNARIU, A.R., PEREIRA, M.J.B., 2014. Natural insecticide based-leaves extract of *Piper aduncum* (Piperaceae) in the control of stink bug brown soybean. Ciência Rural, v. 44, n. 11, p. 1915-1920.

PLUMIER, B.M., SCHRAMM, M., REN, Y., MAIER, D.E., 2020. Modeling post-fumigation desorption of phosphine in bulk stored grain. Journal of Stored Products Research, v. 85, p. 101548.

QI, X.J., PANG, X., CAO, J.Q., DU, S.S., 2020. Comparative analysis on bioactivity against three stored insects of *Ligusticum pteridophyllum* Franch. rhizomes essential oil and supercritical fluid (SFE-CO₂) extract. Environmental Science and Pollution Research, p. 1-8.

RAGHUVeer, I., ANURAG, K., ANUMALIK, Y., NITIKA, G., SWADESH, K., NIKHIL, G., ... HIMANSHU, G., 2015. Metabolites in plants and its classification. World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, v. 4, n. 1, p. 287-305.

- RAJA, N., ALBERT, S., IGNACIMUTHU S., DORN, S., 2001. Effect of plant volatile oils in protecting stored cowpea *Vigna unguiculata* (L.) Walpers against *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae) infestation. *Journal of Stored Products Research*, v. 37, p. 127-132.
- RAJENDRAN, S., SRIRANJINI, V., 2008. Plant products as fumigants for stored-product insect control. *Journal of Stored Products Research*, v. 44, n. 2, p. 126-135.
- RAMADAN, G.R., ZHU, K.Y., ABDELGALEIL, S.A., SHAWIR, M.S., EL-BAKARY, A.S., EDDE, P.A., PHILLIPS, T.W., 2020. Ethanedinitrile as a fumigant for *Lasioderma serricorne* (Coleoptera: Anobiidae) and *Rhyzopertha dominica* (Coleoptera: Bostrichidae): toxicity and mode of action. *Journal of Economic Entomology*, v. 113, n. 3, p. 1519-1527.
- RAYNER, V.I., 1951. Some aspects of the biology of the tobacco beetle, *Lasioderma serricorne* (F.) (Coleoptera: Anobiidae). Tese de Doutorado. University of Cape Town.
- REES, D., 2004. Insects of stored products. CSIRO Publishing, v. 10, p. 80.
- REGNAULT-ROGER, C., VINCENT, C., ARNASON, J.T., 2012. Essential oils in insect control: low-risk products in a high-stakes world. *Annual Review of Entomology*, v. 57, p. 405-424.
- RETIEF, E., 1988. The cigarette beetle *Lasioderma serricorne* (F.) (Coleoptera: Anobiidae): a serious herbarium pest. *Bothalia*, v. 18, n. 1, p. 97-99.
- RIBEIRO, N., CAMARA, C., RAMOS, C., 2016. Toxicity of essential oils of *Piper marginatum* Jacq. against *Tetranychus urticae* Koch and *Neoseiulus californicus* (McGregor). *Chilean Journal of Agricultural Research*, v. 76, p. 71-76.
- RODRIGUES, L.V.B., DE MORAES, M.M., DA CAMARA, C.A.G., 2019. Potencial inseticida do óleo essencial de *Piper marginatum* sobre *Plutella xylostella*. *Caderno Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável*, v. 9, n. 5, p. 65.
- RUNNER, G.A., 1919. The tobacco beetle: an important pest in tobacco products. US Department of Agriculture.
- SAAD, M.M., EL-DEEB, D.A., ABDELGALEIL, S.A., 2019. Insecticidal potential and repellent and biochemical effects of phenylpropenes and monoterpenes on the red flour beetle, *Tribolium castaneum* Herbst. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 26, n. 7, p. 6801-6810.
- SAĞLAM, Ö., EDDE, P.A., PHILLIPS, T.W., 2015. Resistance of *Lasioderma serricorne* (Coleoptera: Anobiidae) to fumigation with phosphine. *Journal of Economic Entomology*, v. 108, n. 5, p. 2489-2495.

SALLAM, M.N., 2014. Insect damage: Damage on post-harvest, compendium on postharvest operations. AGSI/Food and Agriculture Organization of the United Nations: INPhO.

SANINI, C., MASSAROLLI, A., KRINSKI, D., BUTNARIU, A.R., 2017. 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, v. 40, n. 2, p. 399-404.

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

SCALVENZI, L., RADICE, M., TOMA, L., SEVERINI, F., BOCCOLINI, D., BELLA, A., ..., ROMI, R., 2019. Larvicidal activity of *Ocimum campechianum*, *Ocotea quixos* and *Piper aduncum* essential oils against *Aedes aegypti*. Parasite, v. 26.

SCHULTES, R.E., 1975. De plantis toxicariis e mundo novo tropicale commentationes XII: Notes on biodynamic piperaceous plants. Rhodora, v. 77, n. 810, p. 165-170.

SCOTT, I.M., JENSEN, H.R., PHILOGÈNE, B.J.R., ARNASON, J.T., 2008. A review of *Piper* spp. (Piperaceae) phytochemistry, insecticidal activity and mode of action. Phytochemistry Reviews, v. 7, n. 1, p. 65.

SEQUEDA-CASTAÑEDA, L.G., CÉLIS, C., GUTIÉRREZ, S., GAMBOA, F., 2015. *Piper marginatum* Jacq. (Piperaceae): phytochemical, therapeutic, botanical insecticidal and phytosanitary uses. Pharmacology Online, v. 3, p. 136-145.

SILVA, L.S., MAR, J.M., AZEVEDO, S.G., RABELO, M.S., BEZERRA, J.A., CAMPELO, P.H., ... SANCHES, E.A., 2019. Encapsulation of *Piper aduncum* and *Piper hispidinervum* essential oils in gelatin nanoparticles: a possible sustainable control tool of *Aedes aegypti*, *Tetranychus urticae* and *Cerataphis lataniae*. Journal of the Science of Food and Agriculture, v. 99, n. 2, p. 685-695.

SILVA, P.H.S., OLIVEIRA, J.R.P., 1985. Ocorrência de *Lasioderma serricorne* em babaçu no Estado do Piauí. EMBRAPA (Comunicado Técnico) v.32 p. 1-2.

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

SINDITABACO, 2019. Sindicato Interestadual da Indústria do Tabaco – Relatório institucional, Brasil. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/camaras-setoriais-tematicas/documentos/camaras->

setoriais/tabaco/2019/sinditabaco-relatorio-institucional-2019.pdf (Acessado dia 20 de julho de 2020).

SINGH, R., KOUL, O., RUP, P.J., JINDAL, J., 2009. Toxicity of some essential oil constituents and their binary mixtures against *Chilo partellus* (Lepidoptera: Pyralidae). International Journal of Tropical Insect Science, v. 29, n. 2, p. 93-101.

SIVIK, F.P., TENHET, J.N., DELAMAR, C.D., 1957. An ecological study of the cigarette beetle in tobacco storage warehouses. Journal of Economic Entomology, v. 50, n. 3, p. 310-316.

SONG, J.E., KIM, J.M., LEE, N.H., YANG, J.Y., LEE, H.S., 2016. Acaricidal and insecticidal activities of essential oils against a stored-food mite and stored-grain insects. Journal of Food Protection, v. 79, n. 1, p. 174-178.

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

SOUSA, P.J.C., BARROS, C.A.L., ROCHA, J.C.S., LIRA, D.S., MONTEIRO, G.M., MAIA, J.G.S., 2008. Avaliação toxicológica do óleo essencial de *Piper aduncum* L. Revista Brasileira de Farmacognosia, v. 18, n. 2, p. 217-221.

SOUTO, R.N.P., HARADA, A.Y., ANDRADE, E.H.A., MAIA, J.G.S., 2012. Insecticidal activity of Piper essential oils from the amazon against the fire ant *Solenopsis saevissima* (Smith) (Hymenoptera: Formicidae). Neotropical Entomology, v. 41, n. 6, p. 510-517.

STANIEK, A., BOUWMEESTER, H., FRASER, P.D., KAYSER, O., MARTENS, S., TISSIER, A., ... WARZECHA, H., 2014. Natural products—learning chemistry from plants. Biotechnology Journal, v. 9, n. 3, p. 326-336.

SWINGLE, M.C., 1938. Low temperature as a possible means of controlling the cigarette beetle in stored tobacco. US Department of Agriculture.

TENHET, J.N., BaRE, C.O., 1951. Control of insects in stored and manufactured tobacco. Circular No. 869, USDA. Beltsville, MD.

TURCHEN, L.M., PITON, L.P., DALL'OGGIO, E.L., BUTNARIU, A.R., PEREIRA, M.J.B., 2016. Toxicity of *Piper aduncum* (Piperaceae) essential oil against *Euschistus heros* (F.) (Hemiptera: Pentatomidae) and non-effect on egg parasitoids. Neotropical Entomology, v. 45, n. 5, p. 604-611.

UKEH, D.A., ARONG, G.A., OGBAN, E.I., 2008. Toxicity and oviposition deterrence of *Piper guineense* (Piperaceae) and *Monodora myristica* (Annonaceae) against *Sitophilus zeamais* (Motsch.) on stored maize. Journal of Entomology, v. 5, n. 4, p. 295-299.

VENTUROSIO, L.D.R., BACCHI, L.M.A., GAVASSONI, W.L., CONUS, L.A., PONTIM, B.C.A., BERGAMIN, A.C., 2011. Atividade antifúngica de extratos vegetais sobre o desenvolvimento de fitopatógenos. *Summa Phytopathologica*, v. 37, n. 1, p. 18-23.

VIEGAS JÚNIOR, C., 2003. Terpenos com atividade inseticida: uma alternativa para o controle químico de insetos. *Química Nova*, v. 26, n. 3, p. 390-400.

VOLPE, H.X., FAZOLIN, M., GARCIA, R.B., MAGNANI, R.F., BARBOSA, J.C., MIRANDA, M. P., 2016. Efficacy of essential oil of *Piper aduncum* against nymphs and adults of *Diaphorina citri*. *Pest Management Science*, v. 72, n. 6, p. 1242-1249.

WALIWITIYA, R., NICHOLSON, R.A., KENNEDY, C.J., LOWENBERGER, C.A., 2012. The synergistic effects of insecticidal essential oils and piperonyl butoxide on biotransformational enzyme activities in *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae). *Journal of Medical Entomology*, v. 49, p. 614-623.

WANG, D., COLLINS, P.J., GAO, X., 2006. Optimising indoor phosphine fumigation of paddy rice bag-stacks under sheeting for control of resistant insects. *Journal of Stored Products Research*, v. 42, n. 2, p. 207-217.

WANG, Y., ZHANG, L. T., FENG, Y. X., ZHANG, D., GUO, S. S., PANG, X., ... DU, S. S., 2019. Comparative evaluation of the chemical composition and bioactivities of essential oils from four spice plants (Lauraceae) against stored-product insects. *Industrial Crops and Products*, v. 140, p. 111640.

YUAN, L., YANG, X., YU, X., WU, Y., JIANG, D., 2019. Resistance to insecticides and synergistic and antagonistic effects of essential oils on dimefluthrin toxicity in a field population of *Culex quinquefasciatus* Say. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, v. 169, p. 928-936.

ZUNJARRAO, S.S., TELLIS, M.B., JOSHI, S.N., JOSHI, R.S., 2020. Plant-Insect Interaction: The Saga of Molecular Coevolution, in: Mérillon, J.-M., Ramawat, K.G. (Eds.), *Co-Evolution of Secondary Metabolites*. Springer, p. 19-45.