

OBJETIVOS DE
DESENVOLVIMENTO
SUSTENTÁVEL

2 FOME ZERO
E AGRICULTURA
SUSTENTÁVEL



Fitotoxicidade dos Óleos Essenciais
e Associação com Adjuvantes
para Mitigar Efeitos Adversos na
Aplicação como Inseticida

**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Acre
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

DOCUMENTOS 174

Fitotoxicidade dos Óleos Essenciais e Associação com Adjuvantes para Mitigar Efeitos Adversos na Aplicação como Inseticida

*Murilo Fazolin
Natália da Silva Maisforte
Maria Érica Costa de Lima
André Fábio Medeiros Monteiro
Fernando Pretti Rimerio*

Embrapa Acre
Rio Branco, AC
2022

Embrapa Acre
Rodovia BR-364, km 14,
sentido Rio Branco/Porto Velho
Caixa Postal 321, CEP 69900-970 Rio Branco, AC
Fone: (68) 3212-3200, Fax: (68) 3212-3285
www.embrapa.br
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

Comitê Local de Publicações

Presidente
Elias Melo de Miranda

Secretária-Executiva
Claudia Carvalho Sena

Membros
Carlos Mauricio Soares de Andrade, Celso Luis Bergo, Evandro Orfanó Figueiredo, Rivaldive Coelho Gonçalves, Rodrigo Souza Santos, Romeu de Carvalho Andrade Neto, Tadário Kamel de Oliveira, Tatiana de Campos, Virginia de Souza Álvares

Supervisão editorial e revisão de texto
Claudia Carvalho Sena
Suely Moreira de Melo

Normalização bibliográfica
Renata do Carmo França Seabra

Diagramação
Francisco Carlos da Rocha Gomes

Projeto gráfico da coleção
Carlos Eduardo Felice Barbeiro

Foto da capa
Murilo Fazolin

1ª edição
On-line (2022)

Todos os direitos reservados.

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Embrapa Acre

Fitotoxicidade dos óleos essenciais e associação com adjuvantes para mitigar efeitos adversos na aplicação como inseticida / Murilo Fazolin... [et al]. – Rio Branco, AC: Embrapa Acre, 2022.

46 p. : il. color. – (Documentos / Embrapa Acre, ISSN 0104-9046; 174).

1. Inseticida botânico – fitotoxicidade. 2. Óleo essencial. I. Fazolin, Murilo. II. Maisforte, Natália da Silva. III. Lima, Maria Érica Costa de. IV. Monteiro, André Fábio Medeiros. V. Rimerio, Fernando Pretti. VI. Embrapa Acre. VII. Série.

CDD (21. ed.) 632.9

Autores

Murilo Fazolin

Engenheiro-agrônomo, doutor em Entomologia, pesquisador da Embrapa Acre, Rio Branco, AC

Natália da Silva Maisforte

Graduanda em Ciências Biológicas, bolsista CNPq na Embrapa Acre, Rio Branco, AC

Maria Érica Costa de Lima

Graduanda em Engenharia Agrônômica, bolsista CNPq na Embrapa Acre, Rio Branco, AC

André Fábio Medeiros Monteiro

Biólogo, mestre em Ecologia, analista da Embrapa Acre, Rio Branco, AC

Fernando Pretti Rimerio

Engenheiro-agrônomo, analista da Embrapa Acre, Rio Branco, AC

Apresentação

Um grande volume de publicações aponta a potencialidade de óleos essenciais como ferramenta para o controle de pragas, principalmente como inseticidas. Nos últimos anos, o emprego de óleos essenciais obtidos de plantas aromáticas como inseticidas de baixo risco aumentou consideravelmente devido às exigências dos consumidores e às restrições do mercado. Dentre as principais famílias de plantas das quais esses óleos podem ser extraídos, destacam-se as piperáceas.

O potencial inseticida do óleo essencial de *Piper aduncum* L. tem sido avaliado, principalmente no Brasil, frente a diferentes organismos. O efeito inseticida desse óleo envolve pragas desfolhadoras, sugadores e controle de vetores de doenças humanas.

No entanto, a utilização prática do óleo de *P. aduncum*, assim como a maioria dos óleos essenciais para o controle de pragas agrícolas, tem se deparado com o inconveniente da ocorrência de fitotoxicidade, o que limita a aplicação desses produtos na forma simplificada in natura. Este trabalho aborda o estado da arte sobre essa temática, assim como, revela os resultados de pesquisa com vistas ao encaminhamento do desenvolvimento de formulações adequadas para mitigar esse problema.

Esta publicação está de acordo com o Objetivo de Desenvolvimento Sustentável 2 (Fome Zero e Agricultura Sustentável). Os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) são uma coleção de 17 metas globais estabelecidas pela Assembleia Geral das Nações Unidas e que têm o apoio da Embrapa para que sejam atingidas.

Bruno Pena Carvalho
Chefe-Geral da Embrapa Acre

Sumário

Introdução.....	9
Fitotoxicidade dos óleos essenciais	10
Expressão da fitotoxicidade em sementes e na germinação das plantas	11
Expressão da fitotoxicidade nas raízes das plantas	16
Expressão da fitotoxicidade nas folhas das plantas.....	17
Fitotoxicidade do óleo essencial de <i>Piper aduncum</i> L. em função da sua composição química.....	18
Potencial dos adjuvantes para mitigar a fitotoxicidade de óleos essenciais	25
Adjuvantes e emulsificantes	25
Estabilidade física das emulsões	27
Utilização do critério da estabilidade física das emulsões para mitigar a fitotoxicidade	29
Avaliação da fitotoxicidade de emulsões estáveis provenientes da combinação do óleo essencial de <i>Piper aduncum</i> L. com ricinoleato de sódio	30
Considerações finais	35
Referências	36

Introdução

A aplicação indiscriminada de inseticidas tem gerado desequilíbrios, trazendo como consequência a eliminação de insetos úteis (polinizadores e inimigos naturais das pragas), ressurgência de pragas, surgimento de pragas secundárias, intoxicações humanas de forma aguda ou crônica (aplicadores de inseticidas e de consumidores de alimentos contaminados), além da contaminação ambiental, promovendo a seleção de populações de pragas resistentes (Campanhola, 1990; Rodríguez-Hernández; Vendramim, 1997). Uma das estratégias para diminuir o uso dos agrotóxicos é substituí-los totalmente, ou em parte, por compostos naturais encontrados em plantas, dentre eles os óleos essenciais (OEs) (Alves, 2017).

Os OEs são compostos por misturas complexas de substâncias voláteis, caracterizados por um forte odor e sintetizados via metabolismo secundário das plantas (Andrade et al., 2012). Apresentam, ainda, um fator ecologicamente favorável relacionado à sua alta volatilidade, não permitindo que se acumulem no solo e águas subterrâneas (Dhima et al., 2010; Grosso et al., 2010; Silva et al., 2010). Os principais grupos químicos que constituem os OEs são os terpenoides e fenilpropanoides (Andrade et al., 2012). Possuem propriedades fungicida, bactericida e inseticida (Dhima et al., 2010; Ootani et al., 2011; Perini et al., 2013).

Em geral, para as avaliações de compostos com efeito inseticida produzidos como metabólitos de plantas, devem ser considerados inicialmente aqueles que não possuam potencialidade de causar fitotoxicidade para, posteriormente, serem avaliados quanto aos efeitos toxicológicos com vistas ao controle da praga-alvo (Vendramim, 1997).

Como consequência disso, o desenvolvimento de formulações adequadas, que utilizam OEs como principais ativos de interferência biológica no controle de pragas, é de extrema importância para mitigar os efeitos negativos da fitotoxicidade que a maioria desses compostos provoca quando aplicados diretamente nas plantas.

Avanços consideráveis na compreensão dos sítios-alvo e modo de ação dos terpenoides e fenilpropanoides foram obtidos nos últimos anos. Assim, a ação citotóxica, principalmente de monoterpenos para tecidos de plantas, foi bem elucidada, demonstrando que causam uma drástica redução no número de mitocôndrias e corpos do complexo de Golgi, prejudicando, dessa forma, a respiração e a fotossíntese e diminuindo a permeabilidade da membrana celular (Nollet; Rathore, 2017). Nesse contexto, embora contendo menores proporções de terpenoides, alguns OEs causam fitotoxicidade às plantas pulverizadas devido à concentração elevada para promover o controle da praga-alvo (Volpe et al., 2018).

Medidas de precaução a serem observadas na utilização de OEs no controle de pragas, seja quando presentes em mistura ou na forma isolada na calda de pulverização, estão relacionadas às doses compatíveis do ativo em relação ao estágio fenológico da planta, suscetibilidade da variedade da planta pulverizada, compatibilidade com os demais componentes da combinação, ajuste entre doses e épocas do ano (quentes/frias ou secas/úmidas), característica e qualidade do óleo e adição de emulsificantes adequados. Esses quesitos são importantes na manutenção da eficácia de controle e ao mesmo tempo evitam eventuais efeitos fitotóxicos, devendo ser caracterizados em cada situação (Fenigstein et al., 2001).

Fitotoxicidade dos óleos essenciais

Lesões nas plantas características de fitotoxicidade podem se manifestar de várias maneiras: folhas apresentando pontas, margens ou toda a superfície queimada; pontos de crescimento e botões florais drasticamente injuriados, além das raízes; clorose ou amarelecimento parcial ou generalizado das folhas (em manchas, ao longo das margens) ou ondulações no limbo; enrugamento ou queima total. Podem ocasionar ainda atraso no crescimento e desenvolvimento da planta. Compostos fitotóxicos podem estimular anomalias, tais como, crescimento excessivo (como raízes aéreas), ou queda e deformidade de flores e frutos. Os sintomas de fitotoxicidade podem ser confundidos com danos de insetos ou ácaros, doenças e outros problemas abióticos, como a decomposição de nutrientes, deficiências ou condições ambientais adversas (Gasson, 2000).

A fitotoxicidade pode estar associada, ainda, ao estresse da planta, temperatura e umidade do ambiente, concentração do óleo na aplicação e natureza da formulação. Pode variar entre espécies de plantas e cultivares. No entanto, a fitotoxicidade causada pelos óleos essenciais sobre as plantas é menor que aquela causada pelos óleos minerais (Nollet; Rathore, 2017).

Apesar de apresentarem grande potencial de uso na agricultura sustentável, os metabólitos secundários utilizados para tal finalidade também podem causar efeitos indesejáveis aos vegetais-alvo da aplicação e interferir na germinação e desenvolvimento de plantas. Os monos e sesquiterpenos podem afetar os processos fisiológicos em plantas, como a fotossíntese e síntese de clorofila, o acúmulo de lipídios no citoplasma e a redução de organelas devido à ruptura de membranas (Grosso et al., 2010).

Expressão da fitotoxicidade em sementes e na germinação das plantas

Os monoterpenos são os representantes mais simples dos terpenos e o maior grupo de metabólitos secundários (Elakovich, 1988; Abraham et al., 2000). Além de inibidores de crescimento, também desempenham um papel importante como protetores de plantas e na atração de polinizadores (Swain, 1977; Fischer et al., 1994; Paiva, 2000).

Os mecanismos pelos quais os monoterpenos afetam a germinação não são completamente conhecidos. Peñuelas et al. (1996) constataram que o α -pineno diminui a respiração mitocondrial dos cotilédones da soja e aumenta as taxas de transporte de elétrons pela via alternativa. A geração de ATP mitocondrial é essencial para a síntese de macromoléculas e vários outros processos metabólicos, como transporte de íons e solutos e divisão celular. Assim, a interferência com a respiração mitocondrial pode ser responsável pela atividade inibitória dos monoterpenos na germinação das sementes e no crescimento das plantas.

Vários monoterpenos são potentes inibidores da germinação de sementes e crescimento de plantas jovens (Muller; Muller, 1964; Fischer, 1991), incluindo 1,4 e 1,8-cineol (Romagni et al., 2000), citronelal, citronelol, linalool (Singh

et al., 2002, 2006a), α -pineno (Abrahim et al., 2000; Singh et al., 2006b) e limoneno (Abrahim et al., 2000).

Os resultados da pesquisa de Saad e Abdelgaleil (2014) revelaram uma correlação entre a composição química dos OEs e seus efeitos na germinação e no crescimento das mudas. Foi relatado que os compostos mais ativos pertenciam aos grupos das cetonas e álcoois seguidos pelo grupo dos aldeídos e fenóis (Astani et al., 2010). Além disso, Kotan et al. (2008) sugeriram que, em geral, uma potente atividade fitotóxica de OEs de plantas está correlacionada a uma alta quantidade de monoterpenos oxigenados. Quase todos os óleos eficazes apresentaram altas porcentagens de monoterpenos oxigenados e isso está de acordo com trabalhos anteriores de Almeida et al. (2010) e Vokou et al. (2003).

Dudai et al. (1999) relataram que os monoterpenos apresentam baixos níveis de ação deletéria nas sementes. Em particular, na família Lamiaceae, muitas espécies liberam monoterpenos fitotóxicos que impedem o desenvolvimento de espécies herbáceas, incluindo pineno, limoneno, p-cimeno e 1,8-cineol (Angelini et al., 2003).

Quanto à inibição da germinação de sementes e crescimento de plantas concorrentes destacam-se: α -pineno e β -pineno, limoneno e citrionelol extraídos de folhas de *Citrus aurantium* L. 1753 (Rutaceae) que inibem o crescimento de *Amaranthus retroflexus* L. 1753 (Amaranthaceae) (Alsaadawi et al., 1985), resíduos de *Eucalyptus globulus* Labill., 1800 (Myrtaceae) e *Acacia melanoxylon* Robert Brown, 1813 (Fabaceae) inibindo a germinação e crescimento de *Lactuca sativa* L. 1753 (Asteraceae) (Souto et al., 1995) e OEs de *E. globulus* e *Eucalyptus citriodora* Hook., 1848 (Myrtaceae) que inibem a germinação de *Phaseolus aureus* Roxb., 1832 (Fabaceae) e *Lens esculentum* Moench., 1794 (Fabaceae) (Kohli; Singh, 1991).

Estudos mostram que as espécies de sálvia produzem inibidores voláteis de crescimento, particularmente monoterpenoides oxigenados. Mancini et al. (2009b), em uma pesquisa de OEs de *Salvia hierosolymitana* Boiss., 1853 (Lamiaceae) e *Salvia multicaulis* Vahl., 1804 var. *simplicifolia* Boiss. (Lamiaceae) coletados no Líbano, sobre a germinação e alongamento radical inicial de rabanete e agrião-do-jardim, observaram que o óleo essencial de *S. multicaulis* var. *simplicifolia* era mais ativo, enquanto o óleo

de *S. hierosolymitana* não mostrou tal atividade. A atividade fitotóxica de *S. multicaulis* var. *simplicifolia* deve-se provavelmente à presença de uma quantidade substancial de terpenoides oxigenados, juntamente com α -pineno (5,5%) e p-cimeno (2,3%).

Zhou et al. (2019) investigaram a composição química dos OEs extraídos de *Dracocephalum integrifolium* Bunge. 1830 (Lamiaceae), em três diferentes localidades no noroeste da China, e avaliaram as atividades fitotóxica, antimicrobiana e inseticida, bem como seus constituintes principais, ou seja, sabineno e eucaliptol. Monoterpenos foram as substâncias mais abundantes, respondendo por 85,30% a 93,61% dos óleos, entre eles, sabineno (7,35% a 14,0%) e eucaliptol (53,56% a 76,11%) foram dominantes em todos os três óleos, que ocuparam 67,56% a 83,46% do total. Em geral, os bioensaios fitotóxicos indicaram que os valores de LC_{50} dos óleos e seus constituintes principais estavam abaixo de 2 $\mu\text{L}/\text{mL}$ (1,739 $\mu\text{L}/\text{mL}$ a 1,886 $\mu\text{L}/\text{mL}$) contra *A. retroflexus* e *Poa annua* L. 1753 (Gramineae).

Os compostos sabineno e eucaliptol também exibiram atividade pesticida significativa, com as taxas de mortalidade de *Aphis pomi* (DeGeer, 1773), pertencente à família Aphididae, chegando a 100% após exposição a 10 μL de óleo/placa de Petri (8,694 mg/placa de Petri a 9,428 mg/placa de Petri) por 24 horas (Zhou et al., 2019).

Em termos da atividade fitotóxica do óleo essencial produzido por espécies de *D. integrifolium*, nas concentrações mais baixas testadas (0,125 $\mu\text{L}/\text{mL}$, 0,91 $\mu\text{L}/\text{mL}$ a 0,938 $\mu\text{L}/\text{mL}$), em todos os óleos, oriundos das plantas de três localidades diferentes, houve um alongamento significativo da raiz de *A. retroflexus*. Nas concentrações mais altas testadas (5 $\mu\text{L}/\text{mL}$, 4,35 $\mu\text{L}/\text{mL}$ a 4,71 $\mu\text{L}/\text{mL}$), a germinação de sementes de *A. retroflexus* foi marcadamente inibida pelos óleos e seus principais constituintes (Zhou et al., 2019).

O óleo essencial produzido por árvores da espécie *Ravensara aromatica* Sonn., 1782 (Lauraceae), rico em sabineno, causou mortalidade de 52,5% das mudas de arroz, com uma dose de 100 $\mu\text{L}/\text{L}$, e matou completamente as mudas de agrião, com uma dose de apenas 5 $\mu\text{L}/\text{L}$ (Andrianjafinandasana et al., 2013). O óleo essencial de *Ferulago angulate* (Schltld.) Boiss., 1872 (Apiaceae) também exibiu considerável atividade fitotóxica, com sabineno (6,89%) sendo um de seus principais constituintes (Razavi et al., 2015). O óleo

de *Zingiber montanum* (J.König) Link ex A.Dietr. 1831 (Zingiberaceae), rico em sabineno (13,5% a 38,0%), reduziu a germinação e inibiu significativamente o crescimento das mudas de alface (Verma et al., 2017). O eucaliptol também é conhecido como 1,8-cineol, composto que pode ser fitotóxico em altas concentrações (Barton et al., 2010, 2014; Qiu et al., 2010; Shao et al., 2018).

Mancini et al. (2009b) estudaram os efeitos fitotóxicos dos OEs de *S. hierosolymitana* e *S. multicaulis* var. *simplicifolia* em sementes de *Raphanus sativus* L. 1753, cultivar Saxa (radish) (Brassicaceae), e *Lepidium sativum* L. 1753 (Agri) (Brassicaceae). Os dois OEs foram avaliados por sua atividade fitotóxica sobre a germinação e no alongamento radical inicial do rabanete e do agrião-do-jardim. Os óleos afetaram esses parâmetros de uma forma diferente. O alongamento radical parece ser mais afetado do que a germinação. A atividade fitotóxica de *S. multicaulis* var. *simplicifolia* deve-se provavelmente à presença de uma quantidade substancial de terpenoides oxigenados, juntamente com α -pineno (5,5%) e p-cimeno (2,3%).

Os OEs de *Heterothalamus psiadioides* Less. 1831 (Asteraceae), cujos compostos majoritários são principalmente os monoterpenos β -pineno, Δ^3 -carene e limoneno, mostraram efeitos adversos para *L. sativa* e *Allium cepa* L. 1753 (Amaryllidaceae), inibindo a germinação, bem como o crescimento de brotos e raízes (Silva et al., 2014).

Além disso, uma forte atividade herbicida foi relatada em *A. retroflexus* e *Rumex crispus* L. 1753 (Polygonaceae) em relação aos OEs das espécies *Tanacetum aucherianum* (DC.) Sch.Bip. 1844 e *Tanacetum achilleifolium* (M.Bieb.) Sch.Bip. 1844 (Asteraceae), inibindo completamente a germinação de sementes e o crescimento das mudas. Essa habilidade pode ser atribuída ao seu conteúdo monoterpênico, incluindo 1,8-cineol, cânfora, borneol e terpinen-4-ol (Salamci et al., 2007).

Foram relatadas reduções significativas do surgimento e crescimento de *Sinapis arvensis* L. 1753 (Brassicaceae), *Diplotaxis harra* (Forssk.) Boiss., 1867 (Brassicaceae), *Trifolium campestre* Schreb. 1804 (Fabaceae), *Desmazeria rigidae* (L.) Tutin (1952) (Poaceae), *Phalaris canariensis* L. 1753 (Poaceae), pela aplicação do óleo essencial derivado de *Eucalyptus lehmanii* (Schauer) Benth. (Myrtaceae), no qual os monoterpenos representavam os

principais constituintes, incluindo 1,8-cineol, α -thujene e α -pineno (Grichi et al., 2016).

Kordali et al. (2007) relataram efeitos inibitórios de 30 monoterpenos na germinação de sementes e no alongamento radical de *A. retroflexus*. Os derivados de álcool de monoterpenos oxigenados foram mais fitotóxicos em comparação com seus derivados de acetato. Em avaliações adicionais, os sesquiterpenos β -maaliene, α -isocomeno, β -isocomeno, Δ -cadinene, 5-hidroxicalamenene e 5-metoxicalamenene foram utilizados para inibir o crescimento de mudas de vegetação nativa associada e possivelmente ajudam na invasão bem-sucedida nos locais introduzidos (Ens et al., 2009).

Há poucos relatos na literatura sobre sesquiterpenos expressando fitotoxicidade em sementes ou germinação. Em um estudo realizado por Kobaisy et al. (2002), o óleo essencial das folhas de *Callicarpa japonica* Thunb., 1784 (Lamiaceae) apresentou atividade fitotóxica para mudas de capim bentgrass (*Agrostis stolonifera* cultivar Pencross, monocotiledônea) com redução de 80% a 100% no crescimento na concentração de 0,3 mg/mL. A atividade fitotóxica sobre gramíneas, observada com 0,1 mg/mL de óleo essencial de *C. japonica*, não é surpreendente, uma vez que alguns dos componentes (responsáveis por 1% ou mais do óleo), como o eugenol (Gant; Clebsch, 1975), ledol e viridiflorol (Terrom, 1994), são conhecidos por serem fitotóxicos.

No estudo realizado por Abd-elgawad et al. (2019), no qual é explorada a variação dos OEs e dos fenólicos de *Heliotropio curassavicum* L. 1753 (Boraginaceae), foram identificados 56 compostos como gerais dos OEs, sendo acetona hexahidrofarnesyl, (-) -óxido de caryophyllene, acetona de farnesila, óxido de humulene e acetato de epóxi nerolidol como compostos principais. Os OEs mostraram fitotoxicidade considerável contra *Chenopodium murale* L. 1753 (Chenopodiaceae), com CL_{50} no valor de 2,66 mg/mL, 0,59 mg/mL e 0,70 mg/mL para germinação, raiz e crescimento, respectivamente (Abd-elgawad et al., 2019).

O monoterpeno limoneno é altamente fitotóxico para mudas de beterraba (var. Allgreen H-1) em altas concentrações (Viglierchio; Wu 1989). Testes preliminares mostraram que o limoneno tem atividade fitotóxica em concentrações superiores a 3% para mudas de morango das cultivares

Jonsok e Honeoye (Ibrahim, 2000). Observações preliminares sugerem que as mudas de repolho e cenoura são sensíveis ao limoneno na concentração de 9% (Ibrahim, 2000).

Em geral, não há muitas informações disponíveis sobre os valores de limiar de fitotoxicidade de monoterpenos para várias das plantas cultivadas.

Expressão da fitotoxicidade nas raízes das plantas

Um grande número de aleloquímicos altamente fitotóxicos deriva da via dos terpenoides (Macías et al., 2006).

Os terpenoides bioativos constituem uma parte importante dos mecanismos de defesa de muitos organismos e representam uma fonte inexplorada de compostos ativos de uso potencial no campo agrícola (In-Sook; Cha-Ho, 2006).

Monoterpenoides também podem reduzir o índice mitótico do meristema radicular, provavelmente porque sua atividade inibe tanto o núcleo celular, quanto a síntese de DNA organelar (Nishida et al., 2005). Também foi demonstrado que α -pineno, um monoterpeno volátil, inibe o crescimento da raiz de uma planta-alvo, induzindo estresse oxidativo medido em termos de aumento da peroxidação lipídica (acúmulo de H_2O_2) e desintegração da membrana (Singh et al., 2006b).

Atualmente é aceito que os OEs e os terpenos voláteis são inibidores potentes da germinação das sementes e do alongamento da raiz (Batish et al., 2004, 2006a, 2006b).

O sesquiterpeno nerolidol é um álcool de ocorrência natural encontrado nos OEs de diversas plantas e flores, sintetizado por muitas famílias de plantas (Chan et al., 2016). Landi et al. (2020) avaliaram a fitotoxicidade in vitro do nerolidol na espécie *Arabidopsis thaliana* L. 1753 (Brassicaceae), planta sensível a fitotoxinas. Os resultados indicaram que esse composto afetou o crescimento e o desenvolvimento da raiz conforme a dose. De fato, o nerolidol, na maior concentração testada, alterou fortemente a morfologia radicular de *A. thaliana*, causando efeitos adversos não só na morfologia,

mas também na estrutura anatômica das raízes, as quais apresentavam aumento de deformidades.

Em particular, em doses crescentes, o nerolidol inibiu o crescimento da raiz primária e o número de raízes laterais, bem como a densidade e o comprimento dos pelos radiculares. Além disso, as mudas tratadas ativaram vários mecanismos bioquímicos envolvidos na resistência ao estresse, como a elevação na primeira linha de defesa contra o estresse oxidativo (ou seja, aumento das atividades das enzimas SOD e CAT) e acúmulo de metabólitos centrais (açúcares, aminoácidos e polióis, entre outros) que atuam como osmoprotetores.

Altas concentrações de nerolidol causam deformidades completas nas raízes e impactam severamente no crescimento de mudas de várias espécies. Alterações semelhantes na morfologia e anatomia da raiz foram observadas para vários fitoquímicos (como o hidrocarboneto sesquiterpeno farneseno e o ácido polifenol rosmarinico) e fitotoxinas sintéticas (como cumarinas sintéticas e benzofuranos, entre outros), conforme relatado em vários estudos (Araniti et al., 2015, 2016; 2018; 2020).

Expressão da fitotoxicidade nas folhas das plantas

Para o controle de insetos-praga, geralmente, a aplicação via pulverização foliar dos ativos naturais ou químicos é de fundamental importância, por contemplar a maioria das formulações disponíveis no mercado. Assim, a expressão da fitotoxicidade nas folhas das plantas, e em particular nas de interesse econômico, apresenta valor imensurável na avaliação de novas formulações inseticidas (Nollet; Rathore, 2017). Mesmo assim, um número reduzido de artigos científicos relata esse efeito.

Os monoterpenos dos OEs apresentam efeitos fitotóxicos que podem causar alterações anatômicas e fisiológicas nas folhas das plantas, levando ao acúmulo de glóbulos lipídicos no citoplasma, redução em algumas organelas como as mitocôndrias, possivelmente devido à inibição da síntese de DNA ou rompimento das membranas ao redor das mitocôndrias e núcleos (Bouajaj et al., 2014; Taban et al., 2013).

A fitotoxicidade de sesquiterpenos em folhas também é relatada em um trabalho realizado por Lazazzara et al. (2018), em tratamentos com 10,0 g/L em suspensão aquosa de cadineno, ledol, trans-2-pentenal, 2-etilfurano e β -ciclocitral, causando efeitos fitotóxicos nos tecidos foliares (manchas cloróticas difusas). Os discos foliares expostos ao β -cariofileno na concentração de 50 mg/L apresentaram efeitos fitotóxicos.

Braga Sobrinho et al. (2012) avaliaram a fitotoxicidade de vários OEs de plantas, constatando que o óleo de manjeriço, *Ocimum selloi* L. (Labiatae), nas concentrações de 5%, 7% e 10% v/v, causou um efeito fitotóxico na totalidade das plantas de meloeiro avaliadas, as quais apresentaram as folhas queimadas, evoluindo para a morte das plantas. Mesmo as concentrações de 1% e 3% v/v ainda apresentaram efeito fitotóxico em torno de 20% de folhas queimadas sem evolução para a planta.

Fitotoxicidade do óleo essencial de *Piper aduncum* L. em função da sua composição química

Importância e características do óleo essencial de *Piper aduncum* L.

O óleo essencial de *Piper aduncum* L. apresenta o dilapiol como composto majoritário (Fazolin et al., 2006). Geralmente, os principais componentes isolados de um óleo essencial podem refletir muito bem nas suas características biofísicas e biológicas (Ipek et al., 2005), sendo a amplitude dos seus efeitos dependente apenas da sua concentração quando avaliados de forma isolada, ou da sua proporção como componentes da composição dos OEs, quando avaliados de forma combinada.

No entanto, há evidências de que componentes minoritários do óleo essencial de *P. aduncum* (Oepa) podem apresentar propriedades de inibição enzimática quando avaliados de forma isolada, tais como: limoneno (monooxigenase P450 e acetilcolinesterase); miristicina (acetilcolinesterase, carboxilesterases, glutationa S-transferase); α -pineno (monooxigenase P450); β -pineno e p-cimeno (esterases); e óxido de cariofileno (acetilcolinesterases) (De-Oliveira et al., 1997; Abdalgaleil et al., 2019; Qin et al., 2010; Waliwitiya et al., 2010;

Lee et al., 2001; Yeom et al., 2012; Savelev et al., 2003). Isso caracteriza o modo de ação inusitado quando comparado aos inseticidas químicos e de origem botânica.

No entanto, vários desses terpenoides apresentam ação neurotóxica para insetos, caracterizando assim função adicional de sua atividade inseticida. O linalol age sobre o sistema nervoso, afetando o transporte de íons e a liberação de acetilcolinesterase em insetos (Re et al., 2000). Lee et al. (2001) relataram toxicidade de mentol, metoneno, limoneno, α -pipeno, β -pipeno e linalol para *Sitophilus oryzae* (L., 1763) (Coleoptera: Curculionidae) e provaram que esses componentes de óleo essencial exercem sua toxicidade inibindo a enzima acetilcolinesterase.

Esse conjunto de interferências metabólicas pode explicar também o efeito inseticida do Oepa ou mesmo do extrato de *P. aduncum*, constatado quando foi utilizado para o controle de vários artrópodes, em condições de laboratório, tais como: *Ostrinia nubilalis* (Hübner, 1796) (Lepidoptera: Crambidae) (Bernard et al., 1990, 1995); *Aedes atropalpus* (Coquillett, 1902) (Diptera: Culicidae) (Bernard et al., 1995); *Cerotoma arcuata tingomariana* Bechyné (Coleoptera: Chrysomelidae) (Fazolin et al., 2005); *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae) (Estrela et al., 2006); *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith, 1797) (Lepidoptera: Noctuidae) (Fazolin et al., 2007); *Tenebrio molitor* Linnaeus, 1758 (Coleoptera: Tenebrionidae) (Fazolin et al., 2007); *Aetalion* sp. (Hemiptera: Aetalionidae) (Silva et al., 2007); *Aleurocanthus woglumi* Ashby, 1915 (Hemiptera: Aleyrodidae) (Castro et al., 2009); e *Solenopsis saevissima* (Smith, 1855) (Hymenoptera: Formicidae) (Souto et al., 2011); e, mais recentemente, *Diaphorina citri* Kuwayama, 1908 (Hemiptera: Liviidae), vetor do HLB em citros (Volpe et al., 2016).

Uma vantagem do óleo essencial de *P. aduncum* é que a maioria das espécies de plantas produtoras de dilapiol pode apresentar restrições de ordem prática para produção em escala comercial (Tomar et al., 1979). Entretanto, o processo de industrialização da *P. aduncum* é simplificado e semelhante ao utilizado para obtenção do óleo rico em safrol de *P. hispidinervum* C. DC. (Fazolin et al., 2006), podendo apresentar um rendimento entre 2,5% e 3,5% (Maia et al., 1998), o que poderá viabilizar sua produção em escala comercial (Sá et al., 2002).

Fitotoxicidade do óleo essencial de *Piper aduncum* L. quando aplicado em plantas de importância econômica

Após as avaliações toxicológicas em laboratório, a etapa que se segue são as avaliações em condições de semicampo (casa de vegetação). Nesse momento ocorrem o ajuste, principalmente, de doses de controle, verificação do efeito residual (persistência), influência de fatores ambientais, como insolação, e a interação inseto-planta.

Para o controle de *C. arcuata tingomariana* (vaquinha-do-feijoeiro) e da lagarta-do-cartucho-do-milho, *S. frugiperda*, as concentrações para aplicação em pulverização promotoras das maiores taxas de mortalidade variaram de 1,5% a 2,0% v/v do Oepa, com teor de 75% em dilapiol. Na oportunidade, foi utilizado como emulsificante o espalhante adesivo comercial à base de Nonil Fenoxil Poli (Etilenoxi) Etanol (Agral), na concentração de 0,3 mL/L. Tais concentrações do óleo, em contato com as plantas de milho e feijão, causaram fitotoxicidade aguda quando comparadas à testemunha (somente água com o espalhante adesivo) (Figura 1).

Em meloeiro, Braga Sobrinho et al. (2012) observaram efeito fitotóxico de Oepa na totalidade das plantas avaliadas em concentrações a partir de 0,5% v/v.

Devido aos resultados adversos da utilização do Oepa pulverizado em plantas de milho, feijão e meloeiro, cujas folhas podem ser consideradas tenras e, conseqüentemente, sensíveis ao óleo, foram realizadas avaliações em plantas com folhas coriáceas, como as de abacaxi, com o objetivo de controlar a broca-do-fruto-do-abacaxi, *Strymon megarus* (Godt., 1824) (Lepidoptera: Lycaenidae).

As pulverizações foram quinzenais, a partir da frutificação das plantas de abacaxi no campo, na concentração de Oepa a 1,5% v/v, adicionando-se como emulsificante Agral, na concentração de 0,3 mL/L. Os resultados de controle da praga foram altamente eficazes, além de não serem observados efeitos de fitotoxicidade nas plantas (Figura 2). Tal resultado comprova que plantas com folhas mais coriáceas, como as de abacaxi, são tolerantes às concentrações que causam fitotoxicidade em plantas com folhas mais tenras.



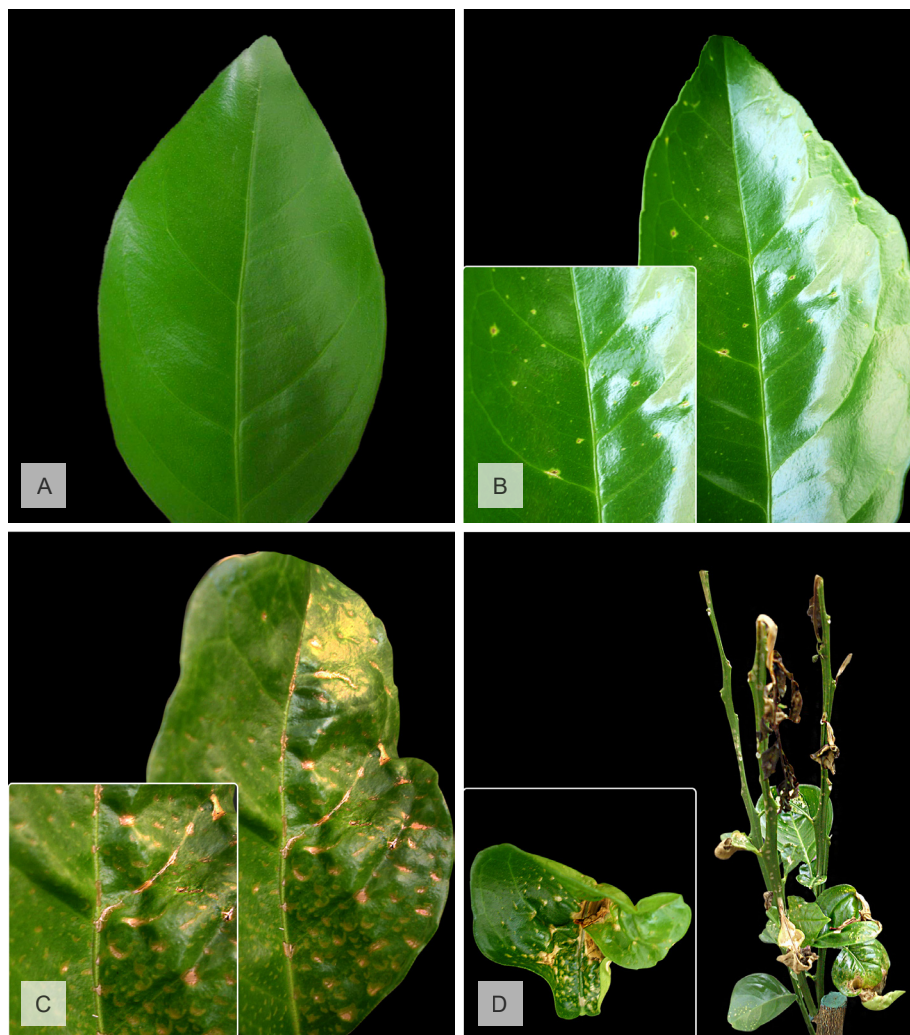
Figura 1. Plantas de feijão (A) e milho (B) pulverizadas com água e espalhante adesivo e plantas de feijão (C) e milho (D) apresentando efeito fitotóxico do óleo essencial de *Piper aduncum* L. pulverizado na concentração de 1,5% v/v.

Tal evidência pode ser comprovada em avaliações subsequentes realizadas em plantas de citros submetidas à pulverização do Oepa com o objetivo de controlar o psilídeo dos citros, *D. citri*. Nesse caso, o Oepa (79,4% e 85,4% em dilapiol) em concentrações acima de 1,0% de v/v de água, com adição de 0,025% v/v do espalhante adesivo Silwet (copolímero poliéster e silicone), causou fitotoxicidade às plantas, embora promovendo um controle eficaz do inseto-praga (Volpe et al., 2018) (Figuras 3A a 3D).

Foto: Murilo Fazolin



Figura 2. Plantas de abacaxi, em condições de campo, com ausência de efeito fitotóxico do óleo essencial de *Piper aduncum* L. pulverizado na concentração de 1,5% v/v.



Fotos: Haroldo Xavier Linhares Volpe

Figura 3. Fitotoxicidade do óleo essencial de *Piper aduncum* L. em plantas de laranja doce: nota 0 (sem toxicidade), plantas assintomáticas (A); nota 1 (toxicidade leve), plantas com manchas necróticas (queima) até 1 mm sobre as folhas (B); nota 2 (toxicidade moderada), plantas com manchas de 1 mm a 3 mm sobre as folhas e ramos (C); nota 3 (toxicidade alta), folhas com manchas necróticas maior que 3 mm e/ou completamente necrosadas, necrose dos ponteiros e ramos (D).

Composição química do óleo essencial de *Piper aduncum* L. e prováveis causas da fitotoxicidade

Após o Oepa ser submetido a análises em cromatógrafo gasoso (detector DIC) e acoplado ao espectrômetro de massa (CG-EM), foi observado que os compostos mais frequentes dentro da variabilidade química de *P. aduncum*, apontada por Maia et al. (1998), podem ser agrupados pela similaridade de estrutura química nos seguintes grupos: monoterpenos hidrocarbonados, monoterpenos oxigenados, sesquiterpenos hidrocarbonados, sesquiterpenos oxigenados, arilpropanoides e outros compostos (1,7%).

Quanto à atividade fitotóxica dos monoterpenos hidrocarbonados e oxigenados, é possível destacar a atuação principalmente dos monoterpenos hidrocarbonados, com os compostos α -pineno, β -pineno, limoneno, p-cimeno e sabineno, e dos monoterpenos oxigenados linalol, cânfora e terpinen-4-ol. Apesar de possuir uma pequena porcentagem na composição do óleo essencial de *Piper aduncum* L., os monoterpenos podem estar atuando de forma isolada, mesmo em pequenas quantidades ou de forma sinérgica com os demais compostos do Oepa, potencializando a fitotoxicidade causada por eles. Os monoterpenos são considerados fitotóxicos para diferentes estruturas/fase de desenvolvimento das plantas, tais como sementes, germinação, crescimento de mudas e até no desenvolvimento das raízes (Alsaadawi et al., 1985; Viglierchio; Wu, 1989; Peñuelas et al., 1996; Abrahim et al., 2000; Singh et al., 2002; 2006a; 2006b; Angelini et al., 2003; Salamci et al., 2007; Mancini et al., 2009a; Andrianjafinandrasana et al., 2013; Grichi et al., 2016; Zhou et al., 2019).

As evidências de fitotoxicidade em relação à maior proporção na composição do Oepa estão relacionadas aos sesquiterpenos hidrocarbonados e oxigenados, uma vez que são compostos majoritários por apresentarem teor acima de 10%, considerados por Ipek et al. (2005) como prováveis responsáveis por interferências biológicas de uma maneira geral.

Os sesquiterpenos oxigenados presentes no Oepa (nerolidol, ledol, viridiflorol, óxido de cariofileno e humuleno) são relatados na literatura como fitotóxicos principalmente na germinação de sementes (Abd-Elgawad et al., 2019), crescimento de mudas e folhas (Terrom, 1994; Lazazzara et al., 2018; Abd-Elgawad et al., 2019) e também no desenvolvimento da raiz (Abd-Elgawad

et al., 2019; Landi et al., 2020), enquanto a fitotoxicidade dos sesquiterpenos hidrocarbonados (cadinene e β -cariofileno) são descritos como nocivos ao crescimento de mudas (Kordali et al., 2007; Lazazzara et al., 2018) e para folhas (Lazazzara et al., 2018).

Com relação aos arilpropanoides, embora não tenha sido possível recuperar informações experimentais sobre seus efeitos fitotóxicos, por se apresentarem em maiores concentrações no Oepa (até 80,0%), pode-se inferir que sejam igualmente considerados, junto com os terpenoides, como responsáveis pela manifestação dos efeitos de fitotoxicidade observados em plantas de folhas tenras como feijoeiro, milho, brotações de citros e meloeiro.

Potencial dos adjuvantes para mitigar a fitotoxicidade de óleos essenciais

Adjuvantes e emulsificantes

A falta de opções de baixo custo que sejam apropriadas para, ao mesmo tempo, emulsificar os OEs e mitigar o efeito fitotóxico incentiva a busca por alternativas tecnicamente adequadas para viabilizar o uso desses produtos na aplicação direta pelo produtor no controle de pragas.

Uma dessas alternativas são os adjuvantes definidos como substâncias ou compostos sem propriedade fitossanitária, adicionados (exceto a água) em uma preparação agrícola, para aumentar a eficiência ou modificar determinadas propriedades da solução, visando facilitar a aplicação. Trata-se de um ingrediente que melhora as propriedades físicas de uma mistura. Esses adjuvantes podem desempenhar várias funções, quando em combinação com o ativo a ser aplicado (Kissmann, 1997).

Alguns aspectos importantes levaram ao maior interesse em usar adjuvantes, dentre eles, a melhoria na eficiência e desempenho dos agroquímicos. Existe uma tendência das empresas em criar formulações sem adjuvantes (principalmente surfactantes), em função de falta de espaço nas formulações (Farm Chemicals, 2013).

Segundo a Agrow (2006, 2014) e Hill (2006), na área de formulações de agroquímicos, a utilização de adjuvantes organossiliconados tem como objetivo reduzir a toxicidade, o impacto ambiental e, principalmente, a dose dos ingredientes ativos.

Logo, faz-se necessária a execução de testes com diferentes classes de adjuvantes, em culturas variadas, para verificar a persistência dos agrotóxicos e, conseqüentemente, possibilitar a utilização de menores doses de ingrediente ativo (Ryckaert et al., 2007).

Outras vantagens da utilização de adjuvantes, segundo Boller et al. (2007), são a rápida absorção de produtos, com menores perdas ocasionadas por chuvas após a aplicação e a otimização da cobertura das superfícies hidrorrepelentes, como folhas ou frutos com cerosidades e corpos ou coberturas cerosas de pragas.

Segundo Zabkiewicz (2013), o surfactante organossiliconado apresenta propriedades e habilidades de incorporação em formulações com pouco ou nenhum efeito fitotóxico e rápida degradação, sem efeitos adversos ao meio ambiente.

Conforme Knoche (1994), alguns adjuvantes organossiliconados seriam ineficazes na redução da tensão superficial, quando misturados com a maioria dos surfactantes convencionais em tanque de mistura, e degradariam rapidamente em soluções de pulverização ácidas ou alcalinas, afetando negativamente o seu desempenho.

Segundo Cowles et al. (2000), os organossiliconados seriam considerados ingredientes inertes, mas suas propriedades superiores de surfactantes permitem molhar e sufocar ou interromper processos fisiológicos importantes de ácaros e insetos, concluindo que o espalhamento e tensão superficial estão relacionados com a toxicidade das soluções de surfactante, em que as tensões superficiais de soluções abaixo de 23 mN/m causaram mais do que 90% de mortalidade de ácaros em bioensaios, com imersão de folhas.

A pressão de aplicação, o tipo de bico e o líquido determinam o desempenho da pulverização. Adjuvantes que formam gotículas de óleo na mistura de pulverização, por exemplo, óleos de origem petrolífera e até mesmo

alguns insolúveis em água, emulsionantes e surfactantes, podem aumentar inesperadamente o tamanho da gota de pulverização (Spanoghe et al., 2007).

Paula Neto (2003) ressalta que, para uma eficiente aplicação de OEs veiculados em água, é necessária uma correta emulsificação.

Os emulsificantes, considerados um tipo de adjuvante, em geral apresentam um segmento de sua molécula com propriedades hidrofílicas e outro segmento lipofílico, servindo dessa forma para compatibilizar a mistura de água com óleos, fazendo pontes entre esses componentes, formando emulsões (Marques, 2011); esses compostos também são conhecidos como “surfactantes” (do inglês *surfactant*), “tenso-ativos”, “hipotensores” ou “emulsificantes”. Alguns importantes agentes emulsificantes são os sabões, detergentes, goma arábica, saponinas, óleos sulfonados, lecitinas, proteínas, entre outros (BASF, 2004). A capacidade de ligação dessas partes é variável e um emulsificante pode ter um segmento hidrofílico pequeno e um lipofílico grande, ou vice-versa (BASF, 2004).

Os óleos em geral são substâncias insolúveis em água (hidrofóbicas), formadas predominantemente de produtos de condensação entre “glicerol” e “ácidos graxos” chamados triglicerídeos (Moretto; Fett, 1998).

Estabilidade física das emulsões

A estabilidade física é uma propriedade que os produtos apresentam de reter, de forma visivelmente inalterada, as características após a sua fabricação. Dentre as características físicas, a não separação das fases é fundamental, pois se isso ocorrer, todas as demais especificações de uma emulsão serão afetadas (Sanctis, 1999). Aspectos como cor, odor, textura, consistência, sensação de tato e comportamento reológico são considerados propriedades físicas (Zanin et al., 2001).

A emulsão é um sistema polifásico, no qual se observa uma fase fragmentada (fase dispersa) dentro de outra (fase contínua). O comportamento de uma emulsão depende fortemente do tamanho dos fragmentos da fase dispersa, sejam eles bolhas ou gotículas (Franzoi; Rezende, 2015).

Em uma emulsão, uma fase líquida (descontínua ou interna) é estabilizada em outra fase líquida (contínua ou externa), pela ação de um emulsionante. A noção de estabilidade em emulsões é dada por meio do tempo necessário para o início visual de separação de fases e pode levar minutos ou anos. Emulsões mais estáveis demoram muito tempo para separar fases. Para tal emulsão atingir certa estabilidade cinética, uma combinação adequada de ingredientes deve ser alcançada (Franzoi; Rezende, 2015).

Vários adjuvantes podem ser utilizados na manipulação de uma fórmula. Ao escolher os adjuvantes é importante considerar os vários tipos de estabilidade e os fatores genéricos que a afetam (Zanon, 2010).

Uma emulsão é considerada fisicamente instável se a fase interna ou dispersa tende a não apresentar agregados de gotículas, os quais podem vir a formar uma camada concentrada de fase interna, ou ainda quando todo ou parte do líquido da fase interna se separar em uma camada distinta na superfície ou no fundo do recipiente (Allen Junior et al., 2007).

Tais alterações podem estar relacionadas a fatores externos (produto exposto à temperatura, luz, oxigênio, umidade, material de acondicionamento e microorganismos), a fatores intrínsecos, relacionados à natureza das formulações, tais como, incompatibilidade física (inversão de fases, cremagem, floculação e coalescência) e incompatibilidade química (pH, reações de óxido-redução e interação entre ingredientes da formulação e o material de acondicionamento) (Isaac et al., 2008).

Alguns métodos podem ser utilizados para evitar tais alterações, aumentando, assim, a estabilidade de uma emulsão. Dentre eles a produção de emulsões com tamanho pequeno de gotículas por meio da homogeneização ou do uso de agentes emulsionantes, os quais, além de promoverem a estabilização, facilitam o processo de emulsificação, gerando produtos com gotículas de tamanho menor (Allen, 1998; Lachman et al., 2001; Aulton, 2005; Allen Junior et al., 2007; Sinko, 2008).

Utilização do critério da estabilidade física das emulsões para mitigar a fitotoxicidade

Os óleos vegetais têm sido utilizados com maior frequência no controle de pragas, devido às suas novas formulações (principalmente o refinamento) causarem menor fitotoxicidade às plantas pulverizadas (Puritch, 1981; Basf, 2004). Por ser a ação dos óleos primariamente de contato, tem-se a necessidade de reaplicação, e a maximização de sua eficiência depende de uma boa cobertura sobre a superfície foliar. No entanto, os efeitos adversos da fitotoxicidade potencial para algumas culturas devem ser motivo de preocupação e cautela (Fenigstein et al., 2001).

Os óleos, de origem animal, vegetal ou mesmo microbiana, são substâncias insolúveis em água (hidrofóbicas), formadas predominantemente por produtos de condensação entre “glicerol” e “ácidos graxos”, chamados triglicerídeos (Moretto; Fett, 1998).

Nota-se que na prática há uma divergência sobre a porcentagem de emulsificante a adicionar aos diferentes óleos para obter melhor estabilidade de fases. Muitas vezes os avaliadores utilizam porcentagens distintas para os mesmos óleos (Butler Junior et al., 1988, 1993; Fenigstein et al., 2001; Paula Neto, 2003).

Um importante trabalho realizado por Oliveira e Bleicher (2006) testou o efeito de três substâncias com propriedade emulsionante sobre o óleo de algodão: um detergente neutro biodegradável (Brilux), ricinoleato de sódio e um espalhante adesivo comercial, Alquil fenol poliglicoléter 250 g/L (Adesil). Foi observada durante a fase experimental uma estreita relação entre o tempo máximo de estabilidade das soluções e a concentração limite para cada emulsificante; após atingida, a estabilidade tende a decrescer com o aumento da concentração. Esses resultados corroboram com os obtidos por Basf (2004), ao concluir que o efeito hipotensor aumenta com a dose do emulsificante até certo limite, pois, ao ser atingido um ponto de saturação, não se obtém efeito adicional significativo. No entanto, os resultados obtidos por Oliveira e Bleicher (2006), utilizando o detergente neutro como emulsificante, apontaram uma divergência nesse conceito que não permite uma generalização. Eles verificaram que as soluções com óleo de algodão emulsificadas com ricinoleato de sódio não causaram fitotoxicidade à cultura

do melão até a concentração de 4%. Não foi encontrada na literatura nenhuma observação similar que propusesse desenvolver uma metodologia visando à seleção de emulsificantes para óleos e suas respectivas porcentagens relativas. Provavelmente, essas informações são tratadas com sigilo e restritas às empresas formuladoras de agrotóxicos. Hill (1983) reforça essa afirmativa quando considera que é de suma importância as emulsões serem estáveis o bastante para aplicação em condições de campo, apresentando-se como uma solução uniforme e de concentração conhecida. No entanto, os resultados obtidos por Oliveira e Bleicher (2006) serviram de referência para a avaliação do ricinoleato de sódio como um emulsificante com potencial de mitigar o efeito fitotóxico do óleo essencial de *P. aduncum*.

Avaliação da fitotoxicidade de emulsões estáveis provenientes da combinação do óleo essencial de *Piper aduncum* L. com ricinoleato de sódio

Determinação das combinações estáveis do óleo essencial de *Piper aduncum* L. e ricinoleato de sódio

O experimento foi conduzido no Laboratório de Entomologia da Embrapa Acre, onde foi avaliada a estabilidade física de cinco diferentes concentrações de ricinoleato de sódio combinadas com o óleo de *P. aduncum*.

Cada ensaio consistiu na emulsão de cinco concentrações (75%, 50%, 25%, 12,5% e 6,25% v/v) do ricinoleato de sódio (RS) adicionadas a cinco concentrações de Oepa (1,0%, 1,5%, 1,8%, 2,0% e 3,0% v/v), todas consideradas fitotóxicas quando combinadas com emulsificantes/adjuvantes comerciais já descritos anteriormente. Após a agitação mecânica por 2 minutos, os frascos contendo as combinações foram mantidos em suporte de arame em descanso na posição vertical.

Foram realizadas verificações periódicas (tempo após a agitação: 1, 1:30, 2, 6, 12, 24 e 48 horas), a fim de detectar a separação visível de fases e/ou formação de precipitados. Decorridas 4 horas de experimentação, uma repetição de cada tratamento foi submetida a uma segunda agitação mecânica por 2 minutos. Após a agitação mecânica, os frascos contendo as combinações foram mantidos em suporte de arame em descanso na posição

vertical. Depois de 1 hora e 30 minutos foram novamente avaliados quanto à separação visível de fases e/ou formação de precipitados em intervalos de 4, 5, 12 e 24 horas. Esses novos intervalos de avaliação foram adotados para averiguar a possibilidade de ocorrência de estabilidade adicional, após nova agitação, uma vez que a maioria das concentrações avaliadas apresentou estabilidade em torno de 48 horas após a primeira agitação.

Observou-se que o tempo para a formação do corpo de fundo de diferentes emulsões resultantes da combinação do Oepa, em concentrações acima de 1% v/v, com diferentes concentrações de RS, foi de 48 horas. A concentração de 50% do ricinoleato de sódio v/v, combinada com as cinco concentrações de Oepa, apresenta maior estabilidade física (Figura 4). Por esse critério, as combinações foram selecionadas como potenciais para serem avaliadas quanto à mitigação do efeito fitotóxico do óleo essencial do Oepa utilizado como inseticida.

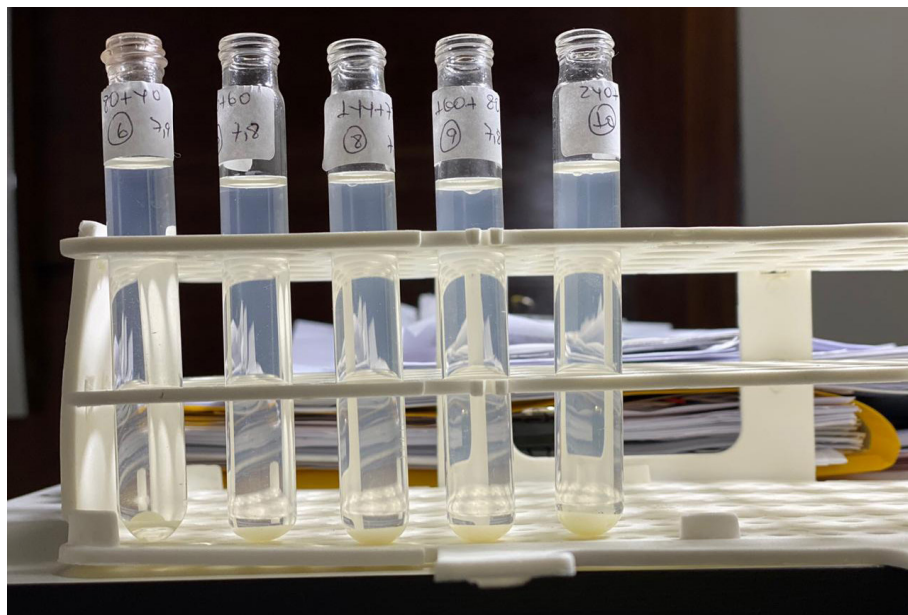


Foto: Murilo Fazolin

Figura 4. Estabilidade física das emulsões provenientes da combinação do óleo essencial de *Piper aduncum* L. (da esquerda para a direita: 1,0%, 1,5%, 1,8%, 2,0% e 3,0% v/v) com o equivalente a 50% v/v de ricinoleato de sódio adicionado à formulação.

Avaliação da fitotoxicidade das emulsões estáveis do óleo essencial de *Piper aduncum* L. e ricinoleato de sódio em plantas de feijão

Cada tratamento consistiu na emulsão da concentração de 50% v/v do ricinoleato de sódio, considerada estável em relação as cinco concentrações de Oepa (1,0%, 1,5%, 1,8%, 2,0% e 3,0% v/v), que foram comparadas entre si e com uma testemunha (pulverização somente de água). Não foi utilizado o controle positivo (água + ricinoleato), uma vez que anteriormente Oliveira e Bleicher (2006) comprovaram a ausência de fitotoxicidade nas avaliações desse produto.

Foram utilizadas seis bandejas da Nutriplan, contendo 200 células cada uma, preenchidas com substrato vermiculita. Nessas células foi semeado feijão, *Phaseolus vulgaris* L. (Fabaceae), cultivar Carioca, adquirido no comércio local, após as sementes serem submetidas ao teste de germinação positivo (acima de 80%). As plantas foram mantidas durante todo o ensaio em casa de vegetação e o desenvolvimento foi acompanhado diariamente.

No momento em que se constatou a presença de dois pares de folhas definitivas, as plantas sofreram o desbaste, permanecendo apenas uma planta por célula.

Cada bandeja contendo 200 células foi subdividida em quatro partes, com 50 plantas, constituindo uma parcela experimental. O delineamento experimental foi o inteiramente casualizado com quatro repetições de cada tratamento.

Quando as plantas atingiram a fase de desenvolvimento V4 (terceira folha trifoliada aberta após 20 dias da semeadura), cada parcela experimental foi pulverizada com 300 mL de cada uma das cinco concentrações/combinções de Oepa com ricinoleato de sódio (RS), até o ponto de escorrimento da calda sobre as folhas. As folhas foram levemente agitadas após a pulverização para evitar que o excesso de calda aplicada se depositasse nas bordas, o que poderia contribuir para um possível erro durante as avaliações devido à queima. Foram utilizados pulverizadores manuais tipo borrifadores, com capacidade de 500 mL. As aplicações foram realizadas nas horas mais quentes do dia (entre 11h e 13h) para maximizar a possibilidade de ocorrência de fitotoxicidade.

Com o objetivo de evitar o efeito de deriva durante a pulverização de cada tratamento, foi utilizada uma proteção com plástico rígido como barreira para individualização do tratamento em relação as demais parcelas não alvo.

As avaliações da fitotoxicidade foram realizadas a cada 24 horas, por um período de 7 dias consecutivos. Nesse intervalo de tempo foram atribuídas notas de danos para cada planta submetida aos diferentes tratamentos: nota 0 = nº de folhas sem alteração de cor; nota 1 = nº de folhas apresentando leve alteração na cor (clorose); nota 2 = nº de folhas apresentando pontos necróticos; nota 3 = nº de folhas apresentando necrose generalizada; nota 4 = nº de folhas apresentando necrose e seca dos tecidos, tornando-se quebradiças. Os dados de cada tratamento foram submetidos à análise de regressão, selecionando-se a curva cuja concentração de Oepa apresentasse menores índices de fitotoxicidade (número médio de folhas com notas 0 e 1) em função do tempo de avaliação.

Decorridas as primeiras 24 horas, todas as combinações apresentaram grau de fitotoxicidade elevado, cujas notas variaram de 3 a 4, com necrose generalizada, folhas apresentando necrose seca dos tecidos, tornando-se murchas e quebradiças (Figura 5). Já na segunda avaliação (48 horas após a pulverização) todas as plantas de todos os tratamentos estavam mortas, excetuando-se a testemunha. Dessa forma, não foi possível aplicar a análise estatística prevista.

Os resultados obtidos confirmaram que o óleo essencial de *P. aduncum* apresenta efeitos fitotóxicos à planta do feijão e que essa fitotoxicidade depende da concentração do produto aplicado às plantas.

O Oepa deverá ser utilizado como inseticida na forma de óleo essencial emulsificado contendo de 75% a 85% de dilapiol (Fazolin et al., 2022, no prelo), em concentrações acima de 1% v/v, portanto fica evidente que a sua fração terpênica apresenta fitotoxicidade, informação já constatada em ações de pesquisa relatadas anteriormente. No entanto, a ausência de informações sobre o efeito fitotóxico dos arilpropanoides, como o dilapiol, necessita ser considerada e esclarecida, como uma definição do provável efeito sinérgico ou aditivo, quanto à expressão da fitotoxicidade desses compostos majoritários, juntamente com os terpenoides presentes no óleo como compostos minoritários.



Figura 5. Fitotoxicidade causada às plantas de feijoeiro pelas combinações estáveis de ricinoleato de sódio e óleo essencial de *Piper aduncum* L., 24 horas após a pulverização dos tratamentos (da esquerda para a direita: testemunha e concentrações inseticidas de óleo essencial de *Piper aduncum* L. 1,0%, 1,5%, 1,8%, 2,0% e 3,0% v/v).

Portanto, para minimizar os problemas causados pela fitotoxicidade do Oepa, é necessário o desenvolvimento de novas formulações para as concentrações que apresentem efeito inseticida, avaliando-se opções de adjuvantes/emulsificantes.

Formulações comerciais à base de OEs estão em evidência, apresentando elevada ascensão de mercado em países europeus, Canadá e Estados Unidos, onde há uma forte demanda por alimentos mais saudáveis e ecologicamente sustentáveis. Essa tendência poderá estimular a continuidade de ações de pesquisa no Brasil para o avanço do conhecimento e maturidade tecnológica de ativos existentes no País à base de OEs visando obter formulações de inseticidas botânicos (Fazolin et al., 2021).

O Brasil é um importante ator no mercado global de exportadores de OEs (Bizzo; Rezende, 2022), comercializando o produto na forma bruta. Tal cenário poderia oportunizar investimentos na agregação de valor nessa cadeia produtiva no sentido de gerar formulações de inseticidas botânicos que atenderiam boa parte da demanda do mercado.

Considerações finais

Muitas hipóteses para a mitigação da fitotoxicidade dos OEs são levantadas, sendo a suspensão em cápsulas sintetizadas, usando o processo de microencapsulação ou ainda estratégias de nanoestruturas, considerada promissora para mitigar esse efeito adverso. Para a proteção vegetal, as formulações de microcápsulas de pesticidas têm uma vantagem sobre as formulações convencionais, pois não só eliminam efetivamente a fitotoxicidade, mas também oferecem vantagens adicionais, como redução da degradação, da toxicidade dérmica e da poluição ambiental.

Porém, a falta da disponibilidade de nanoformulados à base de OEs no mercado, aliada ao alto custo de sua produção, justifica teoricamente a continuidade da utilização dos emulsificantes, tais como o ricinoleato de sódio, para mitigar o efeito fitotóxico desses produtos. Portanto, é necessário avaliar outras concentrações e proporções, gerando novas formulações contendo óleos essenciais para o controle de insetos-pragas.

O incentivo ao aproveitamento e agregação de valor aos OEs no Brasil para a formulação de inseticidas poderá ser intensificado por políticas públicas alinhadas com o Programa Nacional de Bioinsumos, criado há 2 anos, na busca de fortalecer o setor e consolidar o uso de biodefensivos no País, bem como, acelerar o desenvolvimento de normativas e a criação de novas empresas. Além disso, o impulso no setor contribuirá para a valorização do potencial da biodiversidade brasileira, redução da dependência dos produtores rurais em relação aos insumos importados e ampliação da oferta de matéria-prima para produzir esses agentes de controle de pragas.

Referências

ABDELGALEIL, S. A. M.; BADAWY, M. E. I.; MAHMOUD, N. F.; MAREI, A. M. Acaricidal activity, biochemical effects and molecular docking of some monoterpenes against two-spotted spider mite (*Tetranychus urticae* Koch). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 156, p. 105-115, May 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2019.02.006>.

ABD-ELGAWAD, A. M.; ELSHAMY, A. I.; AL-ROWAILY, S. L.; EL-AMIER, Y. A. Habitat affects the chemical profile, allelopathy, and antioxidant properties of essential oils and phenolic enriched extracts of the invasive plant *Heliotropium curassavicum*. **Plants**, v. 8, n. 11, p. 482, Nov. 2019. DOI: <https://doi.org/10.3390/plants8110482>.

ABRAHIM, D.; BRAGUINI, W. L.; KELMER-BRACHT, A. M.; ISHII-IWAMOTO, E. L. Effects of four monoterpenes on germination, primary root growth, and mitochondrial respiration of maize. **Journal of Chemical Ecology**, v. 26, n. 3, p. 611-624, 2000. DOI: <https://doi.org/10.1023/A:1005467903297>.

AGROW. **Adjuvants and additives in crop protection DS 256**. London: Informa UK, 2006. 235 p.

AGROW. **Agra-net**. 2014. Disponível em: <https://agra-net.net/agrow/>. Acesso em: 10 maio 2021.

ALLEN, L. V. **The art, science, and technology of pharmaceutical compounding**. Washington, DC: American Pharmaceutical Association, 1998. V. 2, 481 p.

ALLEN JUNIOR, L. V.; ANSEL, H. C.; POPOVICH, N. G. **Formas farmacêuticas e sistemas de liberação de fármacos**. 8. ed. Porto Alegre: Artmed, 2007. 52 p.

ALMEIDA, L. F. R. de; FREI, F.; MANCINI, E.; DE MARTINO, L.; DE FEO, V. Phytotoxic activities of Mediterranean essential oils. **Molecules**, v. 15, n. 6, p. 4309-4323, June 2010. DOI: <https://doi.org/10.3390%2Fmolecules15064309>.

ALSAADAWI, I. S.; ARIF, M. B.; ALRUBEAA, A. J. Allelopathic effects of *Citrus aurantium* L. **Journal of Chemical Ecology**, v. 11, n. 11, p. 1527-1534, 1985. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF01012198>.

ALVES, T. de A.; HENRIQUE, M. K. da C.; COSTA, R. G. Mecanismos de ação do extrato aquoso de *Piper amalago* em células meristemáticas de *Lactuca sativa*. **Revista Univap**, v. 22, n. 40, p. 379, 2017. DOI: <https://doi.org/10.18066/revistaunivap.v22i40.884>.

ANDRADE, M. A.; CARDOSO, M. D. G.; BATISTA, L. R.; MALLETT, A. C. T.; MACHADO, S. M. F. Óleos essenciais de *Cymbopogon nardus*, *Cinnamomum zeylanicum* e *Zingiber officinale*: composição, atividades antioxidante e antibacteriana. **Revista Ciência Agronômica**, v. 43, n. 2, p. 399-408, June 2012. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1806-66902012000200025>.

ANDRIANJAFINANDRASANA, S. N.; ANDRIANOELISOA, H. S.; JEANSON, M. L.; RATSIMALA RAMONTA, I.; DANTHU, P. Allelopathic effects of volatile compounds of essential oil from *Ravensara aromatica* Sonnerat chemotypes. **Allelopathy Journal**, v. 31, n. 2, p. 333-344, 2013.

- ANGELINI, L. G.; CARPANESE, G.; CIONI, P. L.; MORELLI, I.; MACCHIA, M.; FLAMINI, G. Essential oils from Mediterranean Lamiaceae as weed germination inhibitors. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 21, p. 6158-6164, 2003. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf0210728>.
- ARANITI, F.; MANCUSO, R.; LUPINI, A.; SUNSERI, F.; ABENAVOLI, M. R.; GABRIELE, B. Benzofuran-2-acetic esters as a new class of natural-like herbicides. **Pest Management Science**, v. 76, n. 1, p. 395-404, Jan. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1002/ps.5528>.
- ARANITI, F.; COSTAS-GIL, A.; CABEIRAS-FREIJANES, L.; LUPINI, A.; SUNSERI, F.; REIGOSA, M. J.; ABENAVOLI, M. R.; SÁNCHEZ-MOREIRAS, A. M. Rosmarinic acid induces programmed cell death in Arabidopsis seedlings through reactive oxygen species and mitochondrial dysfunction. **PloS One**, v. 13, n. 12, e0208802, Dec. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0208802>.
- ARANITI, F.; GRANA, E.; KRASUSKA, U.; BOGATEK, R.; REIGOSA, M. J.; ABENAVOLI, M. R.; SANCHEZ-MOREIRAS, A. M. Loss of gravitropism in farnesene-treated arabidopsis is due to microtubule malformations related to hormonal and ROS unbalance. **PloS One**, v. 11, n. 8, e0160202, Aug. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0160202>.
- ARANITI, F.; MANCUSO, R.; LUPINI, A.; GIOFRÈ, S. V.; SUNSERI, F.; GABRIELE, B.; ABENAVOLI, M. R. Phytotoxic potential and biological activity of three synthetic coumarin derivatives as new natural-like herbicides. **Molecules**, v. 20, n. 10, p. 17883-17902, Sept. 2015. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules201017883>.
- ASTANI, A.; REICHLING, J.; SCHNITZLER, P. Comparative study on the antiviral activity of selected monoterpenes derived from essential oils. **Phytotherapy Research**, v. 24, n. 5, p. 673-679, May 2010. DOI: <https://doi.org/10.1002/ptr.2955>.
- AULTON, M. E. **Delineamento de formas farmacêuticas**. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2005. 677 p.
- BARTON, A. F.; CLARKE, B. R.; DELL, B.; KNIGHT, A. R. Post-emergent herbicidal activity of cineole derivatives. **Journal of Pest Science**, v. 87, n. 3, p. 531-541, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10340-014-0566-6>.
- BARTON, A. F.; DELL, B.; KNIGHT, A. R. Herbicidal activity of cineole derivatives. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 18, p. 10147-10155, Sept. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf101827v>.
- BASF. **Óleos**. 2004. Disponível em: <http://www.basf.com.br/>. Acesso em: 17 fev. 2019.
- BATISH, D. R.; SETIA, N.; SINGH, H. P.; KOHLI, R. K. Phytotoxicity of lemon-scented eucalypt oil and its potential use as a bioherbicide. **Crop Protection**, v. 23, n. 12, p. 1209-1214, Dec. 2004. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2004.05.009>.
- BATISH, D. R.; SINGH, H. P.; SETIA, N.; KAUR, S.; KOHLI, R. K. Chemical composition and inhibitory activity of essential oil from decaying leaves of *Eucalyptus citriodora*. **Zeitschrift für Naturforschung C**, v. 61, n. 1-2, p. 52-56, Jan./Feb. 2006a. DOI: <https://doi.org/10.1515/znc-2006-1-210>.
- BATISH, D. R.; SINGH, H. P.; SETIA, N.; KAUR, S.; KOHLI, R. K. Chemical composition and phytotoxicity of volatile essential oil from intact and fallen leaves of *Eucalyptus citriodora*. **Zeitschrift für Naturforschung C**, v. 61, n. 7-8, p. 465-471, Jul./Aug. 2006b. DOI: <https://doi.org/10.1515/znc-2006-7-801>.

- BERNARD, C. B.; KRISHANMURTY, H. G.; CHAURET, D.; DURST, T.; PHILOGENE, B. J. R.; SANCHEZ-VINDAS, P.; HASBUN, C.; POVEDA, L.; SAN ROMAN, L.; ARNASON, J. T. Insecticidal defenses of Piperaceae from the neotropics. **Journal of Chemical Ecology**, v. 21, n. 6, p. 801-814, June 1995. DOI: <https://doi.org/10.1007/bf02033462>.
- BERNARD, C. B.; ARNASON, J. T.; PHILOGENE, B. J. R.; LAM, J.; WADDEL, T. In vivo effect of mixtures of allelochemicals in the life cycle of the European corn borer, *Ostrinia nubilalis*. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, v. 57, n. 1, p. 17-22, Oct. 1990. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1570-7458.1990.tb01411.x>.
- BIZZO, H. R.; REZENDE, C. M. O mercado de óleos essenciais no Brasil e no mundo na última década. **Química Nova**, p. 1-10, Abr. 2022. *Online first*. DOI: <http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170889>.
- BOLLER, W.; FORCELINI, L. A.; HOFFMANN, L. L. Tecnologia de aplicação de fungicidas – Parte I. In: LUZ, W. C.; FERNANDES J. M.; PRESTES, A. M.; PICININI, E. C. (org.). **Revisão anual de patologia de plantas**, 2007. V. 15, p. 243-276.
- BOUAJAJ, S.; ROMANE, A.; BENYAMNA, A.; AMRI, I.; HANANA, M.; HAMROUNI, L.; ROMDHANE, M. Essential oil composition, phytotoxic and antifungal activities of *Ruta chalepensis* L. leaves from High Atlas Mountains (Morocco). **Natural Product Research**, v. 28, n. 21, p. 1910-1914, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1080/14786419.2014.945085>.
- BRAGA SOBRINHO, R.; MESQUITA, A. L. M.; ARAÚJO, K. L. B. de; MOTA, I. DO S. C. de S.; PIMENTEL, F. A.; GUIMARÃES, J. A. N.; DIAS, N. da S. **Avaliação de fitotoxicidade de óleos essenciais de plantas ao meloeiro**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012. 12 p. (Embrapa Agroindústria Tropical. Boletim de pesquisa e desenvolvimento, 71). Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/951827>. Acesso em: 15 out. 2021.
- BUTLER JUNIOR, G. D.; COUDRIET, D. L.; HENNEBERRY, T. J. Toxicity and repellency of soybean and cottonseed oils to the sweetpotato whitefly and the aphid on cotton in greenhouse studies. **Southwestern Entomologist**, v. 13, n. 2, p. 81-86, 1988.
- BUTLER JUNIOR, G. D.; HENNEBERRY, T. J.; STANSLY, P. A.; SCHUSTER, D. J. Insecticidal effects of selected soaps, oils and detergents on the sweetpotato whitefly: (Homoptera: Aleyrodidae). **The Florida Entomologist**, v. 76, n. 1, p. 161-168, Mar. 1993. DOI: <https://doi.org/10.2307/3496023>.
- CAMPANHOLA, C. **Resistência de insetos a inseticidas**: importância, características e manejo. Jaguariúna, SP: EMBRAPA-CNPDA, 1990. 45 p. (EMBRAPA-CNPDA. Documentos, 11).
- CASTRO, R. S.; PENA, M. R.; SILVA, N. M.; VENDRAMIM, J. D.; COSTA, I. B. Atividade ovicida de extratos aquosos de folhas de *Piper aduncum* L. sobre a mosca-negra-dos-citros, *Aleurocanthus woglumi* Ashby (Aleyrodidae) em condições de laboratório. In: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA PARA O PROGRESSO DA CIÊNCIA, 61., 2009, Manaus. **Amazônia: ciência e cultura**: anais. Manaus: UFAM: SBPC, 2009.
- CHAN, W. K.; TAN, L. T. H.; CHAN, K. G.; LEE, L. H.; GOH, B. H. Nerolidol: a sesquiterpene alcohol with multi-faceted pharmacological and biological activities. **Molecules**, v. 21, n. 5, p. 529, Apr. 2016. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules21050529>.
- COWLES, R. S.; COWLES, E. A.; MCDERMOTT, A. M.; RAMOUTA, D. "Inert" formulation ingredients with activity of trisiloxane surfactant solutions to twospotted spider mites (Acari:

Tetranychidae). **Journal of Economical Entomology**, v. 93, n. 2, p. 180-188, 2000.

DOI: <https://doi.org/10.1603/0022-0493-93.2.180>.

DE-OLIVEIRA, A. C.; RIBEIRO-PINTO, L. F.; PAUMGARTTEN, F. J. In vitro inhibition of CYP2B1 monooxygenase by β -myrcene and other monoterpenoid compounds. **Toxicology Letters**, v. 92, n. 1, p. 39-46, June 1997. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0378-4274\(97\)00034-9](https://doi.org/10.1016/s0378-4274(97)00034-9).

DHIMA, K.; VASILAKOGLU, I.; GARANE, V.; RITZOULIS, C.; LIANOPOULOU, V.; PANOU-PHILOTHEOU, E. Competitiveness and essential oil phytotoxicity of seven annual aromatic plants. **Weed Science**, v. 58, n. 4, p. 457-465, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1614/WS-D-10-00031.1>.

DUDAI, N.; POLJAKOFF-MAYBER, A.; MAYER, A. M.; PUTIEVSKY, E.; LERNER, H. Essential oils as allelochemicals and their potential use as bioherbicides. **Journal of Chemical Ecology**, v. 25, n. 5, p. 1079-1089, 1999. DOI: <https://doi.org/10.1023/A:1020881825669>.

ELAKOVICH, S. D. Terpenoids as models for new agrochemicals. In: CUTLER, H. G. (ed.). **Biologically active natural products**. Washinmgton, DC: American Chemical Society, 1988. Chapter 16, p. 250-261. (ACS Symposium Series, v. 380). DOI: 10.1021/bk-1988-0380.ch016.

ENS, E. J.; BREMNER, J. B.; FRENCH, K.; KORTH, J. Identification of volatile compounds released by roots of an invasive plant, bitou bush (*Chrysanthemoides monilifera* spp., *rotundata*), and their inhibition of native seedling growth. **Biological Invasions**, v. 11, n. 2, p. 275-287, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10530-008-9232-3>.

ESTRELA, J. L. V.; FAZOLIN, M.; CATANI, V.; ALERCIO, M. R.; de LIMA, M. S. Toxicidade de óleos essenciais de *Piper aduncum* e *Piper hispidinervum* em *Sitophilus zeamais*. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 41, n. 2, p. 217-222, fev. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0100-204X2006000200005>.

FARM CHEMICALS. **Farmchemicals international**. 2013. Disponível em: <http://www.farmchemicalsintemational.com/article/print/34161/6/II/2013>. Acesso em: 1 fev. 2019.

FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L. V.; CATANI, V.; ALECIO, M. R.; LIMA, M. S. Propriedade inseticida dos óleos essenciais de *Piper hispidinervum* C.DC., *Piper aduncum* L. e *Tanaecium nocturnum* (Barb. Rodr.) Bur.& K. Shum sobre *Tenebrio molitor* L., 1758. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 31, n. 1, p. 113-120, fev. 2007. Disponível em: <http://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/handle/doc/506311>. Acesso em: 15 out. 2021.

FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L. V.; CATANI, V.; COSTA, C. R. da. **Potencialidade da pimenta-de-macaco (*Piper aduncum* L.):** características gerais e resultados de pesquisa. Rio Branco, AC: Embrapa Acre, 2006. 53 p. (Embrapa Acre. Documentos, 103). Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/505568>. Acesso em: 15 out. 2021.

FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L.; CATANI, V.; LIMA, M. S. D.; ALÉCIO, M. R. Toxicity of *Piper aduncum* oil to adults of *Cerotoma tingomarianus* Bechyné (Coleoptera: Chrysomelidae). **Neotropical Entomology**, v. 34, n. 3, p. 485-489, May/June 2005. Disponível em: <http://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/handle/doc/506191>. Acesso em: 15 out. 2021.

FAZOLIN, M.; MONTEIRO, A. F. M.; MALVAZI, F. W.; ESTRELA, J. L. V. Óleos essenciais como sinergistas de formulações inseticidas. In: RIBEIRO, L. do P.; VENDRAMIM, J. D.; BALDIN, E. L. P. (ed.). **Inseticidas botânicos no Brasil:** aplicações, potencialidades e perspectivas. Piracicaba: FEALQ, 2021. p. 163-233.

FAZOLIN, M.; MONTEIRO, A. F. M.; BIZZO, H. R.; GAMA, P. E.; VIANA, L. de O.; LIMA, M. E. C. de. The insecticidal activity of *Piper aduncum* oil: variation in the content of dillapiole, chemical and toxicological stability during storage. **Acta Amazonica**, 2022. No prelo.

FENIGSTEIN, A.; ELIYAHU, M.; GAN-MOR, S.; VEIEROV, D. Effects of five vegetable oils on the sweetpotato whitefly, *Bemisia tabaci*. **Phytoparasitica**, v. 29, n. 3, p. 197-206, 2001. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02983451>.

FISCHER, N. H. Plant terpenoids as allelopathic agentes. In: HARBONE, J. B.; TOMES, B. F. A. (ed.). **Ecological chemistry and biochemistry of plant terpenoids**. Oxford, UK: Claredon Press, 1991. p. 377-399.

FISCHER, N. H.; WILLIAMSON, G. B.; WEIDENHAMER, J. D.; RICHARDSON, D. R. In search of allelopathy in the Florida scrub: the role of terpenoids. **Journal of Chemical Ecology**, v. 20, n. 6, p. 1355-1380, June 1994. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02059812>.

FRANZOL, A.; REZENDE, M. C. Estabilidade de emulsões: um estudo de caso envolvendo emulsionantes aniônico, catiônico e não-iônico. **Polímeros**, v. 25, n. special, p. 1-9, dez. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1590/0104-1428.1669>.

GANT, R. E.; CLEBSCH, E. C. The allelopathic influences of *Sassafras albidum* in old-field succession in Tennessee. **Ecology**, v. 56, n. 3, p. 604-615, May 1975. DOI: <https://doi.org/10.2307/1935494>.

GASSON, P. Fink, S. 1999. Pathological and regenerative plant anatomy. Berlin, Stuttgart: GebruÈder Borntraeger. (Encyclopedia of plant anatomy, Band XIV/6). **Annals of Botany**, v. 86, n. 3, p. 707-708, 2000. Book reviews.

GRICHI, A.; NASR, Z.; KHOUJA, M. L. Phytotoxic effects of essential oil from *Eucalyptus lehmannii* against weeds and its possible use as a bioherbicide. **Bulletin of Environment, Pharmacology and Life Sciences**, v. 5, p. 17-23, 2016.

GROSSO, C.; COELHO, J. A.; URIETA, J. S.; PALAVRA, A. M.; BARROSO, J. G. Herbicidal activity of volatiles from coriander, winter savory, cotton lavender, and thyme isolated by hydrodistillation and supercritical fluid extraction. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 20, p. 11007-11013, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf102378d>.

HILL, R. M. **Contribution from David Stock of Syngenta, Jealott's Hill, UK and Executive Committee Member of the ISAA**: Agrow 2006. London: Informa UK, 2006. p. 114-115.

HILL, D. S. **Agricultural insect pests of the tropics and their control**. New York: Cambridge University Press, 1983. 746 p.

IBRAHIM, M. A. **Feeding of leaf beetle (*Galerucella sagittariae*) on Strawberry leaflets sprayed with plant volatiles**. 2000. 46 f. Thesis (Master of Ecology and Environmental Science) – Department of Ecology and Environmental Science, University of Kuopio, Finland.

IN-SOOK, R.; CHA-HO, J. Acaricidal effects of herb essential oils against *Dermatophagoides farinae* and *D. pteronyssinus* (Acari: Pyroglyphidae) and qualitative analysis of a herb *Mentha pulegium* (pennyroyal). **The Korean journal of parasitology**, v. 44, n. 2, p. 133-138, June 2006. DOI: <https://doi.org/10.3347/kjp.2006.44.2.133>.

IPEK, E.; ZEYTINGOGLU, H.; OKAY, S.; TUYLU, B. A.; KURKCUOGLU, M.; BASER, K. H. C. Genotoxicity and antigenotoxicity of *Origanum* oil and carvacrol evaluated by Ames *Salmonella* microsomal test. **Food Chemistry**, v. 93, n. 3, p. 551-556, Dec. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.12.034>.

ISAAC, V. L. B.; CEFALI L. C.; CHIARI, B. G.; OLIVEIRA, C. C. L. G.; SALGADO H. R. N.; CORRÊA, M. A. Protocolo para ensaios físico-químicos de estabilidade de fitocosméticos. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 29, n. 1, p. 81-96, 2008. Disponível em: <http://rcfba.fcfar.unesp.br/index.php/ojs/article/view/497>. Acesso em: 15 out. 2021.

KISSMANN, K. G. Adjuvantes para caldas de produtos agrotóxicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DAS PLANTAS DANINHAS, 21. 1997, Caxambu. **Palestras e mesas redondas...** Viçosa: Sociedade Brasileira da Ciência das Plantas Daninhas, 1997. p. 61-77.

KNOCHE, M. Organosilicone surfactant performance in agricultural spray application: a review. **Weed Research**, v. 34, n. 3, p. 221-239, June 1994. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-3180.1994.tb01990.x>.

KOBAISY, M.; TELLEZ, M. R.; DAYAN, F. E.; DUKE, S. O. Phytotoxicity and volatile constituents from leaves of *Callicarpa japonica* Thunb. **Phytochemistry**, v. 61, n. 1, p. 37-40, Sept. 2002. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0031-9422\(02\)00207-8](https://doi.org/10.1016/s0031-9422(02)00207-8).

KOHLI, R. K.; SINGH, D. Allelopathic impact of volatile components from Eucalyptus on crop plants. **Biologia Plantarum**, v. 33, n. 6, 475, Nov. 1991. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02897723>.

KORDALI, S.; CAKIR, A.; SUTAY, S. Inhibitory effects of monoterpenes on seed germination and seedling growth. **Zeitschrift für Naturforschung C**, v. 62, n. 3-4, p. 207-214, Mar./Apr. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1515/znc-2007-3-409>.

KOTAN, R.; KORDALI, S.; CAKIR, A.; KESDEK, M.; KAYA, Y.; KILIC, H. Antimicrobial and insecticidal activities of essential oil isolated from Turkish *Salvia hydrangea* DC. ex Benth. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 36, n. 5-6, p. 360-368, May/June 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.bse.2007.12.003>.

LACHMAN, L.; LIEBERMAN, H. A.; KANIG, J. L. **Teoria e prática na indústria farmacêutica**. 2. ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2001. 512 p.

LANDI, M.; MISRA, B. B.; MUTO, A.; BRUNO, L.; ARANITI, F. Phytotoxicity, morphological, and metabolic effects of the sesquiterpenoid nerolidol on *Arabidopsis thaliana* seedling roots. **Plants**, v. 9, n. 10, 1347, 2020. DOI: <https://doi.org/10.3390/plants9101347>.

LAZAZZARA, V.; BUESCHL, C.; PARICH, A.; PERTOT, I.; SCHUHMACHER, R.; PERAZZOLLI, M. Downy mildew symptoms on grapevines can be reduced by volatile organic compounds of resistant genotypes. **Scientific Reports**, v. 8, n. 1, article 1618, Jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-018-19776-2>.

LEE, S. E.; LEE, B. H.; CHOI, W. S.; PARK, B. S.; KIM, J. G.; CAMPBELL, B. C. Fumigant toxicity of volatile natural products from Korean spices and medicinal plants towards the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L.). **Pest Management Science**, v. 57, n. 6, p. 548-553, June 2001. DOI: <https://doi.org/10.1002/ps.322>.

MACÍAS, F. A.; CHINCHILLA, N.; VARELA, R. M.; MOLINILLO, J. M. Bioactive steroids from *Oryza sativa* L. **Steroids**, v. 71, n. 7, p. 603-608, July 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.steroids.2006.03.001>.

MAIA, J. G. S.; ZOHBI, M. D. G. B.; ANDRADE, E. H. A.; SANTOS, A. S.; SILVA, M. H. L.; LUZ, A. I. R.; BASTOS, C. N. Constituents of the essential oil of *Piper aduncum* L. growing wild in the Amazon region. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 13, n. 4, p. 269-272, July/Aug. 1998. DOI: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-1026\(199807\)13:4%3C269::AID-FFJ744%3E3.0.CO;2-A](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-1026(199807)13:4%3C269::AID-FFJ744%3E3.0.CO;2-A).

MANCINI, E.; ARNOLD, N. A.; DE FEO, V.; FORMISANO, C.; RIGANO, D.; PIOZZI, F.; SENATORE, F. Phytotoxic effects of essential oils of *Nepeta curviflora* Boiss. and *Nepeta nuda* L. subsp. *albiflora* growing wild in Lebanon. **Journal of Plant Interactions**, v. 4, n. 4, p. 253-259, 2009a. DOI: <https://doi.org/10.1080/17429140903225507>.

MANCINI, E.; ARNOLD, N. A.; DE MARTINO, L.; DE FEO, V.; FORMISANO, C.; RIGANO, D.; SENATORE, F. Chemical composition and phytotoxic effects of essential oils of *salvia hierosolymitana* Boiss. and *salvia multicaulis* Vahl. var. *simplicifolia* Boiss. growing wild in Lebanon. **Molecules**, v. 14, n. 11, p. 4725-4736, Nov. 2009b. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules14114725>.

MARQUES, M. de A. M. **Óleos vegetais e óleo mineral na mortalidade da *Bemisia tabaci* Biótipo B e na transmissão do vírus do mosaico dourado no feijoeiro**. 2011. 99 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Federal de Goiás, Goiânia, GO.

MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologias de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo, SP: Varela, 1998. 150 p.

MULLER, W. H.; MULLER, C. H. Volatile growth inhibitors produced by *Salvia* species. **Bulletin of the Torrey Botanical Club**, p. 327-330, July/Aug. 1964. Disponível em: <https://www.jstor.org/stable/2483297?seq=1>. Acesso em: 20 nov. 2021.

NISHIDA, N.; TAMOTSU, S.; NAGATA, N.; SAITO, C.; SAKAI, A. Allelopathic effects of volatile monoterpenoids produced by *salvia leucophylla*: inhibition of cell proliferation and DNA synthesis in the root apical meristem of *Brassica campestris* seedlings. **Journal of Chemical Ecology**, v. 31, n. 5, p. 1187-1203, May 2005. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10886-005-4256-y>.

NOLLET, L. M.; RATHORE, H. S. Essential oil mixtures for pest control. In: RATHORE, H. S.; NOLLET, L. M. (ed.). **Green pesticides handbook: essential oils for pest control**. CRC Press, 2017. p. 509-521.

OLIVEIRA, J. N.; BLEICHER, E. Seleção de emulsificantes para óleo de algodão. **Revista Ciência Agronômica**, v. 37, n. 2, p. 171-176, 2006. Disponível em: <http://ccarevista.ufc.br/seer/index.php/ccarevista/article/view/196>. Acesso em: 20 nov. 2021.

OOTANI, M. A.; DE SOUZA AGUIAR, R. W.; DE MELLO, A. V.; DIDONET, J.; PORTELLA, A. C. F.; DO NASCIMENTO, I. R. Toxicidade de óleos essenciais de eucalipto e citronela sobre *Sitophilus zeamais* Motschulsky (Coleoptera: Curculionidae). **Bioscience Journal**, v. 27, n. 4, July/Aug. 2011. Disponível em: <https://seer.ufu.br/index.php/biosciencejournal/article/view/11264>. Acesso em: 20 nov. 2021.

PAIVA, N. L. An introduction to the biosynthesis of chemicals used in plant-microbe communication. **Journal of Plant Growth Regulation**, v. 19, n. 2, p. 131-143, June 2000. DOI: <https://doi.org/10.1007/s003440000016>.

PAULA NETO, F. L. **Avaliação do emprego de óleos vegetais no controle de mosca-branca, *Bemisia tabaci* biótipo B Gennadius (Hemiptera: Aleyrodidae), no meloeiro.** 2003. 74 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

PEÑUELAS, J.; RIBAS-CARBO, M.; GILES, L. Effects of allelochemicals on plant respiration and oxygen isotope fractionation by the alternative oxidase. **Journal of Chemical Ecology**, v. 22, n. 4, p. 801-805, Apr. 1996. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02033587>.

PERINI, V. B. de M.; CASTRO, H. G. de; SANTOS, G. R. dos; CHAGAS JÚNIOR, A. F.; CARDOSO, D. P.; AGUIAR, R. W. de S.; SOARES, A. de A. Effect of vegetal extract in the inhibition of mycelial growth of *Pyricularia grisea*. **Journal of Biotechnology**, v. 4, n. 1, p. 70-77, 2013. Disponível em: <http://revista.uft.edu.br/index.php/JBB/article/view/433/288>. Acesso em: 20 nov. 2021.

PURITCH, G. S. Sabonetes e adjuvantes pesticidas - o que são e como funcionam? In: ANNUAL LOWER MAINLAND HORTICULTURAL IMPROVEMENT ASSOCIATION GROWER'S SHORT COURSE, 23., 1981, Abbotsford, B.C. **Proceedings...** Victoria, BC: Pacific Forestry Centre, 1981. p. 275-279.

QIN, W.; HUANG, S.; LI, C.; CHEN, S.; PENG, Z. Biological activity of the essential oil from the leaves of *Piper sarmentosum* Roxb. (Piperaceae) and its chemical constituents on *Brontispa longissima* (Gestro) (Coleoptera: Hispididae). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 96, n. 3, p. 132-139, Mar. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2009.10.006>.

QIU, X.; YU, S.; WANG, Y.; FANG, B.; CAI, C.; LIU, S. Identification and allelopathic effects of 1, 8-cineole from *Eucalyptus urophylla* on lettuce. **Allelopathy Journal**, v. 26, n. 2, p. 255-264, Oct. 2010.

RAZAVI, S. M.; RAVANSALAR, A.; MIRINEJAD, S. The investigation on phytochemicals from *Ferulago angulata* (Schlecht) Boiss, indigenous to central parts of Iran. **Natural Product Research**, v. 29, n. 21, p. 2037-2040, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1080/14786419.2015.1017725>.

RE, L.; BAROCCI, S.; SONNINO, S.; MENCARELLI, A.; VIVANI, C.; PAOLUCCI, G.; MOSCA, E. Linalool modifies the nicotinic receptor-ion channel kinetics at the mouse neuromuscular junction. **Pharmacological Research**, v. 42, n. 2, p. 177-181, Aug. 2000. DOI: <https://doi.org/10.1006/phrs.2000.0671>.

RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ, C.; VENDRAMIM, J. D. Toxicidad de extractos acuosos de Meliaceae en *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). **Manejo Integrado de Plagas**, v. 42, p. 14-22, 1996.

ROMAGNI, J. G.; ALLEN, S. N.; DAYAN, F. E. Allelopathic effects of volatile cineoles on two weedy plant species. **Journal of Chemical Ecology**, v. 26, n. 1, p. 303-313, Jan. 2000. DOI: <https://doi.org/10.1023/A:1005414216848>.

RYCKAERT, B.; SPANOGHE, P.; HAESAERT, G.; HEREMANS, B.; ISEBAERT, S.; STEURBAUT, W. Quantitative determination of the influence of adjuvants on foliar fungicide residues. **Crop Protection**, v. 26, n. 10, p. 1589-1594, Oct. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2007.02.011>.

SÁ, C. P. de; PIMENTEL, F. A.; SANTOS, J. C. dos; NASCIMENTO, G. C. do; GOMES, F. C. da R. **Coefficientes técnicos e avaliação econômica do sistema de produção de pimenta longa no Acre.** Rio Branco, AC: Embrapa Acre, 2002. 4 p. (Embrapa Acre. Comunicado

técnico, 154). Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/503355>. Acesso em: 20 nov. 2021.

SAAD, M. M. G.; ABDELGALEIL, S. A. M. Allelopathic potential of essential oils isolated from aromatic plants on *Silybum marianum* L. **Global Advanced Research Journal of Agricultural Science**, v. 3, n. 9, p. 289-297, Sept. 2014. Disponível em: <http://garj.org/garjas/9/2014/3/9>. Acesso em: 20 nov. 2021.

SALAMCI, E.; KORDALI, S.; KOTAN, R.; CAKIR, A.; KAYA, Y. Chemical compositions, antimicrobial and herbicidal effects of essential oils isolated from Turkish *Tanacetum aucheranum* and *Tanacetum chiliophyllum* var. *chiliophyllum*. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 35, n. 9, p. 569-581, Sept. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.bse.2007.03.012>.

SANCTIS, D. S. Emulsões para uso externo. **Revista Racine**, n. 53, p. 53-62, 1999.

SAVELEV, S.; OKELLOAN, E.; PERRY, N. S. L.; WILKINS, R. M.; PERRY, E. K. Synergistic and antagonistic interactions of anticholinesterase terpenoids in *Salvia lavandulaefolia* essential oil. **Pharmacology Biochemistry and Behavior**, v. 75, n. 3, p. 661-668, June 2003. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0091-3057\(03\)00125-4](https://doi.org/10.1016/s0091-3057(03)00125-4).

SHAO, H.; HU, Y.; HAN, C.; WEI, C.; ZHOU, S.; ZHANG, C.; ZHANG, C. Chemical composition and phytotoxic activity of *Seriphidium terrae-albae* (Krasch.) Poljakov (Compositae) essential oil. **Chemistry & Biodiversity**, v. 15, n. 11, e1800348, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1002/cbdv.201800348>.

SILVA, E. R.; OVERBECK, G. E.; SOARES, G. L. G. Phytotoxicity of volatiles from fresh and dry leaves of two Asteraceae shrubs: evaluation of seasonal effects. **South African Journal of Botany**, v. 93, p. 14-18, July 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2014.03.006>.

SILVA, M. B.; MORANDI, M. A. B.; PAULA JÚNIOR, T. J.; VENZON, M.; FONSECA, M. C. M. Uso de princípios bioativos de plantas no controle de fitopatógenos e pragas. **Informe Agropecuário**, v. 31, n. 255, p. 70-77, 2010.

SILVA, W. C.; RIBEIRO, J. D.; SOUZA, H. D.; CORRÊA, R. D. S. Atividade inseticida de *Piper aduncum* L. (Piperaceae) sobre *Aetalion* sp. (Hemiptera: Aetalionidae), praga de importância econômica no Amazonas. **Acta Amazonica**, v. 37, p. 293-298, jun. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0044-59672007000200017>.

SINGH, H. P.; BATISH, D. R.; KAUR, S.; KOHLI, R. K.; ARORA, K. Phytotoxicity of the volatile monoterpene citronellal against some weeds. **Zeitschrift für Naturforschung C**, v. 61, n. 5-6, p. 334-340, May/June 2006a. DOI: <https://doi.org/10.1515/znc-2006-5-606>.

SINGH, H. P.; BATISH, D. R.; KAUR, S.; ARORA, K.; KOHLI, R. K. α -Pinene inhibits growth and induces oxidative stress in roots. **Annals of Botany**, v. 98, n. 6, p. 1261-1269, Dec. 2006b. DOI: <https://doi.org/10.1093/aob/mcl213>.

SINGH, H. P.; BATISH, D. R.; KAUR, S.; RAMEZANI, H.; KOHLI, R. K. Comparative phytotoxicity of four monoterpenes against *Cassia occidentalis*. **Annals of Applied Biology**, v. 141, n. 2, p. 111-116, Oct. 2002. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1744-7348.2002.tb00202.x>.

SINKO, P. J. **Martin**: físico-farmácia e ciências farmacêuticas. 5. ed. Porto Alegre: Artmed, 2008. 28 p.

SOUTO, R. N. P.; HARADA, A. Y.; MAIA, J. G. S. Estudos preliminares da atividade inseticida de óleos essenciais de espécies de Piper L. (Piperaceae) em operárias de *Solenopsis saevissima* F. Smith (Hymenoptera: Formicidae), em laboratório. **Biota Amazônia**, v. 1, n. 1, p. 42-48, 2011. Disponível em: <https://periodicos.unifap.br/index.php/biota/article/view/161>. Acesso em: 15 out. 2021.

SOUTO, X. C.; GONZALEZ, L.; REIGOSA, M. J. Allelopathy in forest environment in Galicia (NW Spain). **Allelopathy Journal**, v. 2, n. 1, p. 67-78, Jan. 1995. Disponível em: <https://www.allelopathyjournal.com/archives/?Year=1995&Vol=2&Issue=1&Month=1>. Acesso em: 15 out. 2021.

SPANOGHE, P.; SCHAMPHELEIRE, M. De; MEEREN, P. Van Der; STEURBAUT, W. Influence of agricultural adjuvants on droplet spectra. **Pest Management Science**, v. 63, n. 1, p. 4-16, Jan. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1002/ps.1321>.

SWAIN, T. Secondary compounds as protective agents. **Annual Review of Plant Physiology**, v. 28, n. 1, p. 479-501, June 1977. DOI: <https://doi.org/10.1146/annurev.pp.28.060177.002403>.

TABAN, A.; SAHARKHIZ, M. J.; HADIAN, J. Allelopathic potential of essential oils from four *Satureja* spp. **Biological Agriculture & Horticulture**, v. 29, n. 4, p. 244-257, Aug. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1080/01448765.2013.830275>.

TERROM, G. **Biocidal and/or biostatic compositions and their applications**. Depositante: Transbiotech. FR2697133B1. Depósito: 28 out. 1992. Concessão: 29 abr. 1994.

TOMAR, S. S.; MAHESHWARI, M. L.; MUKERJEE, S. K. Synthesis and synergistic activity of dillapiole based pyrethrum synergists. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 27, n. 3, p. 547-550, May 1979. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf60223a012>.

VENDRAMIM, J. D. Use of insecticide plants in pest control. In: CYCLE OF LECTURES ON ORGANIC AGRICULTURE, 2., 1997, São Paulo. **Lectures...** Campinas, SP: Fundação Cargill, 1997. p. 64-69.

VERMA, R. S.; JOSHI, N.; PADALIA, R. C.; SINGH, V. R.; GOSWAMI, P.; KUMAR, A.; IQBAL, H.; VERMA, R. K.; CHANDA, D.; CHAUHAN, A.; SAIKIA, D. Chemical composition and allelopathic, antibacterial, antifungal, and antiacetylcholinesterase activity of fish-mint (*Houttuynia cordata* Thunb.) from India. **Chemistry & Biodiversity**, v. 14, n. 10, e1700189, Oct. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1002/cbdv.201700189>.

VIGLIERCHIO, D. R.; WU, F. F. Selected biological inhibitors for *Heterodera schachtii* control. **Nematropica**, v. 19, n. 1, p. 75-79, June 1989. Disponível em: <https://journals.flvc.org/nematropica/article/view/63950>. Aceso em: 20 nov. 2021.

VOKOU, D.; DOUVLI, P.; BLIONIS, G. J.; HALLEY, J. M. Effects of monoterpenoids, acting alone or in pairs, on seed germination and subsequent seedling growth. **Journal of Chemical Ecology**, v. 29, n. 10, p. 2281-2301, Oct. 2003. DOI: <https://doi.org/10.1023/a:1026274430898>.

VOLPE, H. X. L.; FAZOLIN, M.; MAGNANI, R. F.; GARCIA, R. B.; BARBOSA, J. C.; MIRANDA, M. P. de. **Eficácia do óleo essencial de *Piper aduncum* L. (Piperaceae) para o controle de *Diaphorina citri* Kuwayama**. Rio Branco, AC: Embrapa Acre, 2018. 37 p. (Embrapa Acre. Boletim de pesquisa e desenvolvimento, 59). Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/1096556>. Acesso em: 20 nov. 2021.

VOLPE, H. X. L.; FAZOLIN, M.; GARCIA, R. B.; MAGNANI, R. F.; BARBOSA, J. C.; MIRANDA, M. P. Efficacy of essential oil of *Piper aduncum* against nymphs and adults of *Diaphorina citri*. **Pest Management Science**, v. 72, n. 6, p. 1242-1249, June 2016. DOI: <https://doi.org/10.1002/ps.4143>.

WALIWIWIYA, R.; BELTON, P.; NICHOLSON, R. A.; LOWENBERGER, C. A. Effects of the essential oil constituent thymol and other neuroactive chemicals on flight motor activity and wing beat frequency in the blow fly *Phaenicia sericata*. **Pest Management Science**, v. 66, n. 3, p. 277-289, Mar. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1002/ps.1871>.

YEOM, H. J.; KANG, J. S.; KIM, G. H.; PARK, I. K. Insecticidal and acetylcholine esterase inhibition activity of Apiaceae plant essential oils and their constituents against adults of German cockroach (*Blattella germanica*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 60, n. 29, p. 7194-7203, July 2012. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf302009w>.

ZABKIEWICZ, J. A. **Organo silicone surfactants progress in their use and our understanding over 20 years**. Rotorua: Scientific Consultants, 2013. p. 75-84.

ZANIN, S. M.; MIGUEL, M. D.; CHIMELLI, M.; DALMAZ, A. C. Parâmetros físicos no estudo da estabilidade das emulsões. **Revista Visão Acadêmica**, v. 2, n. 2, p. 47-58, 2001. DOI: <http://dx.doi.org/10.5380/acd.v2i2.486>.

ZANON, A. B. **Aspectos teóricos e práticos sobre avaliação da estabilidade de emulsões manipuladas em farmácia**. 2010. 52 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Farmácia) – Faculdade de Farmácia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

ZHOU, S.; WEI, C.; ZHANG, C.; HAN, C.; KUCHKAROVA, N.; SHAO, H. Chemical composition, phytotoxic, antimicrobial and insecticidal activity of the essential oils of *Dracocephalum integrifolium*. **Toxins**, v. 11, n. 10, 598, Sept. 2019. DOI: <https://doi.org/10.3390/toxins11100598>.

Embrapa

Acre

MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA, PECUÁRIA
E ABASTECIMENTO



PÁTRIA AMADA
BRASIL
GOVERNO FEDERAL

CGPE 017784