### SINÉRGICO ALTERNATIVO PARA O MANEJO DA RESISTÊNCIA DA LAGARTA-DO-CARTUCHO DO MILHO A PIRETRÓIDES

## MURILO FAZOLIN<sup>1\*</sup>, JOELMA LIMA VIDAL ESTRELA<sup>1</sup>, ANDRÉ FÁBIO MONTEIRO MEDEIROS<sup>1</sup>, LUIARA PAIVA GOMES<sup>2</sup>, IRIANA MARIA DA SILVA<sup>2</sup> e MARIA SAMYLLA DE FARIAS SILVA<sup>2</sup>.

<sup>1</sup>Embrapa Acre, Rio Branco, AC, Brasil - murilo.fazolin@embrapa.br, faz.olin@hotmail.com, andre.monteiro@embrapa.br

<sup>2</sup>União Educacional do Norte (UNINORTE), Rio Branco, AC, Brasil - luiara.gomes@hotmail.com, iriana.rbo@gmail.com, samylla farias@hotmail.com.

Revista Brasileira de Milho e Sorgo, v.14, n.3, p. 316-325, 2015

RESUMO - A importância da utilização de sinergistas está relacionada à minimização da quantidade de inseticida químico necessária para o controle de insetos, podendo contribuir com a diminuição da contaminação ambiental e com a preservação de insetos benéficos. O objetivo deste trabalho foi avaliar a sinergia e a homogeneidade de resposta de lagartas de *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith, 1797) a subdose do óleo essencial de *Piper aduncum* L. (OPA) em combinações com formulações de piretróides comparadas ao butóxido de piperonila (PBO). Foram obtidos fatores de sinergismo (FS) para comparação dos tratamentos entre si. Por contato residual, evidenciou-se significativa potencialização dos inseticidas formulados com lambda-Cialotrina (FS= 87,7), Deltametrina (FS= 1,7 -35,9) e beta-Ciflutrina (FS= 45,0 -58,0). Já por contato tópico, ocorreu significativa potencialização dos inseticidas lambda-Cialotrina (FS= 5,7 - 5,8), Deltametrina (FS= 6,0) e beta-Ciflutrina (FS= 5,3) quando em combinação com o óleo essencial. Com exceção de lambda-Cialotrina ½ e ¼ PA contato tópico e de beta-Ciflutrina ½ e ¼ OPA contato residual, as demais combinações sinérgicas apresentaram homogeneidade de resposta tanto por contato tópico como residual para pelo menos uma das combinações sinérgicas com o OPA. As combinações do OPA com os piretróides avaliados podem indicar ser este óleo essencial uma opção ao PBO.

Palavras-chave: sinérgico botânico, *Piper aduncum*, lambda-Cialotrina, Deltametrina, beta-Ciflutrina.

# SYNERGISTIC ALTERNATIVE FOR MANAGEMENT OF RESISTANCE OF THE FALL ARMYWORM TO PYRETHROIDS INSECTICIDES.

ABSTRACT - The use of synergists is very important because it minimizes the amount of chemical insecticide necessary for insect control. In addition, it can contribute to the reduction of environmental pollution and preservation of beneficial insects. The purpose of this paper was to evaluate the synergy and homogeneity of response of the *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith, 1797) larvae to the sub-doses of *Piper aduncum* L. essential oil (OPA) in combination with commercial pyrethroid insecticide compared with piperonyl butoxide (PBO). The SF (synergist factors) were compared. Residual contact indicated a significant synergistic potential of commercial insecticides lambda-Cyhalothrin (FS= 87.7), Deltamethrin (FS= 1.7 -35.9) and beta-Cyfluthrin (FS= 45.0 -58.0), when combined with essential oil. In the superficial exposure occurred significant synergistic potential of lambda-Cyhalothrin (FS= 5.7 –5.8), Deltamethrin (FS= 6.0) and beta-Cyfluthrin (FS= 5.3) insecticides, when combined with essential oil. Except for lambda-Cyhalothrin ½ and ¼ OPA for residual contact, the other synergistic combinations showed homogeneous response by residual contact and topical exposure. The combinations of *P. aduncum* essential oil with piretroides may indicate that this essential oil can be an option to PBO.

Keywords: botanical synergist, Piper aduncum, lambda-Cyhalothrin, deltamethrin, beta-Cyfluthrin.

A lagarta-do-cartucho, *Spodoptera frugiperda* (JE Smith) (Lepidoptera: Noctuidae), é uma praga chave para várias culturas, dentre elas o milho. Para o seu controle, são utilizadas diversas classes de inseticidas, trazendo como consequência o desenvolvimento da resistência do inseto a estes compostos (Yu et al., 2003).

No Brasil, os piretróides sintéticos são ainda muito utilizados para o controle desta praga e, dentre os registrados para a cultura do milho, vários produtos são formulados a base de lambda-Cialotrina, Deltametrina e beta-Ciflutrina, constatando-se resistência de lagartas de *S. frugiperda* a todos eles (APRD, 2015).

O uso de sinérgicos para suprimir os mecanismos de resistência pode ser considerado no manejo da resistência de *S. frugiperda* aos inseticidas (Cruz, 2002).

Dentre as táticas de manejo da resistência de insetos, Guedes & Oliveira (2002) citam a combinação de dois inseticidas ou de um inseticida com um sinérgico, sendo este último definido como um composto que, em doses subletais, eleva a letalidade do inseticida.

A ação do sinergista minimiza a quantidade de inseticida químico necessária para o controle de insetos, pois age como um substrato alternativo, poupando o inseticida da detoxificação, ou reage com outro sítio no sistema enzimático, prevenindo a detoxificação do inseticida (Casida, 1970).

O butóxido de piperonila (PBO) é o sinérgico de maior utilização industrial (Rocha & Ming, 1999) obtido por síntese a partir do safrol. Este sinérgico é utilizado em formulações comerciais à base de piretrinas, cipermetrina, Deltametrina e fenvarelato (Farnham, 1998). O PBO atua na inibição de oxidases e esterases de lagartas de *S. frugiperda*, aumentando a letalidade de piretróides (Usmani & Knowles, 2001).

Lignanas extraídas de plantas da família Piperaceae, que possuem o grupo metilenodioxifenil, apresentam potencial sinérgico para os inseticidas convencionais, inibindo o mesmo grupo enzimático que o PBO (Bernard et al., 1995).

O óleo rico em dilapiol, obtido de plantas de *Piper aduncum* L. (Piperaceae) (Fazolin et al., 2006), é uma opção à produção de lignanas sinérgicas. Esta espécie, com altos teores deste princípio ativo (Maia et al., 1998), é abundante na Amazônia Ocidental e apresenta viabilidade de produção em escala comercial.

A espécie *P. aduncum* ocorre em praticamente todo o território brasileiro. Porém, os quimiotipos bioprospectados na Amazônia Ocidental são os que apresentam teores de dilapiol mais elevados (Maia et al., 1998).

A maioria das espécies de plantas produtoras de dilapiol podem apresentar restrições para serem produzidas em escala comercial (Tomar et al., 1979). Walia et al. (2004) apontaram o dilapiol como o produto com maior possibilidade de suceder o PBO.

O estudo teve por objetivo comparar a sinergia e a homogeneidade de resposta do óleo essencial de *P. aduncum* (OPA), sem qualquer processo de purificação, com o butóxido de piperonila em combinações com formulações inseticidas comerciais à base de lambda-Cialotrina, Deltametrina e beta- Ciflutrina.

#### Material e Métodos

Plantas adultas de *P. aduncum* foram coletadas no Banco Ativo de Germoplasma da Embrapa Acre (10,0226°S, 67,7088°W) em fevereiro de 2013. Após o corte das plantas a 0,4 m do solo, folhas foram submetidas à secagem em estufa até 30% de umidade. O óleo essencial foi obtido em um extrator por arraste

de vapor utilizando sistema de caldeira aquecida a diesel.

A análise cromatográfica do óleo foi efetuada em cromatógrafo a gás (CG) HP5890, equipado com coluna de sílica fundida Agilent HP5 (30 m x 0,32 mm d.i. x 0,25 μm de espessura do filme), tendo hélio como gás de arraste a 1 mL min<sup>-1</sup>. Além disso, foi acoplada à CG a espectrometria de massa (CG-EM). Os constituintes voláteis foram identificados por comparação dos espectros de massas e índices de retenção contidos na base de dados. A composição do óleo apresentou como componente majoritário dilapiol (71,9%).

As formulações dos inseticidas a base de lambda-Cialotrina (50g/L CS), Deltametrina (25 g/L EC) e beta-Ciflutrina (50g/L CE) foram adquiridas em casas de comercialização de agrotóxicos. O butóxido de piperonila utilizado foi de grau técnico de 90% da Sigma Aldrich®.

Os experimentos foram desenvolvidos no Laboratório de Entomologia da Embrapa Acre e em todos eles foram utilizadas lagartas de 3° instar de *S. frugiperda*. Os indivíduos foram confinados em placas de Petri (5,0 cm por 1,5 cm) e mantidos em câmaras climatizadas tipo B.O.D. à temperatura de 25 ± 2 °C, umidade relativa de 70 ± 5% e fotofase de 12h.

Inicialmente, foram determinadas as doses e as concentrações letais ( $DL_{50}$  e  $CL_{50}$ ) para lagartas de S. frugiperda submetidas ao tratamento com o OPA, assim como para cada inseticida comercial considerado de forma isolada.

Posteriormente, para avaliação do efeito sinérgico, foram realizadas combinações das doses e das concentrações subletais do óleo essencial (metade e um quarto da  $\mathrm{DL}_{50}$  ou  $\mathrm{CL}_{50}$ , respectivamente) com as doses e as concentrações subletais dos inseticidas comerciais (abaixo das  $\mathrm{DL}_{40}$  ou  $\mathrm{CL}_{40}$ , respectivamente).

Todos os ensaios foram instalados no delineamento inteiramente casualizado, com quatro repetições de cada concentração ou combinação avaliada. Foram utilizadas dez lagartas individualizadas em placas de Petri como repetição de cada tratamento, perfazendo um total de 40 indivíduos para cada um. As diferentes concentrações do óleo essencial, dos inseticidas e das combinações sinérgicas foram obtidas a partir de soluções-estoque submetidas às diluições em acetona (Corzo et al., 2012).

Foram obtidas faixas de resposta que corresponderam aos intervalos de concentrações e doses que ocasionaram mortalidades de lagartas de *S. frugiperda* próximas a zero e a 100%. Desta faixa de concentrações e doses, foram obtidas faixas mais estreitas de resposta, seguindo-se a metodologia descrita por Finney (1971). Foram estabelecidas sete concentrações / doses para as avaliações toxicológicas definitivas e um controle (solvente).

Os valores de mortalidade dos tratamentos foram corrigidos pela mortalidade do controle. Foram determinadas as curvas de concentração-mortalidade pela análise de Probit utilizando-se o programa de análises estatísticas SAS (SAS Institute, 2001) obtendo-se as concentrações e as doses com probabilidade de causar 50% de mortalidade das lagartas ( $\mathrm{CL}_{50}$  e  $\mathrm{DL}_{50}$ , respectivamente) do OPA, dos inseticidas e das combinações sinérgicas avaliadas.

Por contato tópico, aplicou-se, na face dorsal no pronoto das lagartas de *S. frugiperda*, 1,0μL dos tratamentos a serem avaliados com auxílio de uma microsseringa graduada (Al-Sarar et al., 2006). Para avaliações por contato residual, utilizaram-se papéis filtro de 5 cm de diâmetro impregnados com 0,2 mL dos tratamentos. Após a secagem, em capela de exaustão, os papéis filtro foram colocados nas placas de Petri, recebendo cada placa uma lagarta de *S. frugiper*-

da. Nas duas avaliações de toxicidade por contato, os insetos não receberam alimentação, ficando expostos aos tratamentos por 24 horas. Findo este período, foi avaliada a mortalidade de todos os indivíduos.

A toxicidade do óleo essencial de *Piper aduncum* L. (OPA) para as lagartas de *S. frugiperda* avaliada por contato residual e por contato tópico foi expressa pela  $DL_{50}$  de 1,1x  $10^{-4}\mu L$  mg do óleo essencial inseto<sup>-1</sup> e pela  $CL_{50}$  de 1,2 x  $10^{-2}$   $\mu L$  do óleo essencial cm<sup>-2</sup>.

Esses valores de letalidade definiram os valores adotados como subdose para as combinações sinérgicas com os inseticidas e obedeceram às seguintes proporções: metade e um quarto da  $\rm CL_{50}$  do óleo essencial, correspondente a 6 x10<sup>-3</sup> (½  $\rm CL_{50}$  OPA) e 3 x10<sup>-3</sup>  $\rm \mu L$  mg inseto<sup>-1</sup> (¼  $\rm CL_{50}$  OPA), respectivamente, que foram utilizados em avaliações de contato residual e 5,5x10<sup>-5</sup> (½  $\rm DL_{50}$  OPA) e 2,8 x 10<sup>-5</sup>  $\rm \mu L$  cm<sup>-2</sup> (¼  $\rm DL_{50}$  OPA), correspondente a metade e um quarto da  $\rm DL_{50}$ , respectivamente, que foram utilizados nas avaliações por contato tópico.

Para as avaliações das combinações das subdoses e das subconcentrações letais do OPA com os inseticidas, utilizou-se o mesmo procedimento adotado anteriormente, obtendo-se assim as novas concentrações e as doses das combinações sinérgicas, com probabilidade de causar 50% de mortalidade das lagartas  $(CL_{50} \, e\, DL_{50}, \, respectivamente)$ .

As mesmas subconcentrações e subdoses dos inseticidas utilizadas nas combinações com o óleo foram combinadas com o PBO na proporção de 10:1 (PBO: Inseticida) (Stwart, 1998) para comparação do efeito sinérgico da OPA.

O cálculo do Fator de Sinergismo (FS) foi baseado em Guedes et al. (1995), (FS =  $\mathrm{DL}_{50}$  ou  $\mathrm{CL}_{50}$  do inseticida /  $\mathrm{DL}_{50}$  ou  $\mathrm{CL}_{50}$  Inseticida + OPA ou PBO). Foi considerado significativo o efeito sinérgico do

OPA quando os valores do FS e seus respectivos IC (intervalo de confiança), calculados para cada combinação de um determinado inseticida, eram maiores ou iguais aos valores do FS e do IC obtidos para a combinação do mesmo inseticida com o PBO.

O valor do coeficiente angular das curvas de concentração-mortalidade foi utilizado no estabelecimento do aumento de toxicidade relativa promovida pela OPA e pelo PBO. Maiores coeficientes angulares indicam menor variação fenotípica na resposta da população do inseto a esses compostos (Chilcutt & Tabashnik ,1995).

#### Resultados e Discussão

Por contato tópico, todos os inseticidas em combinações com o OPA apresentaram toxicidade às lagartas de *S. frugiperda* (Tabela 1). Os valores do fator de sinergismo (FS), proporcionados pelo OPA, foram significativos quando combinados nas doses equivalentes a  $\frac{1}{2}$  e a  $\frac{1}{4}$  de sua DL<sub>50</sub> com o inseticida lambda-Cialotrina (FS = 5,8 e 5,7, respectivamente). A mesma significância foi obtida quando  $\frac{1}{2}$  da DL<sub>50</sub> do óleo foi combinada com o inseticida beta-Ciflutrina (FS = 5,3) e  $\frac{1}{4}$  da DL<sub>50</sub> do OPA foi combinada com o inseticida Deltametrina (FS = 6,0) (Tabela 1).

Os valores da FS das combinações do OPA com os piretróides avaliados foram superiores aos obtidos por Makundi (1986) combinando Ciflutrina com PBO (FS=1,87) utilizando como inseto alvo *Pericoptus truncatus* (Fabr., 1775) (Coleoptera: Dynastinae), assim como dentro do intervalo do FS obtido por Espinosa et al. (2005) (FS= 0,3 – 12,5) quando combinaram Deltametrina com PBO para o controle de *Frankliniella occidentalis* (Pergande) (Thysanoptera, Thripidae). Tais resultados demonstram o potencial sinérgico do OPA para esta via de contaminação

TABELA 1. Toxicidade das combinações de inseticidas piretróides sintéticos com o óleo essencial de Piper aduncum L. para lagartas de Spodoptera frugiperda (J.E. Smith, 1797) por contato tópico (n = 210 a 290).

· 1)	· ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' '					
Owinite and some of the second	DL <sub>s0</sub> (IC 95%)	D'D	2,5	CI	Drob	Coeficiente
Comonações insericidas	(μL mg inseto <sup>-1</sup> )	2	<u>.</u>	3	F100.	Angular <sup>±</sup> EPM
OPA	$1.1 \times 10^{-4} (6.3 \times 10^{-5} - 1.6 \times 10^{-4})$	ı	33,90	26	0,14	$0.33 \pm 0.04$
lambda-Cialotrina	$3.8 \times 10^{-7} (2.9 \times 10^{-7} - 5.0 \times 10^{-7})$	ı	19,78	18	0,35	$0,60 \pm 0,04$
lambda-Cialotrina +1/20PA	$6.5 \times 10^{-8} (5.3 \times 10^{-8} - 8.4 \times 10^{-8})$	5,8(5,5-6,0)*	16,03	22	0,81	$0,45 \pm 0,04$
lambda-Cialotrina +1/40PA	$6.7 \times 10^{-8} (4.5 \times 10^{-8} - 1.1 \times 10^{-7})$	5,7 (4,7 - 6,4) *	23,00	18	0,08	$0,44 \pm 0,06$
lambda-Cialotrina +BPO	$3.7 \times 10^{-7} (1.9 \times 10^{-7} - 7.0 \times 10^{-7})$	1,0 (0,7-1,5)	26,84	18	0,05	$0,29 \pm 0,05$
Deltametrina	$2.0 \times 10^{-6} (1.7 \times 10^{-6} - 2.4 \times 10^{-6})$	ı	24,23	22	0,34	$0,66 \pm 0,05$
Deltametrina + 1/20PA	$4.6 \times 10^{-7} (3.8 \times 10^{-7} - 5.5 \times 10^{-7})$	4,4 (4,3 – 4,4)	26,85	22	0,22	$0,71 \pm 0,06$
Deltametrina + 1/40PA	$3.3 \times 10^{-7} (2.7 \times 10^{-7} - 4.1 \times 10^{-7})$	6,0 (5,8-6,3)*	32,10	22	80,0	$0,72 \pm 0,07$
Deltametrina + BPO	$3,4 \times 10^{-7} (2,6 \times 10^{-7} - 4,4 \times 10^{-7})$	5,9 (5,4-6,4)	25,13	18	0,12	$0,55 \pm 0,06$
beta-Ciffutrina	$5.5 \times 10^{-6} (3.4 \times 10^{-6} - 1.0 \times 10^{-5})$	ı	37,44	18	0,05	$0,62 \pm 0,07$
beta-Ciflutrina + 1/20PA	$1.0 \times 10^{-6} (8.3 \times 10^{-7} - 1.4 \times 10^{-6})$	5,3(4,1-7,5)	18,00	18	0,46	$0,62 \pm 0,05$
beta-Ciflutrina + 1/40PA	$2.8 \times 10^{-6} (1.8 \times 10^{-6} - 5.5 \times 10^{-6})$	2,0 (1,8-2,0)	7,25	18	66,0	$0,74 \pm 0,08$
beta-Ciflutrina + BPO	$6.8 \times 10^{-7} (5.7 \times 10^{-7} - 8.0 \times 10^{-7})$	8,1 (6,0 – 12,8)	14,04	18	0,73	$0,74 \pm 0,08$

n = número total de insetos submetidos ao ensaio, OPA = óleo essencial de P. aduncum; 1/2 e 1/4 OPA = metade e um quarto da dose letal do óleo de P. aduncum; PBO = Butóxido de piperonila; DL<sub>50</sub> = Doses Letais que causam 50% de mortalidade dos insetos; IC 95% = Intervalo de Confiança a 95% de probabilidade; FS (DL<sub>50</sub>) = Fatores = Graus de de Sinergismo calculados em função das Doses Letais; (\*) Indica diferença significativa em relação ao FS da combinação com BPO;  $\chi^2$  = Qui-quadrado; GL liberdade, Prob. = probabilidade e EPM = Erro padrão da média. e grupo de inseticidas, independente da subdose utilizada.

Para o beta-Ciflutrina, a significância do valor de FS em relação ao PBO (FS = 8,1) foi obtida dentro dos limites do intervalo de confiança cuja variação foi de 6,0 a 12,8.

Não houve diferença significativa, por contato tópico, para os FSs das combinações sinérgicas da lambda-cialotrina com a  $\frac{1}{4}$  da  $DL_{50}$  do OPA, demonstrando uma ineficácia sinérgica devida a esta via de contaminação, uma vez que pela via de contato residual o FS foi significativo para o inseticida considerado, independentemente da proporção do OPA utilizada (Tabela 2).

O butóxido de piperonila em combinação com piretróides sintéticos avaliados apresentou, com exceção da beta-Ciflutrina, valores relativamente baixos de FS, variando de 1,0 a 5,9. O PBO atua na inibição de oxidases e esterases de lagartas de *S. frugiperda*, diminuindo a capacidade de detoxificação e aumentando, por conseguinte, a letalidade de piretróides a este inseto (Usmani & Knowles, 2001).

Foram considerados baixos os valores dos coeficientes angulares das curvas de dose-mortalidade, para o contato tópico, nas duas combinações sinérgicas do OPA com os quatro inseticidas avaliados. No entanto, esses valores foram maiores ou iguais aos coeficientes angulares dos inseticidas considerados de forma isolada no caso da Deltametrina (½ e ½ da DL $_{50}$  do OPA) e da beta-Ciflutrina (½ da DL $_{50}$  do OPA), respectivamente (Tabela 1). O inseticida lambda-Cialotrina apresentou coeficiente angular maior que os das respectivas combinações sinérgicas com OPA e do PBO.

Como consequência desta homogeneidade de resposta, espera-se uma diminuição na pressão de seleção para a resistência desta população de lagartas pela via de contaminação tópica para as combinações sinérgicas do OPA com deltametrina e beta-Ciflutrina.

O efeito por contato residual, expresso pela CL<sub>50</sub> das combinações sinérgicas do OPA com os inseticidas avaliados, também apontou toxicidade suficiente para a promoção da mortalidade de lagartas de *S. frugiperda*. (Tabela 2).

Em relação aos fatores de sinergismo para esta via de contaminação (Tabela 2), foram observados valores significativos para as duas combinações de subdoses  $\frac{1}{2}$  e  $\frac{1}{4}$  do OPA com os inseticidas Deltametrina (FS = 1,7 e 35,9, respectivamente) e beta-Ciflutrina (FS = 58,0 e 45,0, respectivamente). Destaca-se alto valor de FS (87,7) proporcionado pela combinação de  $\frac{1}{2}$  da CL<sub>50</sub> do OPA com lambda-Cialotrina.

Não houve diferença significativa, por contato residual, para os FSs das combinações sinérgicas da lambda-Cialotrina com a ¼ da CL<sub>50</sub> do OPA, demonstrando uma ineficácia sinérgica devida a esta via de contaminação, uma vez que, pela via tópica, o FS foi significativo para o inseticida considerado, independentemente da proporção do OPA utilizada (Tabela 1).

Ao contrário do que se poderia esperar, nas duas vias de contaminação avaliadas, foram observados, para a maioria dos inseticidas, valores maiores de FS para as combinações do OPA utilizadas a ¼ da CL<sub>50</sub> ou DL<sub>50</sub> dessas concentrações e / ou doses letais em comparação à metade das respectivas CL<sub>50</sub> ou DL<sub>50</sub> (Tabelas 1 e 2). Tais resultados podem ser atribuídos às respostas das diferentes proporcionalidades das combinações dos inseticidas com o OPA, que obedecem ao índice de equivalência que classifica as combinações como aditivas, sinérgicas ou antagônicas (Ramakrishnan & Jusko, 2001).

TABELA 2. Toxicidade das combinações de inseticidas piretróides sintéticos com o óleo essencial de Piper aduncum L. para lagartas de Spodoptera frugiperda (J.E. Smith, 1797) por contato residual (n = 210 a 290)

,						
200000000000000000000000000000000000000	CL50 (IC 95%)	מב	2.5	5	10.0	Coeficiente
Combinações inselicidas	$(\mu L \text{ cm}^{-2})$	C.J.	ž	3	Prob.	Angular $\pm$ EPM
OPA	$1,2 \times 10^{-2} (7,1 \times 10^{-3} - 1,8 \times 10^{-2})$	1	23,67	20	90,0	$0,33 \pm 0,04$
lambda-Cialotrina	$1,0 \times 10^{-2} (5,3 \times 10^{-3} - 3,5 \times 10^{-2})$	ı	17,09	18	0,52	$0.16 \pm 0.03$
lambda-Cialotrina +1/2PA	$1,2 \times 10^{-4} (7,2 \times 10^{-5} - 1,8 \times 10^{-4})$	87,7 (73,5 – 192,7)*	26,10	26	0,46	$0,31 \pm 0,02$
lambda-Cialotrina +1/4PA	$1,3 \times 10^{-3} (7,8 \times 10^{-4} - 2,1 \times 10^{-3})$	8,2 (6,8-16,9)	26,36	18	60,0	$0.33 \pm 0.04$
lambda-Cialotrina +BPO	$2,6 \times 10^{-4} (1,8 \times 10^{-4} - 3,8 \times 10^{-4})$	39,5(29,5-92,0)	32,12	26	0,19	$0,43 \pm 0,04$
Deltametrina	$9,6 \times 10^{-4} (7,3 \times 10^{-4} - 1,3 \times 10^{-3})$	1	14,23	22	68,0	$0,59 \pm 0,10$
Deltametrina +1/2PA	$5.6 \times 10^{-4} (3.9 \times 10^{-4} - 9.6 \times 10^{-4})$	1,7 (1,4-1,9)*	25,35	18	0,05	$0.61 \pm 0.09$
Deltametrina +1/4PA	$2.7 \times 10^{-5} (2.2 \times 10^{-5} - 3.3 \times 10^{-5})$	35,9 (33,5 – 39,9)*	32,10	22	80,0	$0.72 \pm 0.07$
Deltametrina+BPO	$5.6 \times 10^{-4} (4.3 \times 10^{-4} - 7.2 \times 10^{-4})$	1,7(1,7-1,8)	12,97	18	0,79	$0,63 \pm 0,06$
beta-Ciffutrina	$9,4 \times 10^{-3} (7,9 \times 10^{-3} - 1,1 \times 10^{-2})$	ı	20,13	18	0,17	$0.90 \pm 0.07$
beta-Ciflutrina+1/2PA	$1,6 \times 10^{-4} (4,6 \times 10^{-5} - 7,1 \times 10^{-4})$	58,0 (16,0 - 173,5)*	11,21	18	68,0	$0.13 \pm 0.02$
beta-Ciflutrina+1/4PA	$2.1 \times 10^{-4} (1.1 \times 10^{-4} - 3.8 \times 10^{-4})$	45,0 (30,0 – 69,9)*	35,76	26	0,10	$0.28 \pm 0.02$
beta-Ciflutrina+BPO	$1.5 \times 10^{-3} (1.2 \times 10^{-3} - 1.8 \times 10^{-3})$	6,4 (6,4-6,7)	13,82	18	0,74	$0,70 \pm 0,06$

n = número total de insetos submetidos ao ensaio, OPA = óleo essencial de P. aduncum;  $V_2$  e  $V_4$  PA = metade e um quarto da concentração letal do óleo de P. aduncum; PBO Fatores de Sinergismo calculados em função das Concentrações Letais; (\*) Indica diferença significativa em relação ao FS da combinação com BPO;  $\chi^2$  = Qui-quadrado; GL = Butóxido de piperonila, CL<sub>20</sub> = Concentrações Letais que causam 50% de mortalidade dos insetos; IC 95% = Intervalo de Confiança a 95% de probabilidade; FS (DL<sub>20</sub>) = Graus de liberdade, Prob. = probabilidade e EPM = Erro padrão da média. Os valores dos coeficientes angulares da curva de concentração-mortalidade para o contato residual foram baixos. No entanto, maiores que os respectivos coeficientes angulares dos inseticidas considerados de forma isolada, excetuando-se beta-Ciflutrina, que apresentou o maior valor de coeficiente angular para esta via de contaminação.

Como consequência desta homogeneidade de resposta, confirmando os resultados obtidos anteriormente para o contato tópico, é esperada uma diminuição na pressão de seleção para a resistência desta população de lagartas quando submetidas às combinações sinérgicas do OPA com lambda-cialotrina e deltametrina.

O desempenho do dilapiol como sinérgico de piretróides constatado neste trabalho já havia sido relatado (Mukerjee et al.,1979), uma vez que este composto secundário atua no processo destoxificativo dos insetos por possuir uma associação de lignanas ao grupo metilenedioxidofenil, tratando-se de uma característica das piperáceas e considerados importantes inibidores de monooxigenases do citrocromo P450 e de esterases.

O OPA apresenta potencialidade para reduzir doses comerciais de piretróides para o controle de lagartas de *S. frugiperda*, assim como se apresenta como uma ferramenta adicional ao manejo de resistência deste inseto a inseticidas, sendo uma opção de interesse comercial como substituto do PBO (Walia et al., 2004).

#### Conclusões

Por contato residual, ocorreu uma significativa potencialização dos inseticidas comerciais formulados com lambda-cialotrina, deltametrina e beta-Ciflutrina, independentemente da subconcentração da  ${\rm CL}_{50}$  do óleo essencial de *P. aduncum* utilizado na combinação.

Para o lambda-Cialotrina, somente a combinação com  $\frac{1}{2}$  da  $\text{CL}_{50}$  do óleo essencial de *P. aduncum* potencializa significativamente seu efeito tóxico.

Por contato tópico, ocorreu uma significativa potencialização do inseticida lambda-Cialotrina, independentemente da subconcentração da  $\mathrm{DL}_{50}$  do óleo essencial de *P. aduncum* utilizado na combinação.

Para deltametrina e beta-Ciflutrina, somente as combinações com  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  da  $\mathrm{CL}_{50}$  do óleo essencial de *P. aduncum*, respectivamente, potencializam significativamente o efeito tóxicos desses piretróides.

As combinações sinérgicas do óleo essencial de *P. aduncum* com os inseticidas avaliados, exceto beta-ciflutrina por contato residual e lambda-cialotrina por contato tópico, apresentaram homogeneidade de resposta, independentemente da subdose ou da concentração do óleo utilizada.

A significância dos valores do fator de sinergismo das combinações do óleo essencial de *P. aduncum* com os inseticidas a base de lambda-cialotrina, deltametrina e beta-Ciflutrina pode indicar ser este óleo essencial uma opção ao PBO no manejo de resistência de *S. frugiperda* a esses piretróides sintéticos utilizados no seu controle.

#### Agradecimentos

Aos assistentes de pesquisa Valdemir de Souza e Silva, Pedro Pereira da Silva, Adilson Reis Barreto e Gildo Eremith de Souza; analistas John Lennon Mesquita Catão, Charles Rodrigues da Costa e Rubens Mamédio Bastos pelos serviços laboratoriais e de campo. Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelas bolsas concedidas.

#### Referências

- AL-SARAR, A.; HALL, F. R.; DOWNER, R. A. Impact of spray application methodology on the development of resistance to cypermethrin and spinosad by fall armyworm *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith). **Pest Management Science**, New Jersey, v. 62, p. 1023-1031, 2006.
- ARTHROPOD Pesticide Resistance Database. East Lansing: Michigan State University, 2015. Disponível em: <a href="http://www.pesticideresistance.com/display.php?page=species&arId=200">http://www.pesticideresistance.com/display.php?page=species&arId=200</a>. Acesso em: 13 fev. 2015.
- BERNARD, C. B.; KRISHINAMURTY, H. G.; CHAURET, D.; DURST, T.; PHILOGENE, B. J. R.; SANCHÉS-VINDAS, P.; HASBAUN, C.; POVEDA, L.; ROMAN, L. S.; ARNASON, J. T. Insecticidal defenses of piperaceae from the neotropics. *Journal Chemical Ecology*, Berlin, v. 21, p. 801-814, 1995.
- CASIDA, J. E. Mixed-function oxidase involvement in the biochemistry of insecticide synergists. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 18, p. 753-772, 1970.
- CHILCUTT, C. F.; TABASHNIK, B. E. Evolution of pesticide resistance and slope of the concentration-mortality line: are they related? **Journal of Economic Entomology**, Maryland, v. 88, p. 11-20, 1995.
- CORZO, F. L.; GILABERT, M.; ALCAIDE, M. F.; BARDÓN, A. Toxicity of *Porella chilensis* sesqui- and diterpenoids against larvae of the corn pest *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 41, p. 414-419, 2012.
- CRUZ, I. Manejo da resistência de insetos-praga a inseticidas, com ênfase em *Spodoptera*

- *frugiperda* (Smith). Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2002. 15 p. (Embrapa Milho e Sorgo. Documentos, 21).
- ESPINOSA, P. J.; CONTRERAS, J.; QUINTO, V.; GRAVALOS, C.; FERNANDEZ, E.; BIELZA, P. Metabolic mechanisms of insecticide resistance in the western flower thrips, *Frankliniella occidentalis* (Pergande). **Pest Management Science**, New Jersey, v. 61, p. 1009-1015, 2005.
- FARNHAM, A. W. The mode of action of piperonyl butoxide with reference to studying pesticide resistance. In: JONES, D. G. (Ed.). **Piperonyl butoxide**: the insecticide synergist. London: Academic Press, 1998. p. 199-214.
- FAZOLIN, M.; ESTRELA, J. L. V.; CATANI, V.; COSTA, C. R. Potencialidades da pimenta-de-macaco (*Piper aduncum* L.): características gerais e resultados de pesquisa. Rio Branco: Embrapa Acre, 2006. 53 p. (Embrapa Acre. Documentos, 103).
- FINNEY, D. J. **Probit analysis**. London: Cambridge University, 1971. 33 p.
- GUEDES, R. N.; PICANÇO, M. C.; GUEDES, N. M. P.; MADEIRA, N. R. Sinergismo do óleo mineral sobre a toxicidade de inseticidas para *Scrobipalpula absoluta* (Lepidoptera: Gelechidae). **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, DF, v. 30, p. 313-318, 1995.
- GUEDES, R. N. C.; OLIVEIRA, E. E. Resistência a inseticidas-pragas do cafeeiro: situação e perspectivas. In: ZAMBOLIM, L. (Ed.). O estado da arte de tecnologias na produção de café. Viçosa, MG: UFV, 2002. p. 471-497.
- MAIA, J. G. S.; ZOGHBI, M. G. S.; ANDRADE, E. H. A.; SANTOS, A. S.; SILVA, M. L.; LUZ, A. I. R.; BASTOS, C. N. Constituents of the essential oil of *Piper aduncum* L. growing in the Amazon

- Region. **Flavour and Fragrance Journal,** New Jersey, v. 13, p. 269-272, 1998.
- MAKUNDI, R. H. The toxicity of deltamethrin and cyfluthrin to the Larger Grain Borer, *Prostephanus truncatus* (Horn) (Coleoptera: Bostrichidae). *International Pest Control*, London, v. 2, p. 79-81, 1986.
- MUKERJEE, S. K.; SAXENA, V. S.; TOMAR, S. S. New methylenedioxyphenyl synergists for pyrethrins. **Journal of the Science and Food Agriculture**, New Jersey, v. 27, p. 1209-1211, 1979.
- RAMAKRISHNAN, R.; JUSKO, W. J. Interactions of aspirin and salicylic acid with prednisolone for inhibition of lymphocyte proliferation.

  International Immunopharmacology,
  Amsterdam, v. 1, p. 2035-2042, 2001.
- ROCHA, S. F. R.; MING, L. C. *Piper hispidinervum*: a sustainable source of safrole. In: JANICK, J. (Ed.). **Perspectives on new crops and news uses**. Alexandria: ASHS Press, 1999. p. 479-481.
- SAS INSTITUTE. **User's guide**: statistics, version 8.2. 6th ed. Cary, 2001. 95 p.

- STEWART, D. The evaluation of synergistic action in the laboratory and field. In: JONES, D. G. (Ed.). **Piperonyl butoxide**: the insecticide synergist. London: Academic Press, 1998. p. 173-198.
- TOMAR, S. S.; MAHESHWARI, M. L.; MUKERJEE, S. K. Synthesis and synergistic activity of dillapiole based pyrethrum synergists. **Journal of Agricultural and Food Chemistry,** Washington, v. 43, p. 1479-1483, 1979.
- USMANI, K. A.; KNOWLES, C. O. DEF sensitive esterases in homogenates of larval and adult *Helicoverpa zea*, *Spodoptera frugiperda*, and *Agrotis ipsilon* (Lepidoptera: Noctuidae).

  Journal of Economic Entomology, Maryland, v. 94, p. 884-891, 2001.
- WALIA, S.; SAHA, S.; PARMAR, B. S. Liquid chromatographic method for the analysis of two plant based insecticide synergists dillapiole and dihydrodillapiole. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 1047, p. 229-233, 2004.
- YU, S. J.; NGUYEN, S. N.; ABO-ELGHAR, G. E. Biochemical characteristics of insecticide resistance in the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, Amsterdam, v. 77, p. 1-11, 2003.