



Universidade de São Paulo
Instituto de Química de São Carlos



Óleos essenciais de citros: química e controle de qualidade

Graduando: Matheus Cardoso Felipe

Orientador: Prof. Dr. Stanislau Bogusz Junior

São Carlos - SP

2025

Matheus Cardoso Felipe

Óleos essenciais de citros: química e controle de qualidade

Monografia apresentada ao Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Química – Ênfase em Habilitação Tecnológica - Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Stanislau Bogusz Junior

São Carlos - SP

2025

AGRADECIMENTOS

Agradeço, principalmente, aos meus pais, que sempre me ofereceram amor, apoio incondicional e incentivo nos momentos mais desafiadores.

Estendo minha gratidão a toda a minha família, cuja presença foi constante em cada etapa dessa caminhada.

Aos meus amigos, pelo companheirismo e apoio ao longo da minha trajetória acadêmica.

Também sou grato aos professores e funcionários do Instituto de Química de São Carlos, que contribuíram significativamente para minha formação.

Em especial, agradeço ao Prof. Dr. Stanislau Bogusz Junior, pelas contribuições fundamentais na elaboração desta monografia.

EPÍGRAFE

*“A química da natureza é mais refinada do que
qualquer fórmula inventada pelo homem.”*
(Paracelso)

RESUMO

Óleos essenciais de frutas cítricas (*Citrus spp.*) são amplamente utilizados nas indústrias por suas propriedades aromáticas e funcionais. Esta revisão aborda a composição química desses óleos essenciais, destacando terpenos voláteis como limoneno e citral, e compostos não voláteis, como cumarinas e flavonas, que auxiliam na identificação de adulterações. São apresentados métodos tradicionais de extração, como hidrodestilação e prensagem a frio, e técnicas emergentes mais sustentáveis, incluindo extração assistida por micro-ondas e o uso de solventes eutéticos naturais profundos. Fraudes comuns incluem adição de óleos vegetais, diluentes sintéticos e óleos essenciais de origem diversa para reduzir custos e mascarar aromas estranhos. Para se evitar fraudes e garantir a autenticidade e qualidade, são usadas técnicas analíticas avançadas como cromatografia gasosa com espectrometria de massas (GC-MS), cromatografia líquida (HPLC), espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e ressonância magnética nuclear (RMN) com análise isotópica. Esta revisão contribui para o conhecimento científico sobre óleos essenciais de citros, destacando a importância de métodos modernos para extração sustentável e técnicas avançadas de análise que assegurem qualidade e combatam fraudes no mercado.

Palavras Chave: química analítica, óleos essenciais, controle de qualidade.

ABSTRACT

Citrus fruit essential oils (*Citrus* spp.) are extensively utilized in various industries due to their aromatic and functional properties. This review addresses the chemical composition of these essential oils, emphasizing volatile terpenes such as limonene and citral, as well as non-volatile compounds including coumarins and flavones, which assist in the identification of adulterations. Traditional extraction methods, such as hydrodistillation and cold pressing, are presented alongside emerging, more sustainable techniques, including microwave-assisted extraction and the use of natural deep eutectic solvents. Common adulteration practices involve the addition of vegetable oils, synthetic diluents, and essential oils from diverse sources to reduce costs and mask foreign aromas. To prevent fraud and ensure authenticity and quality, advanced analytical techniques are employed, including gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC-MS), liquid chromatography (HPLC), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), and nuclear magnetic resonance (NMR) with isotopic analysis. This review contributes to the scientific understanding of citrus essential oils, highlighting the importance of modern sustainable extraction methods and advanced analytical approaches that guarantee quality and combat fraud in the market.

Keywords: analytical chemistry, essential oils, quality control.

SUMÁRIO

1	Introdução	8
2	Objetivos	11
2.1	Objetivo geral	11
2.2	Objetivos específicos.....	11
3	Materiais e métodos	11
4	Química dos óleos essenciais de citros	12
4.1	Metabolismo primário e secundário relacionado aos óleos essenciais.....	12
4.2.	Vias biossintéticas dos terpenoides.....	13
4.3.	Monoterpenoides	14
4.4.	Sesquiterpenoides	15
4.5.	Furocumarinas.....	16
4.6.	Composição química de voláteis em óleos essenciais de citros	18
5	Métodos de extração de óleos essenciais de citros	20
5.1.	Anatomia de um fruto cítrico	20
5.2.	Extração por prensagem a frio	21
5.3.	Extração por hidrodestilação	22
5.4.	Métodos verdes de extração de óleos essenciais	23
6	Adulterações comuns em óleos essências de citros	26
7	Controle de qualidade e autenticidade de óleos essenciais de citros	28
8	Métodos analíticos para o controle de qualidade e autenticidade de óleos essenciais de citros.....	30
8.1	Análise Sensorial.....	30
8.2	GC-MS e GC-FID	31
8.3	HPLC	32
8.4	FTIR.....	33
8.5	RMN	33
9.	Conclusões	34
10	Referências bibliográficas.....	35

1 Introdução

O gênero *Citrus*, pertencente à família Rutaceae, compreendendo diversas espécies e híbridos de grande importância agrícola e econômica, como a laranja (*Citrus sinensis*), a tangerina (*Citrus reticulata*), a lima (*Citrus aurantifolia*), o limão (*Citrus limon*), a toranja (*Citrus paradisi*), a bergamota (*Citrus bergamia*), o pomelo (*Citrus maxima*) e o kumquat (*Citrus japonica*) (Richa et al., 2023; García-Salas et al., 2013; Gorinstein et al., 2018). Esses frutos são amplamente conhecidos por seus benefícios nutricionais, destacando-se o alto teor de vitamina C, polifenóis, flavonoides e fibras alimentares (Grover et al., 2025).

No cenário internacional, a citricultura brasileira, especialmente no que diz respeito à produção de laranja, apresenta expressiva relevância socioeconômica (Azevedo et al., 2018). Em 2014, o Brasil foi responsável por aproximadamente 57% da produção mundial, sendo que 98% do volume nacional foi destinado à exportação, principalmente na forma de suco concentrado congelado. Esse desempenho conferiu ao país 74% de participação no mercado global de suco de laranja (USDA, 2015).

Em 2023, o setor atingiu um valor de produção de aproximadamente R\$ 20 bilhões, com 18 milhões de toneladas de frutos colhidos em uma área de 575 mil hectares, o que corresponde a um rendimento médio de mais de 30 toneladas por hectare (IBGE, 2023). Estes citros são cultivados em cerca de 56 mil propriedades rurais, totalizando aproximadamente 260 milhões de árvores plantadas (IBGE, 2017). Neste cenário, o estado de São Paulo permanece como o principal polo produtor nacional, concentrando a maior parte da produção de laranjas no país (IBGE, 2023).

Apesar da elevada produtividade, o processamento industrial de frutas cítricas para a produção de suco gera grandes volumes de resíduos e subprodutos. Estima-se que entre 50% e 70% do peso total dos frutos cítricos processados resulte em subprodutos, como cascas, polpas e sementes (García-Salas et al., 2013). Globalmente, a geração anual desses resíduos é estimada em cerca de 10 milhões de toneladas métricas (Zema et al., 2018). Esses resíduos apresentam alto potencial de reaproveitamento, por conterem compostos bioativos de interesse para as indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética, como flavonoides, carotenoides, fibras, açúcares

solúveis, celulose, hemicelulose, limoneno, ácido ascórbico e óleos essenciais (Grover et al., 2025; Sharma et al., 2017; Martín et al., 2010; Rezzadori et al., 2012).

Os óleos essenciais, segundo a norma ISO 9235 de 1997, são o produto obtido a partir de matérias-primas vegetais por meio de destilação com água ou vapor d'água, prensagem mecânica do epicarpo (no caso de frutas cítricas) ou destilação a seco (Bicchi & Joulain, 2018). Portanto, extratos contendo compostos voláteis obtidos com solventes, ceras, gorduras, fluidos supercríticos, técnicas de headspace ou outros métodos não são considerados óleos essenciais (Bizzo & Rezende, 2022).

Após extraídos, os óleos essenciais são separados da fase aquosa por métodos físicos, como a decantação. Em geral, apresentam-se como líquidos translúcidos, incolores e intensamente perfumados, com odor característico da planta de origem (Simões et al., 2016). Por serem ricos em metabólitos secundários, especialmente mono e sesquiterpenos, são solúveis em solventes orgânicos e, em geral, possuem densidade inferior à da água.

Dentre os diversos tipos de óleos essenciais, os cítricos se destacam por sua ampla versatilidade e elevado valor comercial, atribuídos às suas propriedades bioativas e à capacidade de conferir aroma e sabor. São amplamente utilizados na indústria cosmética, especialmente na formulação de fragrâncias e perfumes (da Silva-Santos et al., 2005; Navarra et al., 2015). Na indústria de alimentos, também têm grande relevância por serem considerados compostos GRAS (do inglês: *Generally Recognized as Safe*), sendo extensivamente empregados como flavorizantes. O óleo essencial de laranja é um dos mais populares, sendo amplamente utilizado em alimentos e bebidas (Berger, 2007), enquanto que o óleo essencial de limão ocupa o segundo lugar em popularidade, sendo frequentemente utilizado na aromatização de bebidas carbonatadas (Berger, 2007).

Além disso, os óleos essenciais vêm sendo estudados devido às suas atividades antioxidantes (Borghi et al., 2023), antimicrobianas (Meryem et al., 2023), antivirais (Fadilah et al., 2022), anti-inflamatórias (Yang et al., 2023) e anticancerígenas (Yurong et al., 2024).

Dada sua importância e versatilidade de aplicações, o mercado global de óleos essenciais de citros apresenta um volume expressivo. De acordo com o Trade Map (International Trade Centre, 2025), as exportações mundiais desses óleos essenciais totalizaram aproximadamente US\$ 30 milhões em 2023. Nesse contexto, o Brasil ocupou a sétima posição entre os principais países exportadores, com um total de 398 toneladas comercializadas, correspondendo a cerca de US\$ 19 milhões. Esses números evidenciam a relevância do país na competitividade do mercado internacional.

Neste contexto comercial, observa-se que os óleos essenciais de citros podem apresentar ampla variabilidade de preços e qualidades (Bizzo & Rezende, 2022). Como ocorre com outros produtos naturais, o seu valor comercial está sujeito a flutuações relacionadas a fatores climáticos e práticas agrícolas (Russo et al., 2015). O que pode levar a situação de fraudes, como a comercialização de óleos “reconstituídos” a partir de matérias-primas de menor preço e/ou de menor qualidade. Tais práticas incluem o uso de óleos essenciais lavados, frações destiladas e a adição de terpenos sintéticos com aromas característicos, como citral (notas de limão), acetato de nerila (frutado) e acetato de geranila (rosas), entre outros (Liu et al., 2025).

Em função disso, nas últimas décadas, diversas abordagens analíticas têm sido desenvolvidas para detectar adulterações em óleos essenciais de citros. Essas técnicas baseiam-se na análise de parâmetros físico-químicos, da composição volátil e, no caso específico dos óleos cítricos obtidos por prensagem a frio, na caracterização da fração não volátil oxigenada.

Nesse contexto, esta revisão tem como objetivo reunir, organizar e discutir criticamente as principais informações disponíveis na literatura sobre os óleos essenciais de citros, com ênfase em sua composição química e nos métodos utilizados para garantir sua autenticidade e qualidade nas mais diversas aplicações industriais.

2 Objetivos

2.1 Objetivo geral

- Realizar uma revisão da literatura científica sobre os óleos essenciais de frutas cítricas (*Citrus spp.*), com foco em sua composição química, aplicações industriais e métodos analíticos empregados para controle de qualidade e detecção de fraudes.

2.2 Objetivos específicos

- Descrever o básico sobre a química de óleos essenciais envolvendo rotas químicas de biossíntese de terpenos e sesquiterpenos.
- Apresentar os principais métodos tradicionais e emergentes de extração dos óleos essenciais de citros.
- Apresentar a composição química dos principais óleos essenciais cítricos, com ênfase nos principais metabólitos voláteis e não voláteis.
- Apontar as fraudes mais comuns envolvendo óleos essenciais e os impactos sobre sua qualidade.
- Descrever as principais técnicas analíticas utilizadas na caracterização e autenticação dos óleos essenciais cítricos.

3 Materiais e métodos

Este trabalho constitui uma revisão bibliográfica baseada na seleção, leitura e análise crítica de publicações científicas relevantes sobre óleos essenciais de citros. As bases de dados consultadas incluíram ScienceDirect, Scopus, PubMed, Web of Science, Google Scholar e SciELO, utilizando-se os descritores: *citrus essential oils, chemical composition, quality control, authentication, GC-MS, adulteration detection e citrus peel oil.*

Foram incluídos artigos científicos, livros, revisões sistemáticas, normas técnicas (como a ISO 9235:1997) e relatórios de instituições reconhecidas (como IBGE, FAO, USDA e ITC), publicados principalmente entre os anos de 2000 e 2025, com prioridade para publicações mais recentes e de acesso completo. Trabalhos duplicados, não revisados por pares ou que não abordavam diretamente o tema proposto foram

excluídos. A organização dos dados seguiu uma abordagem temática, dividida em categorias como: química dos óleos essenciais cítricos, métodos de extração, adulterações comuns, controle de qualidade e métodos analíticos para verificação da autenticidade desses óleos essenciais de citros.

4 Química dos óleos essenciais de citros

Os óleos essenciais de citros são compostos predominantemente por uma fração volátil, acompanhada de uma pequena porção não volátil. Juntas, essas frações podem conter mais de 200 compostos distintos, com variadas funções químicas e propriedades bioativas. A fração volátil, que corresponde a aproximadamente 85% a 99% da composição total, é constituída, principalmente, por hidrocarbonetos monoterpênicos e sesquiterpênicos, bem como por seus derivados oxigenados, como aldeídos, álcoois e ésteres. Por sua vez, a fração não volátil, representa entre 1% e 15% do total, e inclui compostos como hidrocarbonetos de maior massa molecular, esteróis, ácidos graxos, carotenoides, cumarinas, psoralenos e flavonoides. Essa diversidade estrutural é determinante para as propriedades organolépticas e funcionais dos óleos essenciais de citros.

4.1 Metabolismo primário e secundário relacionado aos óleos essenciais

A composição química dos organismos vivos pode ser dividida em dois grupos: os metabólitos primários e os metabólitos secundários (Simões et al., 2016). Os metabólitos primários, presentes em plantas, incluem proteínas, carboidratos, ácidos nucleicos e lipídios. Embora essenciais para a vida, esses compostos têm participação limitada na composição dos óleos essenciais, com destaque apenas para alguns derivados lipídicos que podem atuar como precursores de voláteis (Baser & Buchbauer, 2020). Por outro lado, os metabólitos secundários, específicos de determinadas espécies vegetais, incluem terpenoides, chiquimatos, policetídeos e alcaloides. Entre eles, os terpenoides são os mais relevantes para a composição dos óleos essenciais, seguidos pelos shiquimatos e, em menor grau, pelos policetídeos (Baser & Buchbauer, 2020). Enquanto que os alcaloides raramente são encontrados em óleos essenciais.

4.2. Vias biossintéticas dos terpenoides

A biossíntese dos terpenoides inicia-se com a fotossíntese, processo no qual o dióxido de carbono e a água são convertidos em glicose. Essa glicose produzida pode então ser metabolizada pela via da glicólise, resultando na formação de compostos como o fosfoenolpiruvato (PEP), o qual pode ser utilizado como precursor para a síntese do ácido chiquímico e do ácido mevalônico (MVA) (Baser & Buchbauer, 2020; Breitmaier, 2006). Na Figura 1 pode ser visualizada, de forma resumida, a via metabólica geral responsável pela produção dos blocos estruturais dos terpenoides, destacando o papel central do ácido mevalônico e do ácido chiquímico.

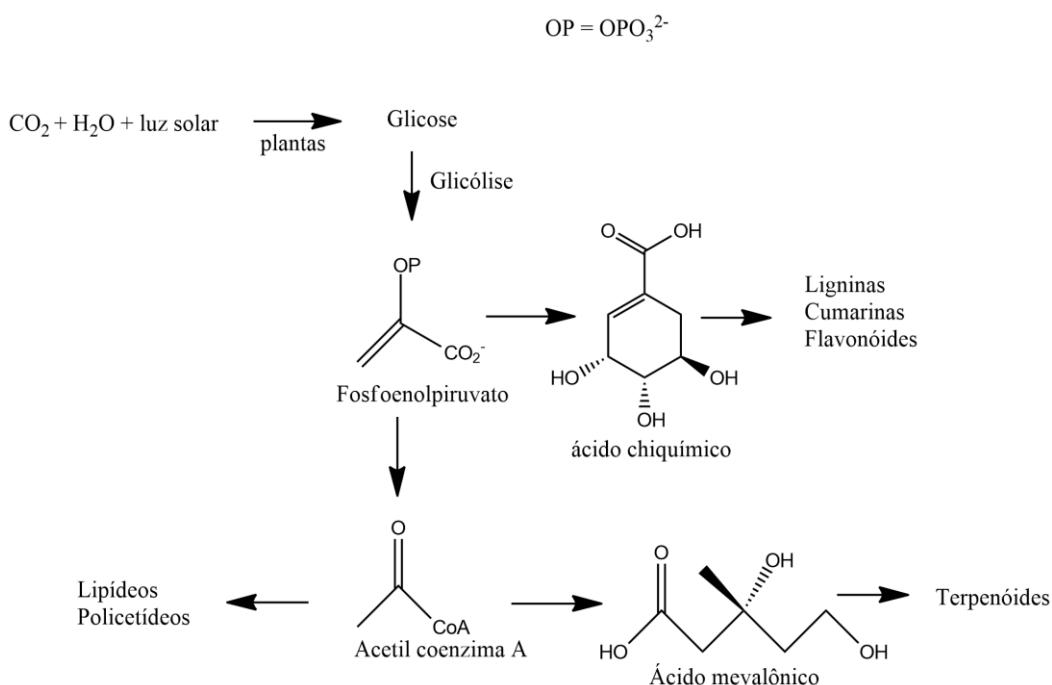


Figura 1. Via biossintética geral pela qual são produzidos os blocos construtores fosfoenolpiruvato, ácido chiquímico e ácido mevalônico. Fonte: adaptado de Baser & Buchbauer (2020).

O ácido mevalônico pode então sofrer biotransformações que envolvem a eliminação de um grupo hidroxila terciário seguida de descarboxilação, produzindo isopentenil pirofosfato (IPP) e dimetilalil pirofosfato (DMAPP). A condensação dessas unidades de cinco carbonos dá origem ao geranil pirofosfato (GPP), composto com 10

átomos de carbono. Novos acoplamentos com IPP originam moléculas maiores com 15, 20, 25 ou mais átomos de carbono (Simões et al., 2016; Breitmaier, 2006).

Os terpenoides sempre apresentam estruturas com número de carbonos múltiplos de cinco. Por exemplo, hemiterpenos (C5), monoterpenos (C10), sesquiterpenos (C15), e assim por diante (Baser & Buchbauer, 2020). A síntese desses compostos ocorre por acoplamento de unidades de isopreno como pode ser visualizado na Figura 2.

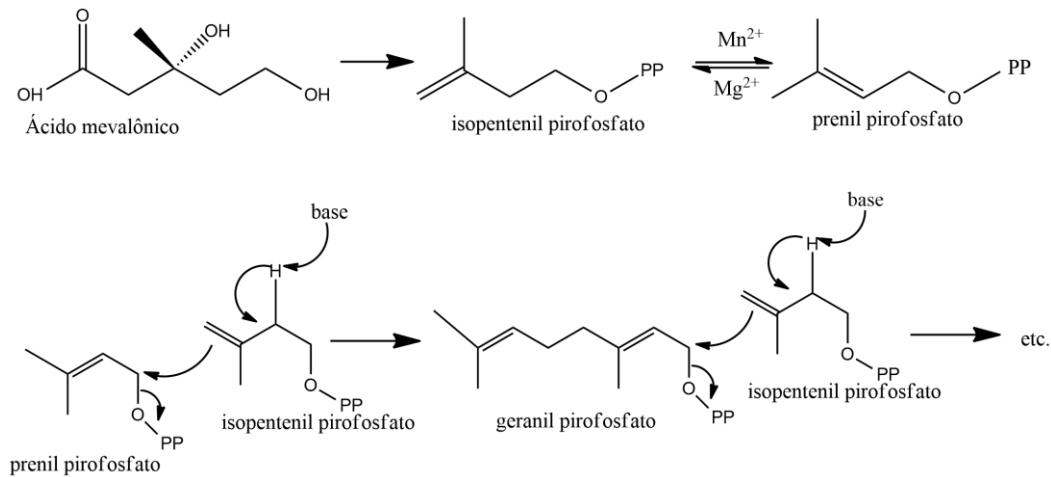


Figura 2. Rota biossintética para produção dos terpenóides pela associação de blocos construtores de cinco carbonos. Fonte: adaptado de Baser & Buchbauer (2020).

4.3. Monoterpenoides

A partir do GPP, é possível obter uma grande diversidade de monoterpenoides (Figura 3). A quebra heterolítica da ligação carbono oxigênio origina o geranil carbocáton, que reage com água formando o geraniol (notas de rosas e gerânio), o qual pode ser oxidado a citral (limão). Alternativamente, a eliminação de um próton do mesmo carbocáton forma o mirceno (balsâmico e especiarias). Já uma reação de adição eletrofílica intramolecular gera o mentil carbocáton, cujo desprotonamento leva a formação do limoneno (citros) ou, com adição de água, ao α -terpineol (oleoso, anis, hortelã) (Baser & Buchbauer, 2020).

Outra ciclização intramolecular pode originar o pinil carbocáton, precursor dos isômeros α -pineno (pinho e terebintina) e β -pineno (pinho, resina, terebintina), por perda de próton. Esse intermediário pode ser gerado também por rearranjo do mentil carbocáton. Compostos como careno (limão), borneol (canforáceo), cânfora (cânfora) e

fenchona (pungente e canforáceo) resultam de reações adicionais como os rearranjos de Wagner–Meerwein (Baser & Buchbauer, 2020).

É importante destacar que essas reações são todas catalisadas por enzimas da própria planta, o que confere à composição química dos óleos essenciais um papel como indicador do perfil genético da espécie vegetal de origem (Baser & Buchbauer, 2020).

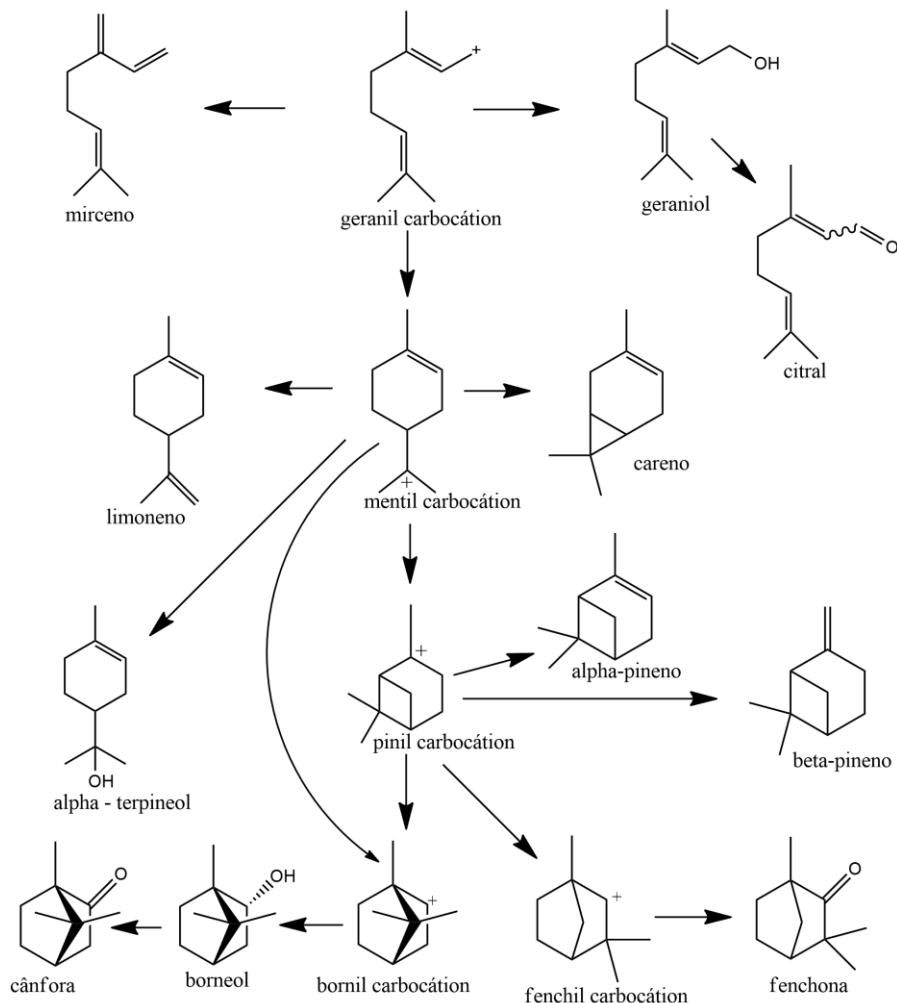


Figura 3. Rota biossintética de produção de alguns monoterpenóides. Fonte: adaptado de Baser & Buchbauer, 2020.

4.4. Sesquiterpenoides

Na biossíntese de sesquiterpenos, o GPP reage com uma unidade adicional de IPP, formando o farnesil pirofosfato (FPP), que ao sofrer hidrólise forma o farnesil carbocátion. A ciclização desse carbocátion na posição C₁₁, seguida da perda de próton,

origina o α -humuleno (amadeirado) (Figura 4). Outra possível ciclização gera um carbocáton com esqueleto semelhante ao germacreno (amadeirado e especiarias), precursor de compostos como nootkatona (toranja), α -vetivona (terroso, amadeirado e balsâmico), β -vetivona (terroso e amadeirado), guaiol (amadeirado e balsamico) e patchouli álcool (amadeirado e terroso).

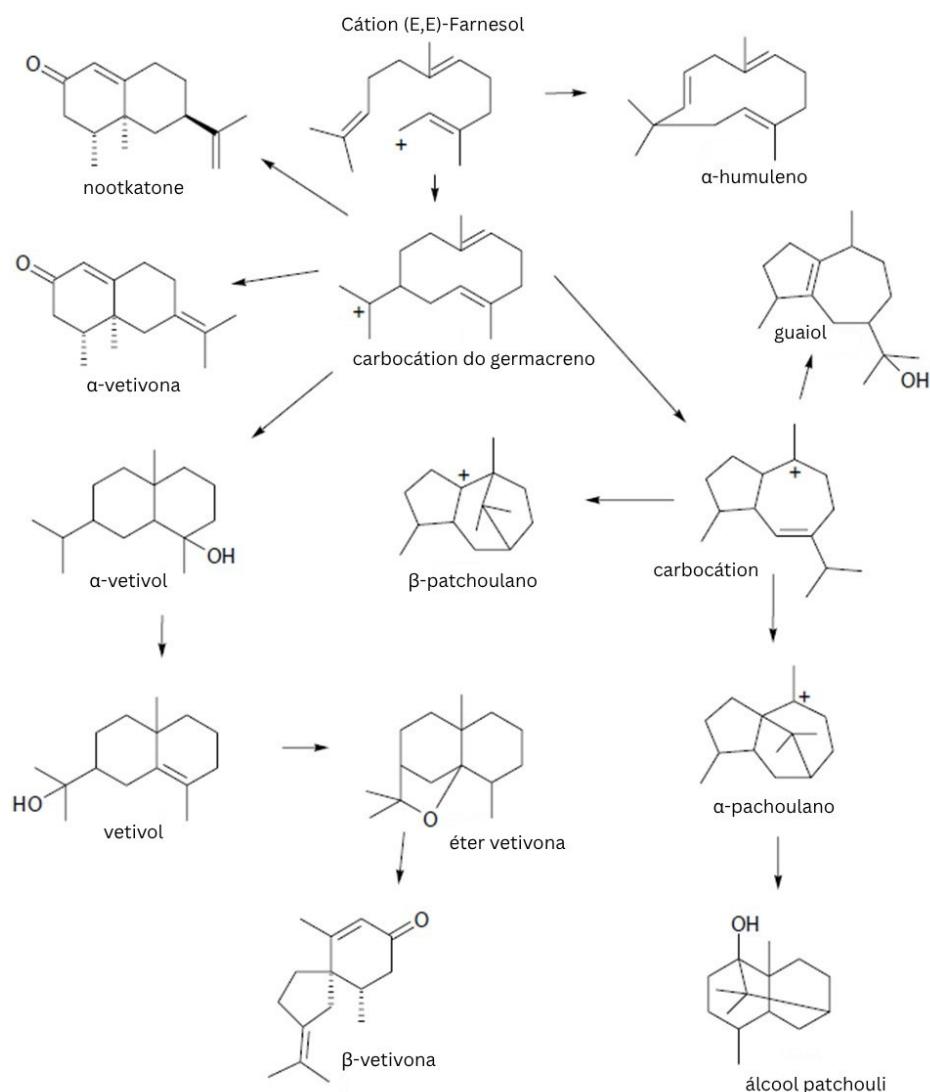


Figura 4. Rota biossintética de alguns sesquiterpenos. Fonte: adaptado de Baser & Buchbauer, 2020.

4.5. Furocumarinas

As furocumarinas, também conhecidas como psoralenos, são metabólitos secundários pertencentes à classe das cumarinas e caracterizam-se pela presença de

um anel furanólico fusionado à estrutura básica da cumarina (Del Rio et al., 2014). Em citros, essas substâncias estão presentes principalmente na fração não volátil dos óleos essenciais. A biossíntese das furocumarinas ocorre a partir do ácido chiquímico, que dá origem ao aminoácido fenilalanina. Este aminoácido, por sua vez, é biotransformado na rota dos fenilpropenoides, sendo convertido em ácido cinâmico pela ação da enzima fenilalanina amônia-liase. A partir daí, sucessivas hidroxilações, metilações e ciclos de lactonização resultam na formação da escopoletina, que é o precursor comum das cumarinas lineares e angulares. A inserção do anel furano ocorre por prenilação da escopoletina com derivados de dimetilalil pirofosfato, catalisada por enzimas preniltransferases específicas. O produto resultante pode sofrer novas modificações, como oxidações e isomerizações, originando psoraleno, bergapteno, xantotoxina, entre outras furocumarinas (Krieger et al., 2018). Esses compostos apresentam propriedades fotossensibilizantes e são de relevância quanto as suas atividades bioativas e como marcadores de qualidade em óleos essenciais de citros.

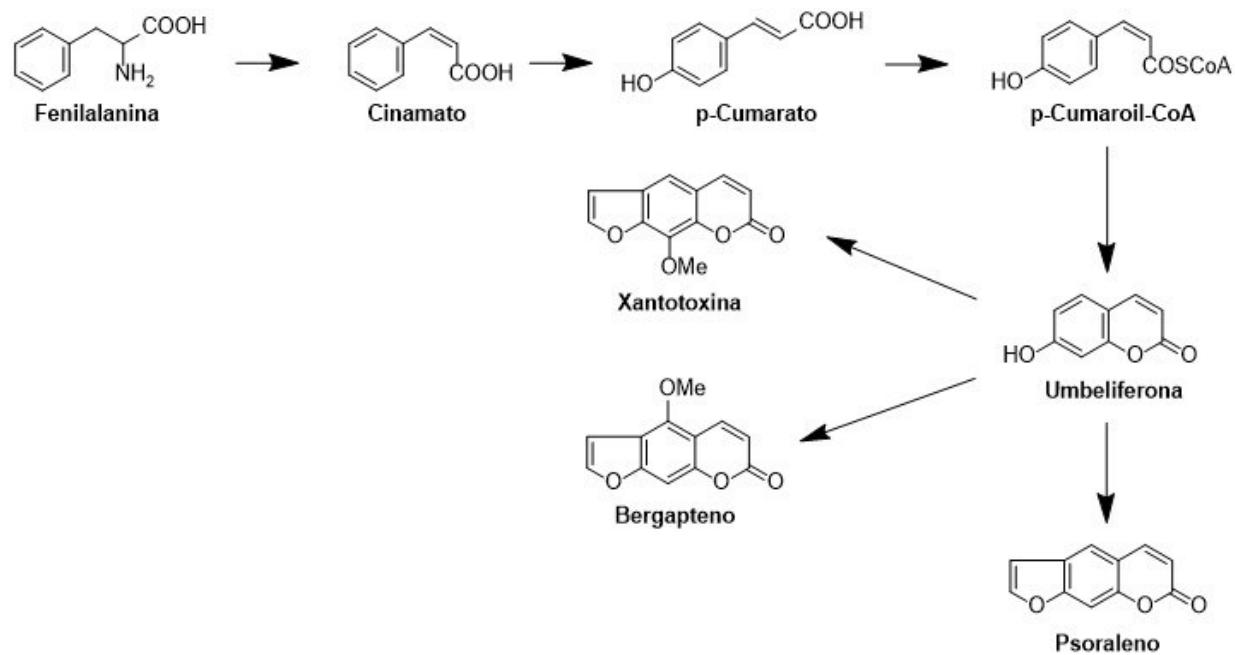


Figura 5. Rota biossintética de algumas furocumarinas de citros. Fonte: adaptado de Krieger et al., 2018.

4.6. Composição química de voláteis em óleos essenciais de citros

Os compostos voláteis presentes nos óleos essenciais de citros têm sido amplamente descritos na literatura por meio da cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS). Esses óleos essenciais são majoritariamente constituídos de monoterpenoides, sesquiterpenos, sesquiterpenos alifáticos, hidrocarbonetos aromáticos e seus derivados oxigenados. A Figura 6 apresenta os principais monoterpenoides e sesquiterpenos encontrados em óleos essenciais de citros, enquanto a Tabela 2 mostra as áreas relativas (%) dos picos chromatográficos de diferentes amostras desses óleos.

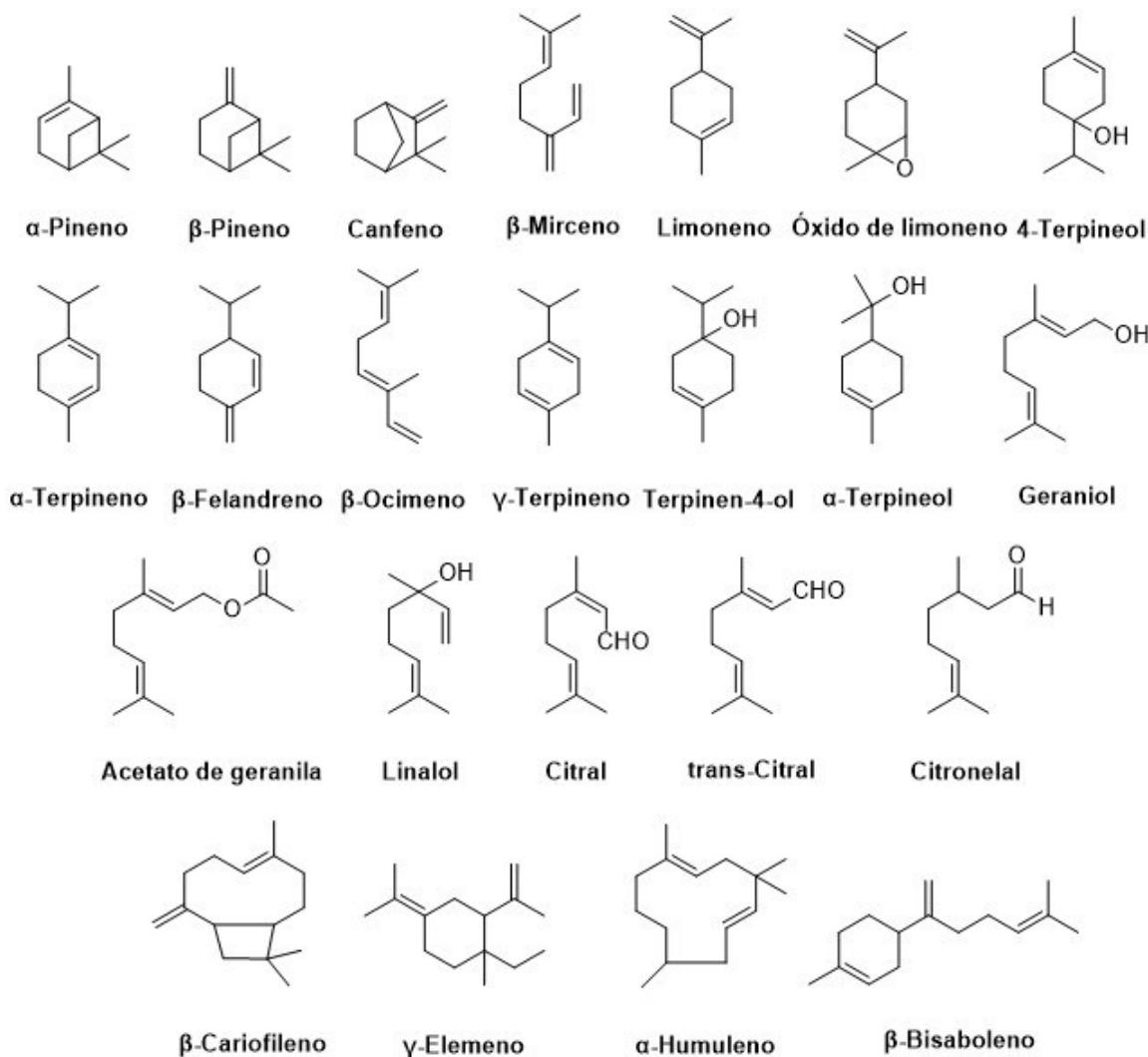


Figura 6. Estruturas químicas de alguns dos terpenos mais comuns em óleos essenciais de frutos. Fonte: autoria própria.

Tabela 1 - Composição química (%) de alguns óleos essenciais de Citrus.

Nº	Composto	<i>C. sinensis</i> ¹	<i>C. reticulata</i> ²	<i>C. aurantiifolia</i> ³	<i>C. limon</i> ⁴	<i>C. paradisi</i> ⁵	<i>C. maxima</i> ⁶	<i>C. aurantium</i> ⁷
1	α-pineno	0,40	1,70	2,91	1,20	–	0,23	1,29
2	β-pineno	–	1,30	26,31	8,17	–	5,83	2,70
3	canfeno	–	–	–	–	–	–	0,03
4	β-mirceno	1,48	1,20	1,22	1,26	1,10	0,43	2,94
5	limoneno	97,58	72,00	29,69	71,88	95,00	3,45	68,64
6	óxido de limoneno	–	–	–	–	–	–	0,05
7	4-terpineol	–	–	–	–	–	–	0,22
8	α-terpineno	–	–	–	–	–	–	0,03
9	β-felandreno	–	–	1,25	–	–	–	–
10	β-ocimeno	–	–	0,73	–	0,20	12,67	1,01
11	γ-terpineno	–	19,00	0,40	9,87	–	–	14,02
12	terpinen-4-ol	–	–	1,11	0,55	–	–	–
13	α-terpineol	–	–	1,41	1,26	–	–	0,33
14	geraniol	–	–	1,17	–	–	0,63	0,02
15	acetato de geranila	–	–	0,53	–	–	–	0,02
16	linalol	0,31	–	1,04	–	0,10	0,22	0,55
17	citral	–	–	9,94	0,66	–	–	–
18	<i>trans</i> -citral	–	–	7,98	–	–	–	–
19	citronelal	–	–	0,39	–	–	0,71	0,05
20	β-cariofileno	–	–	–	–	–	12,70	0,05
21	γ-elemeno	–	–	0,51	–	–	–	0,05
22	α-humuleno	–	–	–	–	–	1,73	0,05
23	β-bisaboleno	–	–	3,72	1,01	–	–	–

Adaptado de: 1- Azghar et al., 2023; 2- Raspo et al., 2020; 3- Permadji et al., 2024; 4- Azghar et al., 2023; 5- Raspo et al., 2020; 6 - Dev & Mol, 2024; 7- Wang et al., 2024.

5 Métodos de extração de óleos essenciais de citros

5.1. Anatomia de um fruto cítrico

De modo geral, os processos de extração de óleos essenciais envolvem, primeiramente, a liberação dos compostos voláteis armazenados nos tecidos vegetais. Para otimizar essa extração, é fundamental compreender a localização anatômica desses metabolitos secundários nas estruturas do vegetal. No caso dos frutos cítricos, é possível encontrá-los em duas regiões principais: a casca e a polpa (Figura 7). A casca, por sua vez, é constituída por duas camadas distintas: o albedo e o flavedo. O flavedo corresponde à camada mais externa e é rico em glândulas secretoras de óleos essenciais, enquanto o albedo, situado abaixo do flavedo, é predominantemente composto por pectina. Portanto, a extração eficiente dos óleos essenciais cítricos requer, principalmente, a ruptura das glândulas localizadas no flavedo (Tetrapak, 2020).

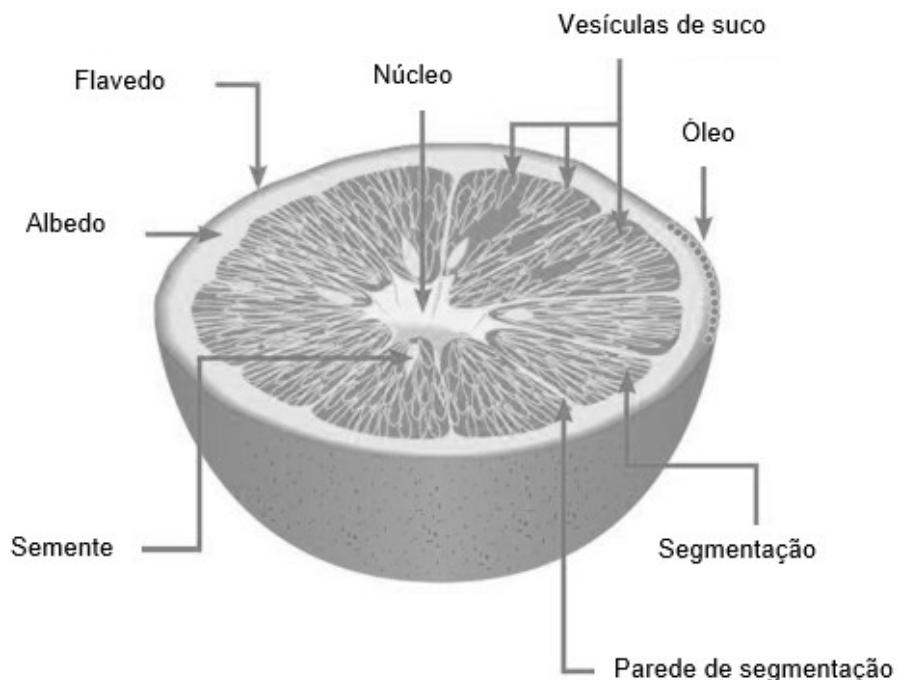


Figura 7 - Principais partes anatômicas de um fruto cítrico. Fonte: Adaptado de Tetrapak: The Orange Book, 2020.

5.2. Extração por prensagem a frio

No caso da extração de óleos essenciais de citros por prensagem a frio, o processo é realizado de forma concomitante à obtenção do suco da fruta, utilizando prensagem mecânica (Figura 8). Essa técnica é amplamente empregada na indústria de sucos, na qual os óleos essenciais são obtidos como subprodutos do processamento industrial de frutas cítricas. Durante a extração, os frutos inteiros são esmagados em prensas, promovendo simultaneamente a liberação do suco e dos compostos voláteis armazenados nas glândulas do flavedo (Tetrapak, 2020). Como resultado, forma-se uma emulsão contendo água, suco e óleo essencial, que é posteriormente separada por centrifugação.

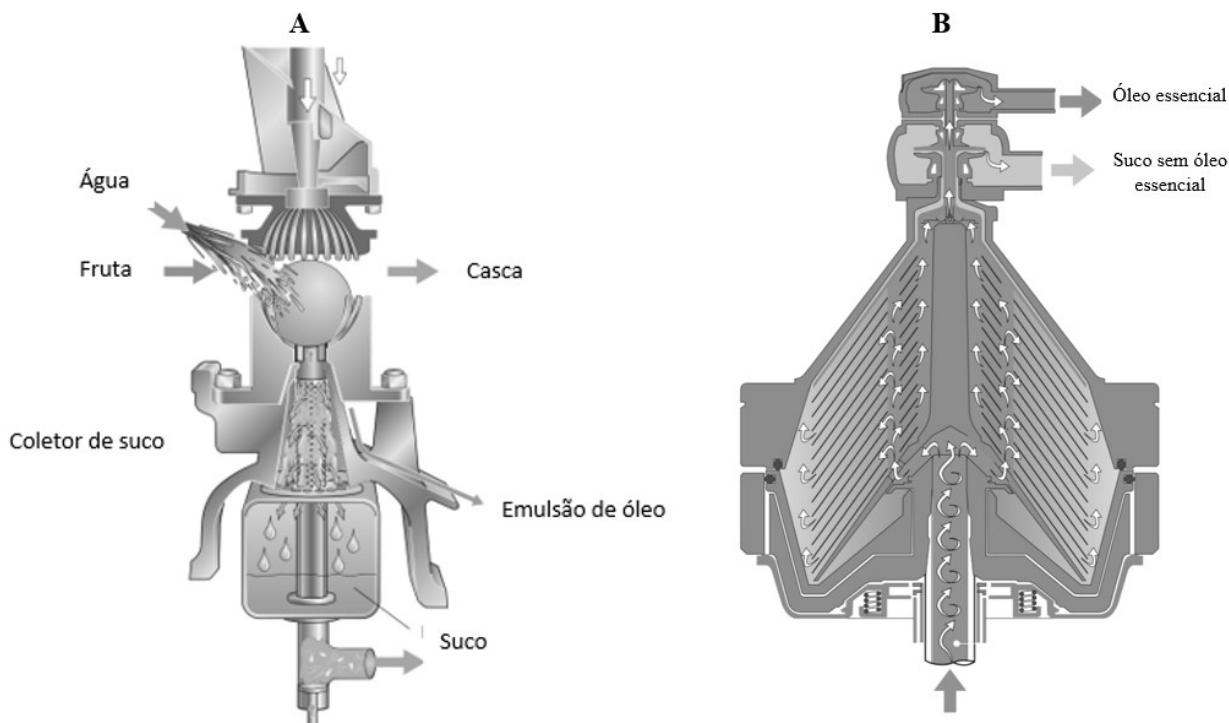


Figura 8 – Ilustração de (A) um extrator de suco de laranja do tipo espremedor e (B) centrífuga para separação do óleo essencial do suco. Fonte: Adaptado de Tetrapak: The Orange Book, 2020.

Nesse contexto, podem ser obtidos dois tipos de óleo essencial: os tipos A e B, ambos derivados dos mesmos frutos, porém por meio de tecnologias de extração distintas. O óleo essencial tipo A é obtido justamente através da prensagem mecânica de

frutos inteiros, gerando a emulsão suco/óleo essencial mencionada anteriormente (Bonaccorsi et al., 2012). Essa emulsão vai então ser centrifugada para isolar o óleo essencial tipo A, ou ainda pode ser submetida à destilação a vapor, resultando no óleo essencial destilado (Haro-Guzman, 2011). O grande problema deste tipo de extração está relacionado a exposição do óleo essencial a condições ácidas que podem desencadear reações químicas que alteram significativamente a composição natural dos compostos voláteis (Bonaccorsi et al., 2012).

Já o óleo essencial tipo B é obtido por meio de equipamentos de raspagem que removem a camada do flavedo, que em seguida passa por uma prensagem a frio. Essa técnica evita a formação da emulsão dos óleos essenciais com os líquidos da polpa, proporcionando um óleo essencial com composição mais próxima àquela encontrada naturalmente nas glândulas secretoras do flavedo (Haro-Guzman, 2011). O que preserva principalmente, os sesquiterpenes, monoterpenos oxigenados e derivados de ácidos graxos como é o caso de aldeídos. Em termos comerciais, os óleos do tipo B são geralmente mais valorizados, enquanto os tipos A apresentam menor valor agregado, principalmente devido às modificações químicas indesejadas que podem ocorrer durante os processos de extração. Dessa forma, a composição final do óleo essencial cítrico depende diretamente do método de extração utilizado.

5.3. Extração por hidrodestilação

Outro método amplamente utilizado na extração de óleos essenciais de citros é a hidrodestilação. Nessa técnica, o material vegetal é submerso em água, que é aquecida até a ebulação (Figura 9). O vapor gerado arrasta os compostos voláteis presentes na amostra, os quais são conduzidos a um condensador, onde são resfriados e retornam ao estado líquido (Sawamura, 2010). A separação entre o óleo essencial e a água ocorre devido à diferença de densidade entre os dois líquidos. Existe ainda uma variação desse processo, conhecida como destilação por arraste a vapor, na qual o material vegetal não entra em contato direto com a água, sendo exposto apenas ao seu vapor (Park et al., 2024).

Embora eficiente, a hidrodestilação pode provocar certa degradação dos compostos voláteis, devido à exposição prolongada da amostra (mínimo de 3 h) a

temperaturas elevadas (Sawamura, 2010). Quando comparada à prensagem a frio normalmente, a extração por hidrodestilação resulta em maior presença de derivados do cátion terpenila, como o limoneno e o 4-vinilguaiacol (Park et al., 2024).

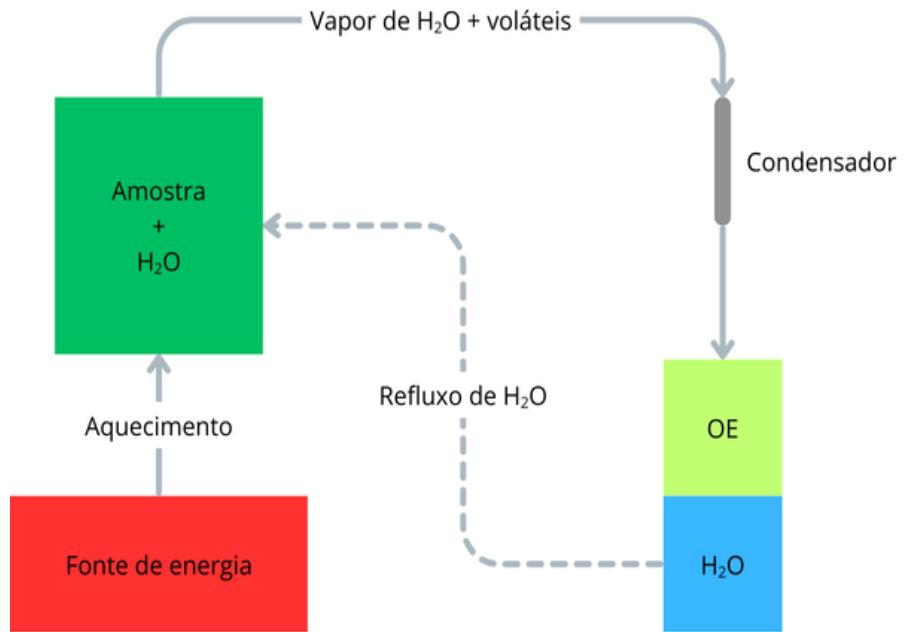


Figura 9 - Representação esquemática de um sistema de hidrodestilação para citros.
Fonte: adaptado de Sawamura, 2010.

5.4. Métodos verdes de extração de óleos essenciais

Vale a pena destacar que, nos últimos anos, tem se observado um crescente interesse no desenvolvimento de técnicas de extração de óleos essenciais mais sustentáveis e ambientalmente responsáveis. Esse movimento é motivado pela necessidade de reduzir a geração de resíduos e aumentar a eficiência dos processos extractivos. Nesse contexto, os chamados métodos verdes de extração têm se destacado por aliar alto desempenho a menor impacto ambiental.

Entre essas alternativas sustentáveis, destaca-se a extração assistida por micro-ondas, em especial a técnica de hidrodifusão por micro-ondas e gravidade (MHG, do inglês *microwave hydrodiffusion and gravity*) (Bousbia et al., 2009). Essa abordagem combina o aquecimento promovido por micro-ondas com a ação da gravidade, permitindo a extração de óleos essenciais de forma mais efetiva (Figura 10).

O processo consiste em posicionar o material vegetal em um reator de micro-ondas, sem adição de água ou outros solventes (Bousbia et al., 2009). A água naturalmente presente nas células vegetais é aquecida, promovendo a ruptura das estruturas que armazenam os compostos voláteis. Esse fenômeno é conhecido como hidrodifusão, e permite que os óleos essenciais e a água sejam liberados e escoem para fora do reator por gravidade. O extrato é então resfriado e coletado em um funil de separação, onde a separação entre óleo e água ocorre por diferença de densidade. Por eliminar as etapas de destilação e evaporação, a MHG representa uma alternativa eficiente e sustentável para a extração de óleos essenciais (Vian et al., 2017).

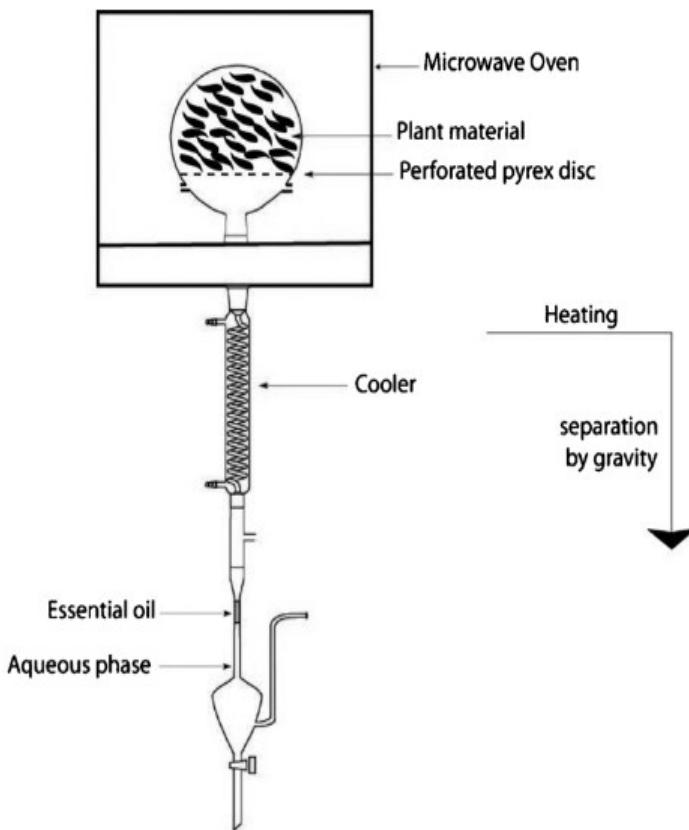


Figura 10 - Representação esquemática de um sistema de hidrodestilação hidrodifusão por micro-ondas e gravidade. Fonte: adaptado de Vian et al., 2017

Estudos indicam que um tempo de extração de apenas 15 minutos por MHG (significativamente inferior às cerca de 3 horas necessárias na hidrodestilação convencional) é suficiente para alcançar rendimentos comparáveis aos obtidos por

destilação por arraste a vapor (Tabela 2). Essa diferença representa uma redução considerável no consumo de energia do processo.

Tabela 2 - Composição química de óleos essenciais de lima acida Tahiti e limão siciliano obtidos por diferentes métodos de extração.

Compostos	Lima acida Tahiti (<i>Citrus × latifolia</i>)			Limão siciliano (<i>Citrus × limon</i>)		
Método de extração	MHG	HD	PF	MHG	HD	PF
Monoterpenos						
α-pineno	1,60	1,75	1,62	1,86	1,94	1,62
β-pineno	10,20	15,35	14,00	11,60	13,09	14,00
limoneno	69,65	65,25	68,81	60,56	63,44	68,81
Monoterpenos oxigenados						
linalol	0,20	0,18	0,10	0,25	0,36	0,22
citronelal	0,10	0,05	0,08	0,05	0,05	0,08
geranal	1,08	0,89	1,30	2,23	2,05	1,82
Sesquiterpenos						
(E)-cariofileno	0,13	0,18	0,24	0,56	0,31	0,35
α-humuleno	0,03	0,04	0,06	0,13	0,06	0,09
β-bisaboleno	0,38	0,44	0,75	1,51	0,81	0,87
Sesquiterpenos oxigenados						
(E)-nerolidol	*	*	*	*	*	*
α- bisabolol	0,01	0,03	0,03	0,02	0,02	0,03
nootkatone	0,01	*	0,01	*	*	*
Outros compostos oxigenados						
nonanal	0,08	0,09	0,06	*	*	*
acetato de citronelila	0,02	0,03	0,04	0,04	0,02	0,04
acetato de nerila	0,30	0,26	0,19	0,87	0,60	0,19
Tempo de extração (minutos)	15	180	60	15	180	60
Rendimento (%)	0,7	0,8	0,1	0,8	0,8	0,2

MHG: hidrodifusão por micro-ondas e gravidade; HD: hidrodestilação; PF: prensa fria. *

Composto em nível traço. Fonte: adaptado de Sawamura, 2010.

Além disso, os óleos essenciais extraídos por MHG apresentam composição química semelhante à dos obtidos por métodos tradicionais, preservando os compostos majoritários característicos. Esses resultados demonstram que a irradiação por micro-ondas não apenas acelera o processo de extração, como também mantém a integridade química dos óleos essenciais, sem provocar alterações relevantes em sua composição.

Uma alternativa promissora e ambientalmente sustentável para a extração de óleos essenciais é o uso de Solventes Eutéticos Naturais Profundos (NADES, do inglês *Natural Deep Eutectic Solvents*). Esses solventes são obtidos pela combinação de compostos naturais como álcoois, ácidos orgânicos, aminoácidos e açúcares, os quais interagem por meio de ligações de hidrogênio, formando sistemas líquidos com propriedades físico-químicas adequadas para processos extractivos (Acosta-Vega et al., 2025). Entre as principais vantagens dos NADES destacam-se a baixa toxicidade, biodegradabilidade, compatibilidade com compostos bioativos e a origem renovável dos constituintes, o que os torna atraentes sob a perspectiva da química verde. Um exemplo notável desta aplicação de NADES na extração de óleos essenciais ressalta que a associação entre NADES e técnicas como a extração assistida por micro-ondas (MAHD), pode melhorar significativamente a eficiência do processo (Acosta-Vega et al., 2025).

6 Adulterações comuns em óleos essências de citros

Uma prática recorrente na adulteração de óleos essenciais cítricos, com o intuito de reduzir os custos de produção, consiste na adição de óleos vegetais (triacilglicerois) de baixo valor comercial. Tais óleos são geralmente escolhidos por sua ampla disponibilidade e por apresentarem densidade semelhante à dos óleos essenciais, sendo utilizados como agentes de diluição (Do et al., 2015; Cordella et al., 2002). Esse tipo de adulteração compromete de forma significativa as propriedades químicas e sensoriais do produto, especialmente seu aroma, tornando-o inadequado para aplicações nas indústrias de perfumaria e em outros segmentos que exigem alta qualidade olfativa (Do et al., 2015).

Outra forma comum de adulteração ocorre por meio da adição de compostos sintéticos ou naturais isolados, prática geralmente observada ao longo da cadeia de produção e comercialização de óleos essenciais (Martins et al., 2011). Essa estratégia é frequentemente utilizada com o objetivo de atender aos critérios de padronização estabelecidos por normas de qualidade, as quais determinam limites específicos para a concentração de certos constituintes químicos dos óleos essenciais, como ilustrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Requisitos de qualidade de óleos essenciais de tangerinas (*Citrus reticulata* Blanco) pelas normas da International Standard Organization (ISO) e pela Farmacopéia Européia (FE).

Componente	FE (% mín - max)	ISO (% mín - máx)	Descriptor de odor
α-pineno	1,6 a 3	2 a 3	pinho, terebintina
sabineno	< 0,3	-	pimenta, madeira,
β-pineno	1,2 a 2,0	1,2 a 2	pinho, resina,
mirceno	1,5 a 2,0	1,5 a 2	Balsâmico
p-cimeno	< 1,0	-	cítrico, solvente
limoneno	65,0 a 75,0	65,0 a 75,0	limão, laranja
γ-terpineno	16,0 a 22,0	14,0 a 22,0	Terebintina
antranilato de metila	0,3 a 0,6	0,3 a 0,6	floral, frutado, mel,
α-sinensal	-	0,1 a 0,5	cítrico, doce, frescor

Adaptado de Martins, et al., 2011.

Além da necessidade do atendimento às normas e requisitos de qualidade, outra motivação para adulterações está relacionada à tentativa de aprimorar a qualidade olfativa do produto, principalmente quando este apresenta características sensoriais aquém do esperado devido a variações sazonais, climáticas ou associadas ao processamento. Um exemplo comum e já mencionado anteriormente nesta monografia é a adição de citral (notas sensoriais de limão) ao óleo essencial de limão (*Citrus limon*), visando elevar a concentração desse composto e, assim, valorizar o produto em termos aromáticos e funcionais (Do et al., 2015).

Adulterações também podem ocorrer pela adição de óleos essenciais de outras origens botânicas, não cítricas, motivadas tanto por razões econômicas quanto sensoriais. Esse tipo de fraude consiste na mistura de um óleo mais barato, mas com perfil aromático parcialmente compatível, com um óleo de maior valor, buscando reduzir custos sem comprometer, à primeira vista, as características sensoriais percebidas pelo consumidor (Do et al., 2015). Um dos casos mais recorrentes é a utilização do óleo essencial de laranja-doce (*Citrus sinensis*) como adulterante em outros óleos cítricos de maior valor comercial. Devido à sua ampla disponibilidade como subproduto da indústria

de sucos, o óleo de laranja-doce é o mais acessível economicamente entre os óleos cítricos, sendo, por isso, amplamente empregado como adulterante.

7 Controle de qualidade e autenticidade de óleos essenciais de cítrios

Diante dos problemas relatados anteriormente relacionados a fraudes, o controle de qualidade e a verificação da autenticidade dos óleos essenciais de cítrios são etapas fundamentais para garantir que os produtos comercializados atendam aos padrões internacionais de pureza, composição química e origem botânica.

Nesse contexto, as normas da Organização Internacional de Normalização (ISO) constituem uma referência global no estabelecimento de critérios técnicos para avaliação da qualidade de óleos essenciais cítricos. Essas normas definem parâmetros físico-químicos, perfil cromatográfico e demais características específicas de cada óleo cítrico, servindo como base para a detecção de fraudes e adulterações.

Entre os parâmetros físico-químicos avaliados, destacam-se: aparência, cor, odor, densidade relativa, índice de refração, rotação óptica e resíduo por evaporação. Para fins comparativos, a Tabela 4 apresenta os valores estabelecidos pelas normas ISO 3140 e ISO 855, que tratam da autenticidade dos óleos essenciais de laranja-doce (*Citrus sinensis*) e limão-siciliano (*Citrus limon*), respectivamente. A tabela também indica os métodos analíticos recomendados pelas normas ISO para a análise de cada parâmetro.

Tabela 4 - Características físico-químicas para autenticidade de laranja-doce (*Citrus sinensis*) e limão siciliano (*Citrus limon*), respectivamente.

Características	Requerimentos	Testes ISO	
	Laranja-doce (<i>Citrus sinensis</i>)	Limão siciliano (<i>Citrus limon</i>)	
Aparência	Líquido transparente e fluido	Líquido transparente e fluido	-
Cor	Amarelo, amarelo avermelhado	Amarelo pálido, amarelo-esverdeado pálido	-
Odor	Característico de casca de laranja	Característico de casca de limão	-
Densidade relativa a 20 °C	Entre 0,842 e 8,50	Entre 0,849 e 0,858	ISO 279
Índice de refração a 20 °C	Entre 1,470 e 1,476	Entre 1,474 e 1,476	ISO 280
Rotação óptica	Entre +94° e +99°	Entre +57° e +65°	ISO 592
Resíduo na evaporação	Entre 1,0 % e 4,0 %	Entre 1,6 % e 3,9 %	ISO 4715

Fonte: adaptado de ISO 3140 e ISO 855.

Quanto ao perfil cromatográfico, as normas especificam faixas mínimas e máximas para os principais constituintes voláteis dos óleos essenciais, como limoneno, β-pineno, linalol, mirceno e citral. A Tabela 5 resume esses dados conforme estabelecido na norma ISO 3140:30, referente ao óleo de laranja-doce (*Citrus sinensis*). Complementarmente, a norma ISO 9235 define o conceito de óleo essencial e estabelece que, para ser considerado natural e autêntico, o produto deve ser obtido exclusivamente por processos físicos, como prensagem a frio ou destilação, sem adição de substâncias sintéticas, compostos isolados ou resíduos industriais.

Tabela 5 - Perfil cromatográfico para laranja-doce (*Citrus sinensis*).

Componente	Mínimo (%)	Máximo (%)
α-pineno	0,4	0,8
β-pineno	0,02	0,15
sabineno	0,2	1
mirceno	1,5	3,5
limoneno	93	96
n-octanal	0,1	0,6
n-nonanal	0,01	0,1
n-decanal	0,1	0,7
linalol	0,15	0,7
neral	0,03	0,1
valenceno	0,01	0,4
geranal	0,05	0,2
β-sinensal	0,01	0,06

Fonte: ISO 3140.

Para aplicações na indústria farmacêutica, os óleos essenciais devem atender aos requisitos estabelecidos pelas farmacopeias nacionais (Brasil, 2024). No Brasil, a *Farmacopeia Brasileira* é o código oficial que determina os padrões mínimos de qualidade para insumos farmacêuticos, medicamentos e produtos para a saúde. Disponibilizada gratuitamente pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), essa publicação estabelece critérios relacionados às características físico-químicas, métodos de extração, procedimentos analíticos, perfil cromatográfico, bem como diretrizes para embalagem e armazenamento. Em relação aos óleos cítricos, a *Farmacopeia Brasileira* apresenta monografias específicas para os óleos de laranja-amarga (*Citrus aurantium*), laranja-doce (*Citrus sinensis*) e limão (*Citrus × limon*).

8 Métodos analíticos para o controle de qualidade e autenticidade de óleos essenciais de citros

8.1 Análise Sensorial

A análise sensorial pode ser empregada como etapa inicial na avaliação da autenticidade de óleos essenciais, sendo definida como o exame das propriedades organolépticas do produto por meio dos sentidos humanos. Esse método permite avaliar

características como odor e aparência das amostras, comparando-as com os descritores sensoriais definidos nas normas técnicas. A análise sensorial pode ser conduzida de forma simples, por meio da verificação de conformidade ou não conformidade com o perfil sensorial esperado, ou de maneira mais elaborada, com aplicação de métodos estatísticos e comparação rigorosa com amostras-padrão (Brasil, 2024).

Contudo, quando realizada isoladamente, a análise sensorial pode ser limitada diante de adulterações mais sutis, que não produzem alterações perceptíveis ao olfato humano. Por esse motivo, torna-se indispensável o uso de técnicas analíticas instrumentais mais avançadas, como: cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) ou detector de ionização de chama (GC-FID), a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), a espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e a espectroscopia por ressonância magnética nuclear (RMN).

8.2 GC-MS e GC-FID

A cromatografia gasosa (GC), associada à espectrometria de massas (GC-MS) ou ao detector de ionização de chama (GC-FID), é uma das principais técnicas empregadas na caracterização e no controle de autenticidade de óleos essenciais cítricos (Bonaccorsi et al., 2012). Essa escolha se justifica pelo fato de que a maior parte da composição desses óleos corresponde à fração volátil, que pode representar de 85% a 99%, dependendo da espécie vegetal, das condições de extração e armazenamento, da origem geográfica e do período de colheita (Haro-Guzmán, 2011).

A GC permite a separação dos compostos voláteis presentes nos óleos, geralmente utilizando colunas capilares de alta eficiência, com dimensões típicas de 25 a 30 metros de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 µm de espessura de fase estacionária. As fases estacionárias podem ser apolares, como o polidimetilsiloxano ou misturas contendo 5% de difenil e 95% de polidimetilsiloxano, ou polares, como o polietilenoglicol, dependendo do perfil dos compostos a serem separados (Tranchida et al., 2012).

A identificação dos constituintes é realizada por GC-MS, com base em espectros de massas, índices de retenção linear (IRL) e comparação com padrões comerciais. A

quantificação, por sua vez, é geralmente feita por GC-FID, com base nas áreas relativas dos picos cromatográficos (Tranchida et al., 2012).

Essa abordagem é altamente eficaz para determinar a autenticidade dos óleos essenciais e, quando aplicável, identificar o tipo e até o grau de adulteração. No entanto, limitações podem surgir devido à presença de compostos com pontos de ebulição semelhantes, como ocorre com o limoneno e o 1,8-cineol, ou com o nerol e o citronelol, que podem apresentar coeluição em colunas apolares.

Nesses casos, o uso de índices de retenção linear com temperatura programada, aliados à comparação com padrões autênticos e bibliotecas de espectros de massas, torna-se essencial para garantir a correta identificação dos compostos. Ainda assim, a GC, especialmente quando associada à espectrometria de massas, permanece como uma das ferramentas mais robustas e confiáveis para a avaliação da autenticidade de óleos essenciais cítricos, oferecendo alta sensibilidade, seletividade e reproduzibilidade.

8.3 HPLC

Embora a maior parte da composição dos óleos essenciais cítricos seja formada por compostos voláteis, os constituintes não voláteis também desempenham um papel relevante no controle de qualidade e na detecção de adulterações (Russo et al., 2015). Entre esses compostos, destacam-se os heterocíclicos oxigenados, como cumarinas, psoralenos e flavonas polimetoxiladas, naturalmente presentes em óleos cítricos obtidos por prensagem a frio (Liu et al., 2025). Essas substâncias apresentam ampla diversidade estrutural e distribuição específica entre as diferentes espécies do gênero *Citrus*, o que as torna importantes marcadores químicos para a caracterização e verificação da autenticidade dos óleos essenciais cítricos.

Nesse contexto, a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), especialmente em fase reversa, constitui uma ferramenta destacada na análise de adulteração de óleos essenciais cítricos (Liu et al., 2025). Sua aplicação complementa as técnicas baseadas em GC, oferecendo maior sensibilidade para a detecção de compostos não voláteis.

Do ponto de vista metodológico, os compostos heterocíclicos oxigenados presentes nos óleos cítricos exibem forte absorção na região do ultravioleta (UV), com

comprimento de onda máximo próximo de 315 nm, o que possibilita sua detecção eficiente por sistemas HPLC acoplados a detectores UV (Russo et al., 2015).

8.4 FTIR

A espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica analítica rápida, não destrutiva, confiável e de baixo custo, capaz de fornecer informações sobre a estrutura química de materiais por meio da geração de um perfil espectral característico.

Estudos indicam que o óleo essencial de limão siciliano (*Citrus limon*) é frequentemente alvo de adulteração, principalmente pela adição de óleo essencial de laranja-doce (*Citrus sinensis*) e diluentes sintéticos, como álcool benzílico e miristato de isopropila (Silva-Santos et al., 2005). A aplicação do FTIR, especialmente quando associada a ferramentas de quimiometria, tem se mostrado eficaz na detecção e quantificação desses adulterantes, mesmo em concentrações que variam de 0 a 50% (v/v) (ISO 9235:2021).

A principal vantagem do FTIR reside em sua capacidade de análise direta, sem necessidade de preparo complexo da amostra ou uso de reagentes. Quando combinada com métodos estatísticos multivariados, como os empregados na quimiometria, a técnica torna-se ainda mais robusta, permitindo não apenas a detecção qualitativa, mas também a quantificação precisa de adulterantes.

8.5 RMN

A espectroscopia por ressonância magnética nuclear (RMN) permite a análise dos padrões isotópicos das moléculas, possibilitando a diferenciação entre compostos de origem natural e sintética (Do et al., 2015). Uma de suas aplicações mais relevantes nesse contexto é a técnica SNIF-NMR (do inglês *Site-Specific Natural Isotope Fractionation*), que quantifica a razão entre deutério e hidrogênio (D/H) em posições específicas da molécula. Essa abordagem contribui para a caracterização da natureza do óleo essencial e para a detecção de possíveis adulterações, como a adição de compostos sintéticos, a exemplo do linalol (Do et al., 2015). Também é possível avaliar a pureza de constituintes como o α-pineno com base em sua distribuição isotópica. Embora

seja uma ferramenta altamente precisa e confiável, a aplicação da RMN exige o isolamento prévio dos compostos, acesso a bancos de dados especializados, profissionais capacitados e elevado investimento em infraestrutura laboratorial.

9. Conclusões

Esta revisão abordou de forma abrangente os óleos essenciais de frutas cítricas (*Citrus spp.*), destacando sua composição química, que envolve rotas biossintéticas de terpenos e sesquiterpenos, que são fundamentais para suas propriedades funcionais e aromáticas. Foram apresentados os principais métodos tradicionais e emergentes de extração, evidenciando avanços que contribuem para maior rendimento e sustentabilidade. A composição química dos óleos essenciais cítricos foi detalhada, com ênfase nos metabólitos voláteis e não voláteis que definem sua qualidade e autenticidade.

Além disso, foram discutidas as fraudes mais comuns na comercialização desses óleos essenciais, ressaltando os impactos negativos sobre sua qualidade e valor no mercado. Por fim, foram abordadas as principais técnicas analíticas utilizadas para controle de qualidade e autenticidade demonstrando sua importância para garantir a integridade e a confiabilidade dos óleos essenciais cítricos em diversas aplicações industriais.

Assim, o conhecimento consolidado neste estudo oferece uma base sólida para futuros trabalhos científicos, auxiliando na valorização e no uso seguro dos óleos essenciais de citros.

10 Referências bibliográficas

- Acosta-Vega, L.; Ávila-Rodríguez, J. D.; Montes, S.; Díaz, C. E.; Romero, O. J.; Torres, M. D. Exploring natural deep eutectic solvents (NADES) for enhanced essential oil extraction: current insights and applications. *Molecules*, v. 30, n. 2, p. 284, 2025. DOI: 10.3390/molecules30020284.
- Azevedo, M. C.; Marques, S.; Cristofani-Yaly, M.; Azevedo, F. A.; Bastianel, M.; Carneiro, R. L.; Bogusz, S. Essential oil profiling of six new citrus hybrids from murcott tangor and pera sweet orange. *Journal of Essential Oil Research*, v. 31, n. 5, p. 400–408, 2019. DOI: 10.1080/10412905.2019.1596845.
- Azghar, A.; Dalli, M.; Azizi, S.; Benaissa, E. M.; Ben Lahlou, Y.; Elouennass, M.; Maleb, A. Chemical composition and antibacterial activity of citrus peels essential oils against multidrug-resistant bacteria: a comparative study. *Journal of Herbal Medicine*, v. 42, 100799, 2023. DOI: 10.1016/j.hermed.2023.100799.
- Baser, K. H. C.; Buchbauer, G. *Handbook of essential oils: science, technology, and applications*. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2020.
- Berger, R. G. (Ed.). *Flavours and fragrances: chemistry, bioprocessing and sustainability*. Dordrecht: Springer Science & Business Media, 2007.
- Bicchi, C.; Joulain, D. Techniques for preparing essential oils and aromatic extracts. *Flavour and Fragrance Journal*, Hoboken, v. 33, p. 133–134, 2018.
- Bizzo, H. R.; Rezende, C. M. O mercado de óleos essenciais no Brasil e no mundo na última década. *Química Nova*, v. 45, n. 8, p. 949–958, 2022. DOI: 10.21577/0100-4042.20170889.
- Bonaccorsi, I.; Sciarrone, D.; Schipilliti, L.; Dugo, P.; Mondello, L.; Dugo, G. Multidimensional enantio gas chromatography/mass spectrometry and gas chromatography–combustion-isotopic ratio mass spectrometry for the authenticity assessment of lime essential oils (*C. aurantifolia* Swingle and *C. latifolia* Tanaka). *Journal of Chromatography A*, v. 1226, p. 87–95, 2012. DOI: 10.1016/j.chroma.2011.10.038.
- Bousbia, N.; Vian, M. A.; Ferhat, M. A.; Meklati, B. Y.; Chemat, F. A new process for extraction of essential oil from citrus peels: microwave hydrodiffusion and gravity. *Journal of Food Engineering*, v. 90, n. 3, p. 409–413, 2009. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2008.06.034.
- Brasil. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Farmacopeia Brasileira. 7. ed., v. 2: Plantas medicinais. Brasília, DF: Anvisa, 2024. Disponível em: <http://bibliotecadigital.anvisa.gov.br/jspui/handle/anvisa/11975>. Acesso em: 26 maio 2025.
- Breitmaier, E. *Terpenes: flavors, fragrances, pharmaca, pheromones*. 1. ed. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft mbH, 2006. ISBN: 978-3-527-60910-9.
- Cordella, C.; Moussa, I.; Martel, A. C.; Sbirrazzuoli, N.; Cuq, J. L. Recent developments in food characterization and adulteration detection: technique-oriented perspectives. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 50, n. 7, p. 1751–1764, 2002. DOI: 10.1021/jf0110962.

Del Río, J. A.; Díaz, L.; García-Bernal, D.; Blanquer, M.; Ortúño, A.; Correal, E.; Moraleda, J. M. Furanocoumarins: biomolecules of therapeutic interest. In: Atta-ur-Rahman (Ed.). *Studies in Natural Products Chemistry*, v. 43. Amsterdam: Elsevier, 2014. p. 177–220. DOI: 10.1016/B978-0-444-63430-6.00005-9.

Dev, A. R. A.; Mol, J. S. Volatile chemical profiling and distinction of citrus essential oils by GC analyses with correlation matrix; evaluation of its in vitro radical scavenging and microbicidal efficacy. *Results in Chemistry*, v. 7, 101460, 2024. DOI: 10.1016/j.rechem.2024.101460.

Do, T. K. T.; Hadji-Minaglou, F.; Antoniotti, S.; Fernandez, X. Authenticity of essential oils. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, v. 66, p. 146–157, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2014.10.007>

García-Salas, P.; Gómez-Caravaca, A. M.; Arráez-Román, D.; Segura-Carretero, A.; Guerra-Hernández, E.; García-Villanova, B.; Fernández-Gutiérrez, A. Influence of technological processes on phenolic compounds, organic acids, furanic derivatives, and antioxidant activity of whole-lemon powder. *Food Chemistry*, v. 141, n. 2, p. 869–878, 2013. DOI: 10.1016/J.FOODCHEM.2013.02.124.

Gorinstein, S.; Martín-Belloso, O.; Park, Y. S.; Haruenkit, R.; Lojek, A.; Číž, M.; Trakhtenberg, S. Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits. *Food Chemistry*, v. 74, n. 3, p. 309–315, 2018. DOI: 10.1016/S0308-8146(01)00157-1.

Grover, S., Aggarwal, P., Kumar, A, Kaur, S., Yadav, R., Babbar, N. Utilizing citrus peel waste: a review of essential oil extraction, characterization, and food-industry potential. *Biomass Conversion and Biorefinery*, v. 15, p. 5043–5064, 2025. DOI: 10.1007/s13399-024-05382-y.

Haro-Guzmán, L. In: Dugo, G.; Mondello, L. (Eds.). *Citrus oils: composition, advanced analytical techniques, contaminants, and biological activity*. Boca Raton: CRC Press, Taylor and Francis Group, 2011. p. 193.

Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE). Produção de laranja 2017–2023. Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/explica/producao-agropecuaria/laranja/br>. Acesso em: 29 jun. 2025.

International Organization for Standardization. ISO 3140:2020. Oil of sweet orange (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck). 4. ed. Geneva: ISO, 2020.

International Organization for Standardization. ISO 855:2013. Oil of lemon (*Citrus limon* (L.) Burm. f.). 4. ed. Geneva: ISO, 2013.

International Organization for Standardization. ISO 9235:2021 – Aromatic natural raw materials – Vocabulary. Geneva: ISO, 2021.

Krieger, C.; Roselli, S.; Kellner-Thielmann, S.; Galati, G.; Schneider, B.; Grosjean, J.; Olry, A.; Ritchie, D.; Matern, U.; Bourgaud, F.; Hehn, A. The CYP71AZ P450 subfamily: a driving factor for the diversification of coumarin biosynthesis in apiaceous plants. *Frontiers in Plant Science*, v. 9, p. 820, 2018. DOI: 10.3389/fpls.2018.00820.

Liu S, Li S, Ho C-T. Oxygen heterocyclic compounds (OHCs) in lemon oils are important markers in targeted HPLC analyses for authentication. *Food Science and Human Wellness*, 2025, 14(2): 9250027. <https://doi.org/10.26599/FSHW.2024.9250027>

Martín, M. A.; Siles, J. A.; Chica, A. F.; Martín, A. Biomethanization of orange peel waste. *Bioresource Technology*, v. 101, n. 23, p. 8993–8999, 2010. DOI: 10.1016/j.biortech.2010.06.133.

Martins, A. P.; Nogueira, M. T.; Costa, M. C.; Salgueiro, L. Requisitos de qualidade em óleos essenciais: a importância das monografias da Farmacopeia Europeia e das normas ISO. *Revista de Fitoterapia*, Valencia, v. 11, n. 2, p. 133–145, 2011.

Navarra, M.; Mannucci, C.; Delbò, M.; Calapai, G. Citrus bergamia essential oil: from basic research to clinical application. *Frontiers in Pharmacology*, 2015. DOI: 10.3389/fphar.2015.00036.

Park, M. K.; Cha, J. Y.; Kang, M.-C.; Jang, H. W.; Choi, Y.-S. The effects of different extraction methods on essential oils from orange and tangor: from the peel to the essential oil. *Food Science & Nutrition*, v. 12, n. 2, p. 804–814, 2024.

Perjadi, N.; Nurzaman, M.; Doni, F.; Julaeha, E. Elucidation of the composition, antioxidant, and antimicrobial properties of essential oil and extract from Citrus aurantifolia (Christm.) Swingle peel. *Saudi Journal of Biological Sciences*, v. 31, n. 6, 103987, 2024. DOI: 10.1016/j.sjbs.2024.103987.

Raspo, M. A.; Vignola, M. B.; Andreatta, A. E.; Juliani, H. R. Antioxidant and antimicrobial activities of citrus essential oils from Argentina and the United States. *Food Bioscience*, v. 36, 100651, 2020. DOI: 10.1016/j.fbio.2020.100651.

Rezzadori, K.; Benedetti, S.; Amante, E. R. Proposals for the residue's recovery: orange waste as raw material for new products. *Food and Bioproducts Processing*, v. 90, n. 4, p. 606–614, 2012. DOI: 10.1016/j.fbp.2012.06.002.

Richa, R.; Kohli, D.; Vishwakarma, D.; Mishra, A.; Kabdal, K.; Kothakota, A.; Richa, S.; Sirohi, R.; Kumar, R.; Naik, B. Citrus fruit: classification, value addition, nutritional and medicinal values, and relation with pandemic and hidden hunger. *Journal of Agriculture and Food Research*, v. 14, 100718, 2023. DOI: 10.1016/j.jafr.2023.100718.

Russo, M., Bonaccorsi, I., Costa, R., Trozzi, A., Dugo, P., & Mondello, L. (2015). Reduced time HPLC analyses for fast quality control of citrus essential oils. *Journal of Essential Oil Research*, 27(4), 307–315. <https://doi.org/10.1080/10412905.2015.1027419>

Sawamura, M. (Ed.). *Citrus essential oils: flavor and fragrance*. Hoboken: Wiley, 2010. 410 p.

Sharma, K.; Mahato, N.; Cho, M. H.; Lee, Y. R. Converting citrus wastes into value-added products: economic and environmentally friendly approaches. *Nutrition*, v. 34, p. 29–46, 2017. DOI: 10.1016/j.nut.2016.09.006.

Silva-Santos, A., Antunes, A., D'Avila, L., Bizzo, H., Souza-Santos, L. The use of essential oils and terpenics/terpenoids in cosmetics and perfumery. *Perfumer and Flavorist*, v. 30, n. 8, p. 50, 2005.

Simões, C. M. O.; Schenkel, E. P.; Gosmann, G.; Mello, J. C. P.; Mentz, L. A.; Petrovick, P. R. Farmacognosia: da planta ao medicamento. 6. ed. Porto Alegre: UFRGS, 2016.

Tetrapak. The orange book. Pully: Tetrapak, 2020. Disponível em: <https://orangebook.tetrapak.com/>. Acesso em: 20 maio 2025.

United States Department of Agriculture (USDA). Citrus: world markets and trade. Washington, D.C.: Foreign Agricultural Service, jan. 2025. Disponível em: <https://www.fas.usda.gov/data/citrus-world-markets-and-trade>. Acesso em: 8 abr. 2025.

Vian, M. A.; Tomao, V.; Gallet, S.; Coulomb, P.; Chemat, F. Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils. *Journal of Chromatography A*, v. 1190, n. 1–2, p. 14–17, 2008. DOI: 10.1016/j.chroma.2008.03.023.

Wang, H.; Zhou, X.; Deng, Y.; Zhang, R.; Fu, K.; Huang, J.; Huang, Q.; Zeng, C.; Liu, D.; Wang, W. Variations in volatile components and biological activities of essential oils from *Citrus aurantium* ‘changshanhuyou’ at different growth and ripening stages. *Food Research International*, v. 197, p. 115303, 2024. DOI: 10.1016/j.foodres.2024.115303.

Zema, D. A.; Calabrò, P. S.; Folino, A.; Tamburino, V.; Zappia, G.; Zimbone, S. M. Valorisation of citrus processing waste: a review. *Waste Management*, v. 80, p. 252–273, 2018. DOI: 10.1016/j.wasman.2018.09.024.