



ADRIENE SIMÕES PIRES

**INFLUÊNCIA DA COMPLEXAÇÃO COM β -
CICLODEXTRINA NA VOLATILIZAÇÃO E OXIDAÇÃO DE
COMPONENTES PRESENTES NO ÓLEO ESSENCIAL DE
LARANJA**

LAVRAS - MG

2023

ADRIENE SIMÕES PIRES

**INFLUÊNCIA DA COMPLEXAÇÃO COM β -CICLODEXTRINA NA
VOLATILIZAÇÃO E OXIDAÇÃO DE COMPONENTES PRESENTES NO ÓLEO
ESSENCIAL DE LARANJA**

Monografia apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do curso de Química, para a obtenção do título de Bacharela.

PROF^a DR^a LUCIANA DE MATOS ALVES PINTO

ORIENTADORA

LAVRAS- MG

2023

ADRIENE SIMÕES PIRES

**INFLUÊNCIA DA COMPLEXAÇÃO COM β -CICLODEXTRINA NA
VOLATILIZAÇÃO E OXIDAÇÃO DE COMPONENTES PRESENTES NO ÓLEO
ESSENCIAL DE LARANJA**

Monografia apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do curso de Química, para a obtenção do título de Bacharela.

APROVADA em 08 de março de 2023.

Prof^a Dr^a Juliana Mesquita Freire – UFLA

MSc. Aline de Fátima Silva – UFLA

PROF^a DR^a LUCIANA DE MATOS ALVES PINTO

ORIENTADORA

LAVRAS- MG

2023

In memoriam de minha falecida avó, Maria Lúcia Simões Figueiredo, por sempre me
incentivar;

À minha mãe, meu pai e meu irmão, Rosiléia, João Mário e Álvaro, pelo amor
incondicional, apoio e exemplo;

À minha madrinha, Sidnéia, por sempre me incentivar a buscar meus sonhos e por ser uma
das minhas maiores inspirações;

E a Nossa Senhora Aparecida, minha mãe divina;

Dedico.

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço a Deus e a minha mãe do céu, Nossa Senhora Aparecida. Este sonho só foi possível, graças a muita oração e bênçãos divinas;

Agradeço a minha avó, Maria Lúcia, que apesar de não se fazer mais presente fisicamente, se faz presente em meu coração e minha alma, continuamente ao meu lado, como sempre esteve protegendo, guiando os meus passos e certamente, está muito feliz com mais esta vitória em minha vida;

Agradeço aos meus tios, Gisele, Alcione, Auricélio, Alexandro e Mirele (*in memoriam*). Ter crescido com vocês como exemplo, com certeza me ensinou muito a ser forte. Em especial, agradeço a minha amada Tia Gi, por ter sido minha companheira desde pequena, sempre me amando e cuidando de mim;

Agradeço ainda aos meus primos, por serem parte da minha base, por terem dividido comigo uma infância maravilhosa, que me fez quem sou hoje. Excepcionalmente, minha priminha Cecília, quem me trouxe muitos sorrisos nestes últimos 2 anos;

Agradeço meus tios avós, Dalma, Rosa e Eliezer, pelo acolhimento e contribuição na minha vida acadêmica. Obrigada por tanto cuidado, incentivo, amor, todo o processo de morar longe de casa, foi facilitado pela presença de vocês;

Agradeço imensamente minha madrinha Sidnéia, quem se fez luz, quando eu já não tinha esperanças. Quem acreditou em mim e apostou no meu sonho, quem sempre me elogiou e me ensinou muito sobre gentileza, amor e generosidade. Quem sempre foi e será para sempre, um dos meus maiores exemplo de força e luta. Quem é sempre, um abrigo, um colo quente e amável;

Agradeço aos meus sogros, Olacil e Lúcia Helena, por me acolherem como filha e nos momentos mais difíceis, sempre estarem presentes com palavras de acalento, com um abraço que acalma e sempre cuidarem de mim;

Agradeço ao meu namorado Lucas, por ser tão presente, tão carinhoso, por sempre acreditar em mim, por me ajudar e me acompanhar em todos os momentos de dificuldade. A caminhada da vida ao seu lado, se torna mais leve e mais colorida;

Agradeço aos meus pais, João Mário e Rosiléia. Os senhores são os melhores pais do mundo, me ensinaram muito sobre não desistir dos meus sonhos. Obrigada por toda luta e sacrifício para que eu pudesse estudar. Obrigada por sempre serem incentivo para que eu buscasse meus sonhos, obrigada por todos os ensinamentos, por todo cuidado, todo amor e todo esforço para me ver feliz;

Agradeço a meu sonhado e amado irmãozinho Álvaro. Você chegou a nossa família, para ser minha luz, para me trazer alegria, para me ensinar a dividir e me ensinar muito sobre o amor. Te ver crescer, foi uma das minhas maiores alegrias. Obrigada por sempre me fazer rir e por seu carinho e amor incondicionais;

Agradeço aos meus professores, da Escola Municipal do Ribeirão do Peixe, da Escola Estadual Ângelo Ribeiro Miranda, dos cursinhos, o corpo docente de Química da UFLA, enfim, todos aqueles que passaram em minha vida e que talvez eu não me recorde. Obrigado a vocês, por tanto ensinamento, só estou aqui, porque tive vocês em minha vida. Em especial agradeço minha orientadora, Luciana, por me acompanhar ao longo de todo este processo, dividindo todo seu conhecimento;

Agradeço a Andressa, por me auxiliar quando comecei este projeto, me ensinando e sendo sempre um suporte e uma mão amiga, na época do laboratório;

Agradeço aos meus amigos Gabriela e Emerson, companheiros desde a época de calouros. Obrigada pela companhia, risadas, apoio e carinho;

Agradeço ao CNPq, pelo fomento concedido;

Agradeço ao CAPQ pelos testes realizados;

Agradeço a Refental, pela gentileza de ceder seu laboratório e matéria prima;

E por fim, agradeço a todos aqueles que de algum modo fizeram parte da minha vida e contribuíram para que este sonho se tornasse realidade;

Muito obrigada!

RESUMO

A vertente de cosméticos e produtos de higiene é um importante mercado em constante ascensão. Os óleos essenciais são um dos principais insumos na indústria de fragrâncias, estes são metabólitos secundários de plantas caracterizados pelo seu odor agradável. O óleo essencial de laranja (OEL), é usado constantemente na formulação de perfumes, entretanto este é facilmente volatilizado a altas temperaturas. Desse modo, a complexação com ciclodextrinas (CDs) possibilitaria uma maior estabilização dos componentes do OEL, o que beneficiaria sua aplicação em perfumes, já que traria uma maior fixação do aroma. O objetivo do trabalho foi obter um material capaz de ser usado em formulações cosméticas, garantindo-lhe características organolépticas agradáveis, com maior durabilidade, de modo a obter-se um produto de maior ou igual qualidade a aqueles que existem no mercado. Os experimentos foram realizados no laboratório de Bioquímica do Departamento de Química da Universidade Federal de Lavras. Alguns testes foram realizados a fim de caracterizar os complexos de inclusão formados, sendo estes obtidos por malaxagem e coprecipitação, em estequiometria 1:1 e 1:2. Ademais, também buscou-se caracterizar o OEL, onde por meio da análise da técnica de cromatografia gasosa acoplada ao espectro de massas, pode-se inferir que a composição do óleo essencial se dá majoritariamente pela presença da molécula de limoneno (92,2%), como esperado para óleos de cítricos. Já para a caracterização dos complexos, foram utilizadas técnicas como a espectroscopia de infravermelho, determinação da eficiência de complexação por meio do espectrofotômetro UV-Vis, termogravimetria e calorimetria. Os espectros de infravermelho obtidos para os complexos, indicaram a eficiência do procedimento, já que foi observada a ausência de picos característicos do OEL, na faixa de 1447 cm^{-1} , nas curvas do infravermelho obtidas para os complexos. Nas análises termogravimétricas e calorimétricas, foram observadas a ausência de picos de degradação características do OEL, ademais para o perfil das curvas de ambas as técnicas, quando comparados os complexos e a CD, foi percebido a similaridade dessas. Isso ocorre, pois, a molécula hóspede encontra-se protegida na cavidade da CD, portanto, provocando que o complexo possua curvas termogravimétricas e calorimétricas o mais próximo da obtida para a CD. As análises da eficiência de complexação, foram feitas no dia do preparo do complexo, sendo observado elevado valor de eficiência para ambos os processos, corroborando o que já foi apontado pelos resultados dos demais testes. No tocante, estabilidade acelerada, onde estudou-se a aplicabilidade do material obtido quando aplicado a um perfume, este, no que diz respeito a fixação, obteve excelentes resultados. Entretanto, devido à alta concentração necessária de óleo essencial, utilizou-se uma quantidade grande do complexo, saturando a solução do perfume, havendo a formação de precipitado. Sendo assim, pode-se inferir que a complexação entre OEL e ciclodextrina (CD) foi eficiente, havendo variação na eficiência devido a estequiometria escolhida ou ainda o método de complexação adotado. Outrossim, o perfume preparado, apesar de ter fixado melhor a fragrância ao longo do tempo, promoveu a precipitação do complexo de inclusão, havendo então a necessidade de ajustes para que a metodologia usada possa ser futuramente aplicada.

Palavras-chave: Cosméticos. Perfumes. Fixação. Complexo de inclusão. Citrus Sinensis.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 REFERENCIAL TEÓRICO	11
2.1 Perfumes	11
2.1.1 História	11
2.1.2 Ciência por trás da fabricação de fragrâncias	14
2.1.2.1 Solventes	14
2.1.2.2 Fixadores	14
2.1.2.3 Fragrâncias	15
2.2 Óleos essenciais	17
2.2.1 Óleo essencial de laranja	19
2.3 Ciclodextrinas	21
2.4 Complexos de inclusão	22
2.4.1 Complexos de inclusão com óleos essenciais	24
3 MATERIAIS E MÉTODOS	25
3.1 Caracterização do óleo essencial de laranja por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa	25
3.2 Preparo do complexo de inclusão	25
3.2.1 Precipitação	26
3.2.2 Malaxagem	26
3.3 Caracterização do óleo essencial complexado	26
3.3.1 Termogravimetria	26
3.3.2 Identificação dos grupos funcionais por espectroscopia de infravermelho	27
3.3.3 Calorimetria exploratória diferencial	27
3.4 Determinação da eficiência de complexação	27
3.5 Preparo do perfume	27
3.5.1 Avaliação da estabilidade	28
3.5.1.1 Estufa	29
3.5.1.2 Geladeira	29
3.5.1.3 Exposição a luz	29
3.5.1.4 Prateleira ou amostra padrão	29
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
4.1 Caracterização do óleo essencial de laranja por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa	30
4.2 Caracterização do óleo essencial de laranja complexado	31

4.2.1 Termogravimetria	31
4.2.2 Identificação dos grupos funcionais por espectroscopia de infravermelho	32
4.2.3 Calorimetria exploratória diferencial	34
4.2.4 Determinação da eficiência da complexação	35
4.3 Preparo do perfume	36
4.3.1 Avaliação da estabilidade	37
4.3.1.1 Perfume 1	37
4.3.1.2 Perfume 2	37
4.3.1.3 Perfume 3	38
4.3.2 Análise comparativa entre os as três formulações	38
5 CONCLUSÃO	40
REFERÊNCIAS	41
APÊNDICES	46
ANEXO	54

1 INTRODUÇÃO

A todo momento somos atordoados por inúmeros aromas e cheiros provenientes de várias fontes, sejam das flores e plantas, na preparação de alimentos, ou em formulações cosméticas, como os perfumes. A atração por esses cheiros, não é algo recente, uma vez que há registros de civilizações anteriores aos mesopotâmicos que utilizavam incensos para aromatizar os ambientes e também, desenvolveram vidrarias adequadas para o armazenamento destes produtos. Registros históricos associam o uso de perfumes para fins religiosos ou com a finalidade de tratar doenças (CANDIDO, 2015; COELHO; MOREIRA; AFONSO, 2018).

A produção de fragrâncias é uma importante vertente da área de cosméticos e produtos de higiene. Estes produtos, além de serem usados para a produção de perfumes, são usados em desodorantes, géis e diversas outras formulações cosméticas. As fragrâncias podem ainda serem usadas para mascarar odores desagradáveis, que possam surgir ao se finalizar alguma formulação, garantindo que o produto seja mais agradável e tenha maior aceitabilidade dos consumidores (NUMANOĞLU et al., 2007).

A crescente área de estudo da perfumaria, levou a busca por diversas fragrâncias que possam dar aos produtos características únicas. Um insumo altamente utilizado são os óleos essenciais e esses, por sua vez, são metabólitos secundários de algumas plantas, caracterizados pelo odor agradável, além de terem diversas outras funcionalidades, como repelência e ação antifúngica (MACHADO,2011, CANDIDO,2015; FERREIRA,2016; CUCOLO,2009).

O óleo essencial (OE) obtido a partir da casca da laranja, é constituído majoritariamente de componentes voláteis, tendo, portanto, uma vida útil bem curta quando em temperatura ambiente. Desse modo, a complexação com ciclodextrinas (CDs), traria uma maior fixação do aroma, fazendo com que esse seja liberado controladamente e prevenindo ainda, possíveis alergias tóxicas (CANDIDO,2015; KRINGEL,2019; MARÓSTICA JÚNIOR,2007).

A produção do óleo essencial de laranja (OEL) é bem comum, já que o Brasil planta e colhe uma grande quantidade de laranja, que atende a demanda de diversos países. Ademais, o OEL é retirado da casca, que é um subproduto da indústria de sucos, levando ao aproveitamento de todo o material, gerando menos resíduos (JÚNIOR; PASTORE, 2007; KRINGEL, 2019).

Desse modo, o objetivo do trabalho foi obter os complexos através de metodologias e estequiometrias diferentes, a fim de avaliar a eficiência destas metodologias e a influência da complexação sob a volatilização dos componentes do óleo essencial de laranja.

Por fim, sendo o material testado em uma formulação cosmética, no caso em um perfume, com a finalidade de se que suas características organolépticas tenham maior durabilidade, de modo a obter-se um produto de maior ou igual qualidade a aqueles que existem no mercado. Sendo o perfume preparado avaliado segundo sua estabilidade.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Perfumes

Segundo a resolução número 22, do ano de 1976 da CNNPA (Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos) as fragrâncias são aquelas substâncias possuidoras de propriedades odoríferas, sendo estes um dos componentes principais nas formulações de perfumes. A arte da perfumaria consiste na junção de diversas fragrâncias, formando um aroma único e inconfundível e a essa mistura podem ser adicionados ainda os solventes e os fixadores, que contribuem para a durabilidade dos mesmos (COSTA et al., 2014; SPEZIALI, 2012).

2.1.1 História

Os perfumes são um dos produtos cosméticos mais antigos, tendo registros de seu uso há cerca de 5000 anos ou até antes, uma vez que esse pode ser relacionado aos cheiros e aromas dos preparos de alimentos ou artigos medicinais, utilizados nas civilizações mais pré-históricas. A própria palavra perfume tem origem bem antiga, já que em civilizações posteriores era comum a queima de madeiras com algumas ervas, especialmente durante atos religiosos, daí o nome *per-através e fumum*-fumaça. Essa relação do uso de ervas aromáticas e religião é comum até os dias atuais sendo visto na igreja católica, onde existe o hábito da queima de incensos em algumas celebrações (ASHCAR, 2007; LUCCA, 2010; SPEZIALI, 2012).

O uso dos perfumes é atrelado aos egípcios, por volta de 3000 a.C, já que os seus sacerdotes são considerados os primeiros perfumistas da história. Através da mistura de flores, frutos, especiarias entre outros, estes criavam combinações aromáticas que foram usadas pela nobreza egípcia. As formulações aromáticas preparadas eram muito usadas também no embalsamento dos cadáveres, já que para eles a “fumaça” aromática advinda dos perfumes os levariam até seus deuses. Era comum a extração de alguns óleos, como os de açafraão, gergelim, semente de abóbora, azeitona, mirra, canela e cedro, especiarias e plantas comuns na região. A mirra, por exemplo, era comumente usada na mumificação dos mortos, e foi encontrada no século XX na resina que envolvia o corpo embalsamado de Ramsés V. (ASHCAR, 2007; ASSIS, 2015; DE BARROS, 2007; LUCCA, 2010).

As matérias primas principais eram largamente comercializadas pelos assírios, persas e babilônios, que acabaram por aprender junto aos egípcios a arte da perfumaria, expandindo essa ciência a novos horizontes. Os árabes, em especial, foram responsáveis por elevar essa arte a

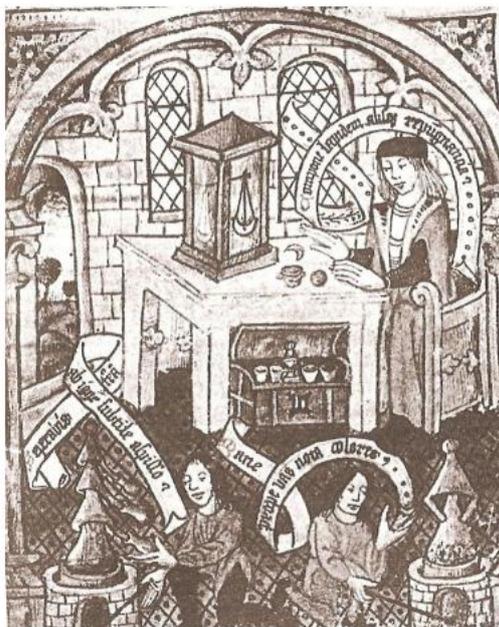
um novo patamar, desenvolvendo a extração de essências de algumas plantas, criando as “águas de rosas ou de violetas” (ASSIS, 2015; LUCCA, 2010).

A mitologia grega também está intimamente atrelada ao uso de óleos perfumados, para a civilização grega, os aromas exalados pelos óleos e preparados aromáticos atraíam a atenção de seus Deuses, além de serem usados como uma arma de sedução, já que a maioria das mulheres de Atenas, se utilizavam dos perfumes da época. Os óleos aromáticos eram adicionados em suas comidas e vinhos, o que demonstra a presença destes no cotidiano dessa civilização. Um grego em especial, foi o precursor dos estudos da perfumaria. Teofrasto, foi o primeiro a escrever sobre essa arte, onde até então, os ensinamentos e formulações eram passados apenas de boca em boca ao longo dos anos e das civilizações (ASHCAR, 2007; LUCCA, 2010).

Apesar dos gregos serem aqueles que disseminaram escrituras a respeito da perfumaria, foram os romanos que difundiram o uso dos perfumes como parte de seus rituais de higiene pessoal, sendo este essencial a todas as classes sociais. As casas de banho se tornaram comuns, onde nelas era usual o ato de se passar óleos perfumados por todo o corpo. Os romanos de classes mais elevadas perfumavam até as solas dos pés, ou até mesmo seus cavalos, o que deu a Roma o título de cidade mais perfumada da época (ASHCAR, 2007; ASSIS, 2015; LUCCA, 2010).

No século 8 d.C, os árabes desenvolveram a técnica de destilação (Figura 1), que facilitou a extração de algumas essências como as de noz moscada e rosas, ambas matérias primas advindas da Índia. Posteriormente, a partir do século 12, os italianos, partindo dos estudos de destilação desenvolvidos pelos árabes, chegaram à produção do álcool, que é um veículo facilitador para a produção de inúmeras essências extraídas de plantas. A propagação do uso do perfume, seguiu então com os Cruzados. Estes distribuíram os perfumes das arábias por todo ocidente, uma vez que estes artefatos eram espólio das batalhas que estes travavam. As especiarias e unguentos perfumados do oriente também foram largamente comercializados na Europa ao longo dos anos (ASHCAR, 2007; LUCCA, 2010).

Figura 1: Perfumaria inglesa utilizando-se de um destilador.



Fonte: MACHADO,2011

A partir do século 18, os perfumes passaram a ser produzidos em casas especializadas, com o auxílio dos farmacêuticos que se especializaram nessa arte. As casas de perfume, foram estabelecidas em grandes polos Europeus e Norte Americanos, como em Nova York, Londres e Paris, sendo a última até hoje reconhecida como uma das mais importantes indústrias do ramo dos aromas e perfumes. Nessa mesma época, na cidade de Colônia, na Alemanha, foi criado o elixir da vida, conhecido hoje como água de colônia, que foi usada como perfume e bastante conhecida pelo seu odor refrescante (LUCCA, 2010).

A evolução da química e da indústria perfumista se deu nos séculos posteriores, o que levou à criação de perfumes com misturas de óleos, formando notas únicas e indescritíveis. Foi a partir dessa parte da história, que o perfume começou a seguir a moda, como pode ser observado na Exposição Internacional das Artes Decorativas e das Indústrias Modernas, ocorrida em 1925, em Paris, na França, a aclamada capital da moda e perfumaria. Nesse mesmo período, os perfumes chegaram ao Brasil, trazidos pelos portugueses, que começaram a utilizá-los com frequência, já que sendo o Brasil um país tropical, os banhos eram mais corriqueiros (ASHCAR, 2007; ASSIS, 2015; DE BARROS, 2007; LUCCA, 2010).

Atualmente, o Brasil, apesar de produzir muita matéria prima, não tem relevância quanto a fabricação e venda de perfumes, quando comparados a outros países, apesar de ter potencial

para tal, devido a diversidade de plantas e flores existentes em sua flora. Se tem o registro de cerca de 55.000 espécies vegetais com possibilidade para a extração de óleos. A produção de fragrâncias atualmente atende tanto a perfumaria quanto a outros ramos, como as indústrias de cosméticos para peles ou cabelos, ou até mesmo na produção de produtos de limpeza (MARQUES; TOLEDO, 2007; SPEZIALI, 2012).

2.1.2 Ciência por trás da fabricação de fragrâncias

A composição de um perfume se dá através da mistura de alguns componentes, como os solventes, que geralmente constitui cerca de 78% (m/m) e os fixadores (1% m/m), que contribuem para a fixação do perfume, prolongando o efeito do mesmo por um maior tempo de uso, podendo ser citado o propilenoglicol como um exemplo, além das fragrâncias, que são cerca de 15% (m/m) ou mais da composição final (COSTA et al., 2014; GOMES, 2015).

2.1.2.1 Solventes

Dentre os componentes utilizados como solvente, pode-se destacar o álcool etílico, um material volátil e que quase não interage com os demais componentes da mistura perfumada, além de não causar problemas de irritabilidade quando em contato com a pele. A função desse é solubilizar as essências ou os óleos essenciais, atuando como um veículo para a sua liberação (MACHADO, 2011).

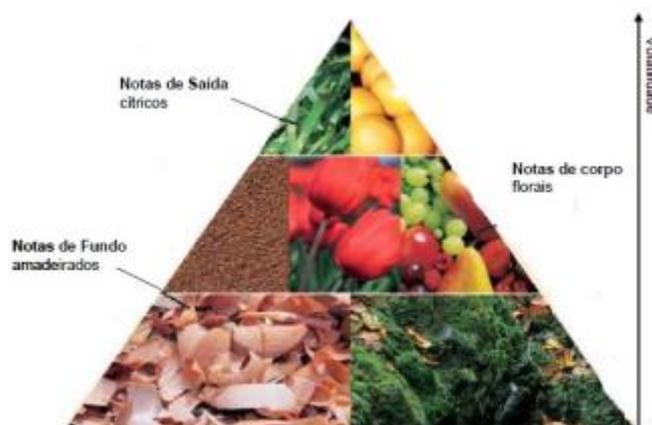
2.1.2.2 Fixadores

Os fixadores são aqueles que apresentam mais estabilidade no quesito volatilização, o que garante que as propriedades olfativas do perfume se fixem por mais tempo e sejam distribuídas de forma mais uniforme, podendo também agregarem algum odor a formulação. Tais materiais usualmente volatilizam mais lentamente, devido a sua temperatura de ebulição mais elevada e seus pesos moleculares também serem mais altos. Os fixadores podem ser tanto moléculas de maior peso molecular que compõem o corpo da fragrância, ou até mesmo fixadores sintéticos, de origem animal ou vegetal. Um exemplo de fixador de origem animal, é o almíscar, material extraído das glândulas do almiscareiro macho. Há ainda os fixadores sintéticos, como benzofenona, cumarina e benzoato de benzil, sendo estas excelentes fixadoras devido ao elevado temperatura de ebulição que apresentam. (MACHADO, 2011; AGUIAR, 2013)

2.1.2.3 Fragrâncias

O perfume é constituído basicamente de 3 notas. A nota de cabeça, a de corpo e a de fundo (Figura 2). A **nota de cabeça**, também conhecida como nota de saída é aquela onde encontram-se os componentes que volatilizam mais facilmente, é frequentemente formada por fragrâncias mais cítricas que representam 15 a 25% do perfume. A **nota de corpo**, é a segunda fragrância sentida pelo sistema olfativo, sendo constituída de odores florais e compõem cerca de 30 a 40% da fragrância. Já a **nota de fundo**, que representa 40 a 55% do perfume, são aqueles aromas caracteristicamente amadeirados, que por sua vez, apresentam composto de alta massa molecular, o que permite sua maior durabilidade e aderência à superfície na qual foi aplicado (GOMES, 2015; JUTTEL, 2007; LUCCA, 2010).

Figura 2: Notas dos perfumes e suas volatilidades.



Fonte: GOMES, 2015.

As fragrâncias utilizadas na composição do perfume podem advir de inúmeras matérias primas, sendo estes os aromas naturais, ou ainda podem ser utilizados os aromas sintéticos, que são aqueles produzidos em laboratório, e que por muitas vezes, podem ou não se assemelhar a aromas naturais de algumas plantas. As fragrâncias naturais são extraídas, portanto, de flores, frutos, raízes, ou até mesmo alguns animais. Através de técnicas que têm como princípio a volatilidade, temperatura de ebulição e solubilidade destes materiais, é possível extraí-los. Os óleos essenciais são produtos obtidos através dessas extrações, podendo ser utilizadas inúmeras técnicas para este fim (COSTA et al., 2014; LUCCA, 2010).

Os perfumistas, ao longo do século, vêm trabalhando para classificar essas fragrâncias, sejam elas sintéticas ou naturais, conforme demonstrado por Lucca (2010) na seguinte Tabela.

Tabela 1: Família das fragrâncias.

Família	Características
Aldeídica	Aroma sintético, constituído de aldeídos graxos, característicos pelo seu odor floral
Cítrica	Odor advindo de frutas cítricas, caracterizado pela refrescância e leveza
Frutal	Odor característico de frutas comestíveis
Herbácea	Fragrância que lembra folhas e algumas folhagens
Oriental	Característico pelas notas lenhosas, intensas, que promovem uma fragrância doce
Amadeirado	Notas amadeiradas e de raízes aromáticas, encontradas especialmente em perfumes masculinos
Chipre	Nota musgo amadeirada, com um leve aroma cítrico
Floral	Odor que remete a flores, comumente presente em perfumes femininos
<i>Fougère</i>	Apresenta notas cítricas, frutais verdes, de gerânio e de lavanda

Fonte: Adaptado de LUCCA, 2010.

As fragrâncias finas são aquelas usadas pela indústria cosmética, enquanto as usadas em indústrias de materiais de limpeza são denominadas fragrâncias funcionais. Os perfumes ainda

podem ser classificados conforme a concentração de fragrâncias, podendo ser denominadas *parfums* (15 a 30% composto de fragrâncias), *eau de parfum* (8 a 15%), *eau de toilette* (4 a 8%) e *eau de cologne* (2 a 5%) (CANDIDO, 2015).

2.2 Óleos essenciais

Os óleos essenciais são metabólitos secundários de plantas e podem ser extraídos de seu caule, flores, folhas ou frutos, caracterizando-se pelo seu odor agradável, elevada volatilidade, baixa solubilidade em meio aquoso e com coloração normalmente levemente amarelada ou incolor. Esse, desde os primórdios, é a base da arte da perfumaria. Os óleos essenciais, apesar do nome, não apresentam alto teor de substâncias oleaginosas em sua composição, entretanto, o seu aspecto físico assemelha-se a um óleo, já que ele apresenta maior viscosidade em temperatura ambiente, quando comparado a água, por exemplo (ASSIS, 2015; CANDIDO, 2015; LUCCA, 2010).

A essência e os OE, possui inúmeras aplicações, como a indústria cosmética, farmacêutica, ou até mesmo alimentícia, já que alguns óleos podem ser usados como saborizador. Pesquisas ainda indicam que os óleos essenciais possuem funcionalidade antifúngica e antibacteriana (BIZZO; HOVELL; REZENDE, 2009; LIMA et al., 2006).

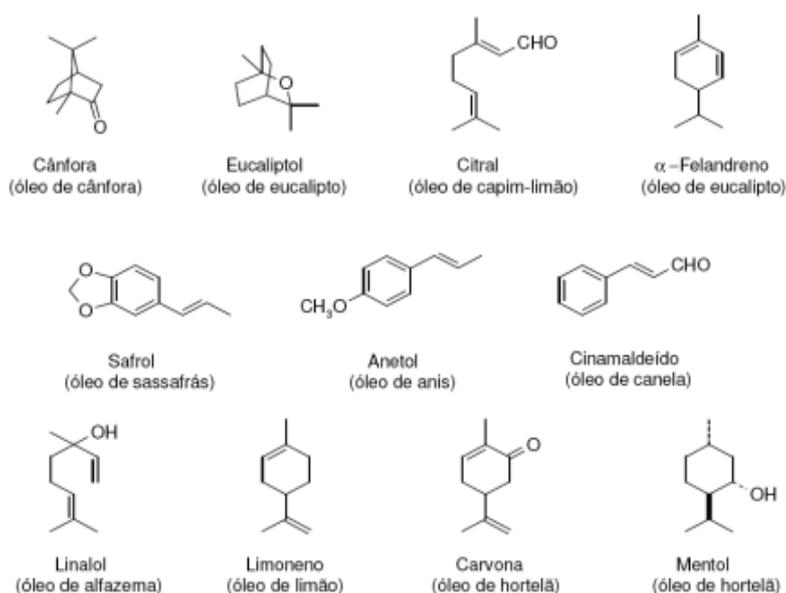
A concentração e composição do OE varia segundo a espécie que está sendo coletada, conforme a parte a qual houve a extração ou ainda a estação, podendo uma mesma planta apresentar óleos com constituições químicas diferentes, uma vez extraindo-se material de porções diferentes do vegetal. A temperatura, exposição ao sol e tipo de solo, são elementos que também interferem na composição química do material, além de poder provocar diferenças no aroma dos mesmos (ASSIS, 2015).

Os óleos essenciais podem ser extraídos por diversas técnicas, devendo essa adequar-se à planta na qual deseja-se trabalhar. Existe o método de arraste a vapor, por fluido supercrítico e com solventes, e ainda a técnica de prensagem a frio, entre outros (DE BARROS, 2007; LUCCA, 2010)

As substâncias presentes nos óleos essenciais são usualmente de baixa massa molecular, podendo ser encontradas moléculas das classes dos monoterpenos, sesquiterpenos, fenilpropanóides, entre outros. Quimicamente, os terpenos caracterizam-se por serem hidrocarbonetos insaturados, sendo formados pela união de unidades de isoprenos (C_5H_8), a

variar do tipo de terpeno, essas unidades se repetem ou não. Dentro destes grupamentos, podem ser localizadas diversas funções orgânicas, como álcoois, aldeídos, cetonas, ácidos carboxílicos, ésteres, hidrocarbonetos, entre outros, como mostra a Figura 3 (MACHADO, 2011; FELIPE, 2017).

Figura 3: Relação entre alguns óleos essenciais e algumas das substâncias químicas que os compõem.



Fonte: MACHADO, 2011.

Atualmente, são produzidos cerca de 300 tipos de óleos essenciais diferentes com relevante importância comercial, onde destacam-se alguns (Tabela 2). O Brasil destaca-se na produção de óleos de alguns cítricos, já que o país é um grande produtor dele. A Índia, China e Indonésia também se destacam, junto ao Brasil, como as 4 maiores nações produtoras de óleos essenciais no mundo (BIZZO; HOVELL; REZENDE, 2009; SILVA, 2018).

Tabela 2: Óleos essenciais produzidos mundialmente

Óleo Essencial	Matéria Prima
Laranja	<i>Citrus sinensis</i> (L.) Osbeck
Eucalipto - Tipo cineol	<i>Eucalyptus globulus</i> Labill., <i>E. polybractea</i> R.T. Baker e <i>Eucalyptus</i> spp.

Limão	<i>Citrus limon (L.) N.L. Burm.</i>
Lima destilada	<i>Citrus aurantifolia (Christm. & Panz.) Swingle</i>
Cedro	<i>Juniperus virginiana L. e J. ashei Buchholz</i>
Cedro	<i>Chamaecyparis funebris (Endl.) Franco</i>
Patchouli	<i>Pogostemon cablin (Blanco) Benth.</i>

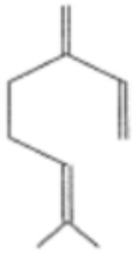
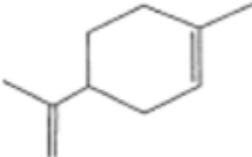
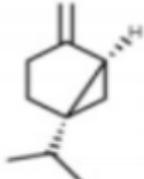
Fonte: Adaptado de BIZZO, 2009.

2.2.1 Óleo essencial de laranja

No Brasil, as frutas cítricas foram trazidas pelos colonizadores e as espécies adaptaram-se com o clima do país fortemente, sendo hoje, encontradas em todo território brasileiro e garantindo ao Brasil o título de um dos maiores produtores mundiais de frutas cítricas, em especial a laranja, fruto produzido pela laranjeira (*Citrus sinensis*). Estima-se que as laranjas tenham tido origem na China, ou na região nordeste da Índia, ou ainda no sudeste da Ásia, havendo uma ampla discussão sobre a real região de origem desta espécie. No Brasil, ao longo dos anos, São Paulo vem se destacando como um dos maiores produtores da fruta no país (ASSUNÇÃO, 2013; BENELLI, 2012; TITA, 2011).

O OEL (*Citrus Sinensis (L.) Osbeck*) é extraído de glândulas localizadas na parte externa da casca e é composto basicamente de terpenos, hidrocarbonetos e compostos oxigenados. Os terpenos são quimicamente caracterizados por uma dupla ligação carbono-carbono sendo assim facilmente oxidados pela luz, o ar e a umidade. Os óleos essenciais extraídos de cítricos possuem 85 a 99% de sua massa composta por componentes voláteis (monoterpenos, sesquiterpenos, sesquiterpenóides), o restante são componentes com baixa volatilidade, sendo o óleo essencial de laranja (OEL) composto de 98% de limoneno, e o restante, uma mistura de outro terpenos e aldeídos alifáticos (Figura 4). O limoneno é insolúvel em água e possui tendência a sofrer auto oxidação. Esse processo de auto oxidação, acaba por formar componente alergênicos, como óxido de limoneno, carvona, carveol cis e trans, sendo este processo devido a presença de oxigênio. (GOULART et al., 2018; JÚNIOR; PASTORE, 2007; KRINGEL, 2019; KARLBERG, 1992).

Figura 4: Representação da estrutura química dos principais componentes do OEL.

Constituinte	Fórmula estrutural	Constituinte	Fórmula estrutural
Mirceno		Limoneno	
α -pineno		Sabineno	

Fonte: Adaptado de: LEÃO, 2015.

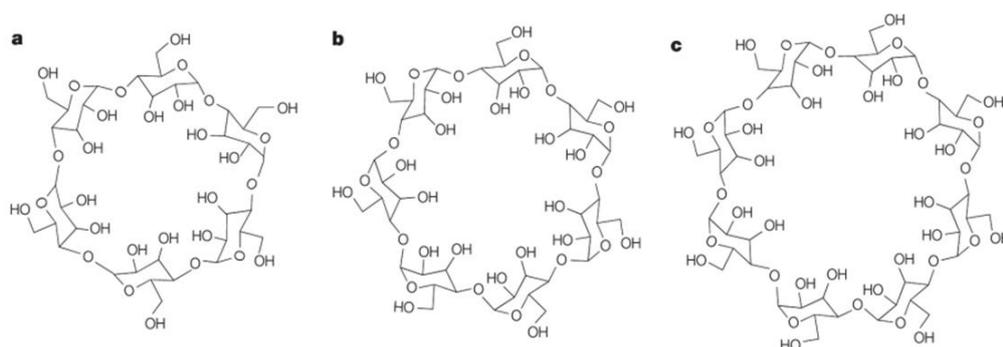
O limoneno (1-metil-4-isopropil hex-1-eno), é o terpeno que confere ao OEL o seu odor característico e pode ainda ser encontrado em óleos essenciais derivados de outras plantas. Nos vegetais, o limoneno tem ação ecológica, promovendo a autodefesa da planta contra animais herbívoros ou alguns patógenos externos, e contribui para o ciclo reprodutivo das plantas, já que o mesmo pode atrair animais polinizadores ou ainda podem contribuir para inibição de outras plantas, diminuindo a competição por recursos (FELIPE; BICAS, 2017; PIRES; RIBEIRO; MACHADO, 2018; TITA, 2011).

O OEL é um dos aromas cítricos mais vendidos para a indústria de perfumaria. Desse modo, são de grande relevância os estudos que busquem aperfeiçoar a performance dos produtos obtidos a partir desse óleo (BIZZO; HOVELL; REZENDE, 2009).

2.3 Ciclodextrinas

As CDs, são oligossacarídeos cíclicos formados a partir da degradação da molécula de amido pela enzima ciclodextrina-glicosiltransferase. As CDs são formadas por cerca de 6 a 13 unidades de glicose unidas por ligações do tipo α 1-4. As características das CDs variam com a fonte de amido usada, além da concentração do mesmo e também da proporção de enzima. O tempo de reação também é uma variável a ser considerada além do pH na qual ocorre a reação. Ao fim da reação enzimática pode-se obter variados tipos de CDs, sendo as α , β e γ , que são constituídas de 6, 7 e 8 unidades de glicose, respectivamente, geradas em maior proporção (Figura 5). Pode-se observar também a formação de espécies com 9 monômeros de glicose ou mais em sua conformação, entretanto, essas ocorrem em pequena quantidade (CUCOLO, 2009; KRINGEL, 2019; OLIVEIRA; SANTOS; BARATA, 2009; SALTÃO; VEIGA, 2001).

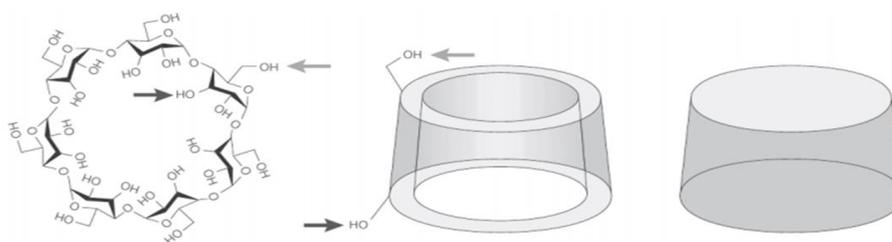
Figura 5: Representação de CDs do tipo α (a), β (b) e γ (c).



Fonte: OLIVEIRA, 2009.

As CDs são moléculas cristalinas que têm uma conformação de cadeira nas unidades de glicose. O arranjo tridimensional de um tronco cônico (Figura 6) se deve ao impedimento rotacional das ligações glicosídicas e ao fato de que os carbonos secundários se encontram voltados para a face interna da conformação e os carbonos primários direcionam-se externamente (OLIVEIRA; SANTOS; BARATA, 2009; SALTÃO; VEIGA, 2001).

Figura 6: Representação da estrutura tridimensional da molécula CD.



Fonte: OLIVEIRA, 2009.

Os grupos hidroxila localizados na face externa da estrutura tridimensional da molécula de CD lhe confere característica de hidrofiliicidade sendo, desse modo, solúvel em água e insolúvel em muitos solventes orgânicos. Internamente, podem ser observadas ligações entre carbono e hidrogênio, além de um anel composto por átomos de oxigênio glicosídico, o que confere a cavidade propriedades hidrofóbicas. Ademais, estas moléculas de oxigênio possuem pares de elétrons livres, dando a estrutura uma alta densidade eletrônica, conferindo ao agente complexante características similares a uma base de Lewis (BUDAL, 2003; CUCOLO, 2009).

As CDs são moléculas altamente estáveis e por possuírem diversas espécies com diâmetros diferentes, essas podem ser adotadas para a complexação com diversos componentes químicos de diferentes dimensões moleculares. O processo de complexação garante a molécula encapsulada maior estabilidade e, no caso dos óleos essenciais, estes têm sua volatilização e o índice de oxidação da molécula reduzida (CUCOLO, 2009; OLIVEIRA; SANTOS; BARATA, 2009; SALTÃO; VEIGA, 2001).

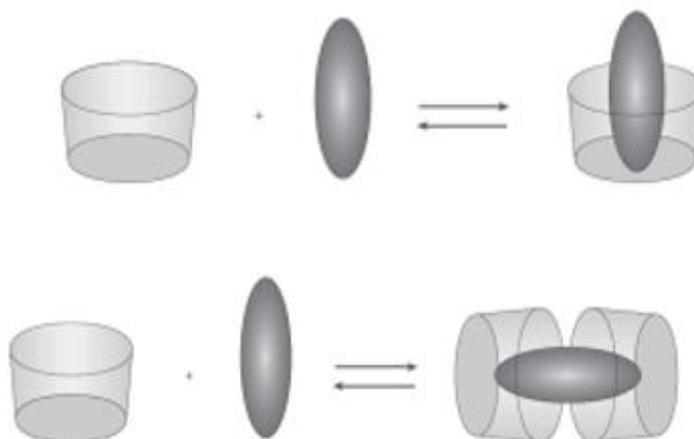
Dentre as variedades de CDs existentes, a mais usualmente adotada em experimentos é a do tipo β , já que essa tem baixo custo, grande disponibilidade e apresenta uma elevada compatibilidade com moléculas hidrofóbicas (CUCOLO, 2009).

2.4 Complexos de inclusão

As CDs de diversos tipos apresentam características próprias, onde especialmente o tamanho da cavidade da molécula hospedeira define qual molécula teria maior eficiência quando complexada. A molécula hóspede deve ter características específicas de polaridade, geometria e tamanho para que assim seja definido com qual complexante essa se adequaria. As CDs do tipo alfa, adequam-se melhor a compostos alifáticos, as betas, a compostos contendo anéis aromáticos, já as do tipo gama, tendo cavidades de elevada área, são excelentes

hospedeiras para esteroides ou alguns antibióticos. Relativo a estequiometria do complexo, admite-se algumas conformações de proporção 1:1; 1:2; 2:1 e 2:2, dependendo do tamanho do substrato e da cavidade da CD escolhida, sendo a mais comum, estruturas do tipo 1:1 (Figura 7) (CUCOLO, 2009; VENTURINI et al., 2008).

Figura 7: Complexação do tipo 1:1 e 2:1.



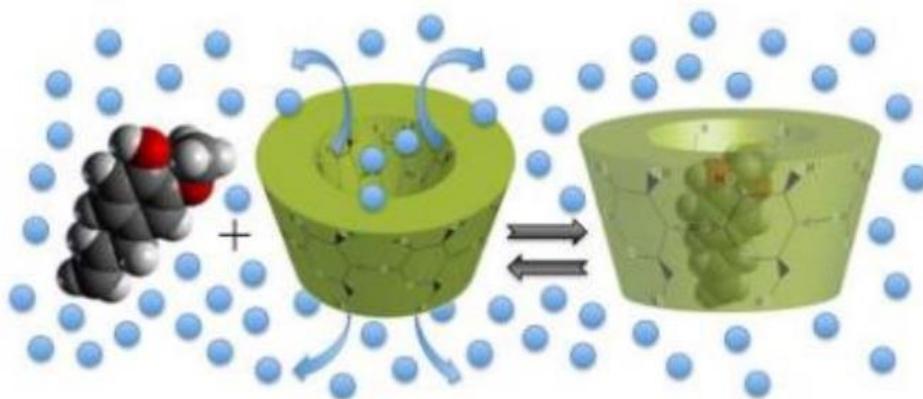
Fonte: OLIVEIRA, 2009

A formação do complexo não envolve quebra ou formação de ligações químicas, a permanência da molécula hóspede no interior da CD se dá através de interações do tipo forças de van der Waals, dipolo-dipolo e ligação de hidrogênio. Os complexos formados podem contribuir para a solubilização de substâncias, além de poder precipitar componentes em solução ou suspensão. Quando em solução aquosa, as moléculas de água preenchem a cavidade da CD, o que é energeticamente desfavorável, uma vez que a água é de natureza polar, diferentemente da cavidade central da CD. Desse modo, quando a molécula hóspede é adicionada à solução, essas se colocam no lugar da água, já que as mesmas são pouco polares, tornando o novo sistema mais estável que o primeiro (OLIVEIRA; SANTOS; BARATA, 2009; SALTÃO; VEIGA, 2001).

Estando o complexo formado, tem-se um equilíbrio termodinâmico entre as espécies associadas e dissociadas (Figura 8). Este equilíbrio representa um processo dinâmico, que ocorre entre a liberação e a complexação da molécula hospedeira, em questão de milissegundos, o mesmo é expresso pela constante de associação de complexação, K_a . Valores de K_a muito elevados ou muito baixos, podem indicar a inviabilidade da complexação, uma vez que complexos muito estáveis inibem a liberação da molécula interna, enquanto complexos poucos

estáveis, levam a uma liberação rápida da molécula hóspede (MACEDO, 2010; OLIVEIRA; SANTOS; BARATA, 2009; VENTURINI et al., 2008).

Figura 8: Demonstração do equilíbrio termodinâmico entre a molécula hóspede e o meio.



Fonte: MARTINS, 2021.

2.4.1 Complexos de inclusão com óleos essenciais

Os óleos essenciais são substâncias lipossolúveis, voláteis e com baixo teor de substâncias oleaginosas. Estes compõem-se basicamente de monoterpenos, sesquiterpenos, fenilpropanóides, ésteres, entre outros, todos de baixa massa molecular e portanto, sendo facilmente volatilizados. Vale ainda ressaltar que na presença de outros agentes como o oxigênio, luz ou umidade, os componentes dos óleos essenciais podem facilmente ser oxidados e degradados (CANDIDO, 2015; CRAVEIRO; QUEIROZ, 1993; HALL et al., 2020; SOUZA; FERRAZ-FREITAS; OLIVEIRA, 2016).

A encapsulação com CD forma uma barreira física que inibe a degradação dos componentes tão sensíveis dos óleos essenciais, uma vez que a mesma atrapalha a ação de agentes externos. Ademais, os óleos essenciais, por serem substâncias insolúveis em soluções aquosas, têm sua aplicabilidade limitada. O material encapsulado, por sua vez, além de apresentar uma maior vida útil, já que sofre menor interferência de fatores externos, apresentaria solubilidade satisfatória em água, facilitando sua aplicabilidade em perfumes ou outras formulações da indústria de cosmética e higiene (AGUIAR et al., 2014; DRUNKLER; FETT; LUIZ, 1999).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O OEL utilizado foi o da marca Laszlo - Laranja 'Essência' com as seguintes especificações: citrus x sinensis: OE destilado do suco, sendo este utilizado para as análises 2de caracterização dos complexos. Utilizou-se ainda CD da marca Sigma Aldrich (97%), etanol (99,8% Merck[®]) e água ultrapura. Para o perfume foram utilizados os complexos preparados com a CD já citada, entretanto o óleo usado foi de marca diferente, devido a indisponibilidade do primeiro. O segundo OE, foi cedido pela empresa Refental, bem como a glicerina, usada como fixador, o primeiro é da marca Ferquima, sendo um óleo essencial de laranja doce, onde segundo o laudo técnico do fabricante (Anexo A), tem-se 96% de limoneno, além de também apresentar em sua composição moléculas de mirceno e α -pireno, constituição essa, similar ao primeiro OE utilizado da marca Lazlo. A glicerina utilizada, foi da marca Anastácio e o álcool de cereais da marca Ninho Verde (92,8 INPM (Álcool 95° GL)).

3.1 Caracterização do óleo essencial de laranja por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa

A cromatografia gasosa é uma técnica adequada para substâncias voláteis. A amostra é vaporizada e introduzida na coluna pelo fluxo de um gás, denominado fase móvel (FM). A FM empurra a amostra vaporizada até a fase estacionária, onde ocorre a separação da mistura. Essa amostra então é direcionada ao espectrômetro de massa, onde é bombardeada por elétrons sendo quebrada gerando íons positivos, negativos e radicais. O aparelho detecta e registra esses fragmentos a partir de suas massas moleculares, levando então a elucidação da molécula da amostra (SANTOS et al., 2021).

Para a caracterização dos componentes, o OEL deve ser submetido a técnica de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (GC-MS), utilizando coluna não capilar (30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m). O gás de arraste a ser utilizado é o hélio, sob fluxo de 1,2 mL/min, mantendo-se a temperatura a 60 °C durante 2 min. Em seguida, a temperatura deve ser gradualmente aumentada de 4 em 4 °C a cada minuto, até atingir 220 °C. Por fim, os resultados obtidos podem ser analisados (KRINGEL, 2019).

3.2 Preparo do complexo de inclusão

O complexo de inclusão entre o OEL e a β -ciclodextrina foi preparado pelos métodos de precipitação e malaxagem nas proporções de 1:1 e 2:1.

3.2.1 Precipitação

A complexação por precipitação, foi realizada de acordo com a metodologia descrita por Bhandari (1998) com algumas modificações. Uma amostra de 0,908 g de β -CD foi diluída em 50 mL de uma mistura de água e etanol (50%). Essa solução foi levada ao banho maria a 55 °C, até que fosse observada a dissolução da β -CD (cerca de 10-15 min). Posteriormente, adicionou-se 0,116 g de OE à solução quente, esse processo inicial foi realizado tanto para o preparo na proporção 1:1 quanto para o a 1:2 OEL:CD. A solução foi mantida sob agitação a uma temperatura de 25 °C durante 3 h. Por fim, deixou-se que a temperatura caísse espontaneamente para a temperatura ambiente. A solução foi mantida sob refrigeração a 5 °C durante a noite. Removeu-se então o material precipitado por filtração à vácuo. O precipitado foi lavado com etanol a 99% e deixado na estufa a 50 °C durante 24 h. O complexo obtido foi devidamente estocado em material de vidro âmbar e adequadamente fechado e mantido sob refrigeração, garantindo a integridade dos componentes voláteis. Para o preparo de proporção 1:2, alterou-se a massa de β -CD pesada, utilizando-se uma massa de 1,816 g do agente complexante.

3.2.2 Malaxagem

O complexo foi preparado segundo a metodologia descrita por Menezes et al., 2016, com algumas alterações. Para a proporção de 1:1, foi pesado cerca de 0,116 gramas do OEL e 0,908 gramas do complexante. Estes foram colocados em um graal. Adicionou-se um total de 6 mL de etanol PA, pouco a pouco, à medida que a pasta formada era homogeneizada. Esse processo foi realizado por cerca de 20 min e em seguida a pasta obtida foi levada ao dessecador, permanecendo por 24 horas a 25 °C. O mesmo foi realizado para a mistura 1:2, com exceção da massa de β -CD, que foi dobrada, sendo agora pesado 1,816 g de β -CD.

3.3 Caracterização do óleo essencial complexado

3.3.1 Termogravimetria

A estabilidade térmica das amostras avaliada utilizando um analisador termogravimétrico Shimadzu detector DTG-60 AH. As amostras (5 mg) foram aquecidas na faixa de temperatura de 30-600 °C, a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, sob atmosfera de nitrogênio (50 mL/min).

3.3.2 Identificação dos grupos funcionais por espectroscopia de infravermelho

Os espectros de infravermelho das amostras foram obtidos em espectrômetro da Shimadzu – modelo IRAffinity-1, sendo feita a análise na região de 4000-400 cm^{-1} . Para tal, foram preparadas pastilhas a partir da mistura das amostras com KBr em uma proporção de 1:100 (amostra: KBr).

3.3.3 Calorimetria exploratória diferencial

Para a construção das curvas de DSC, conduzidas no equipamento da Shimadzu DTA-AH, foi pesado 0,003 g da amostra em cadinhos de alumínio. Estes foram levados a uma atmosfera dinâmica de nitrogênio (50 mL/min) e taxa de aquecimento de 10 $^{\circ}\text{C}$ por minuto, em uma faixa de temperatura de 30-300 $^{\circ}\text{C}$.

3.4 Determinação da eficiência de complexação

A eficiência de complexação do complexo de inclusão foi determinada conforme metodologia descrita por Wen (2016) (WEN et al., 2016). Foram pesados 20-30 mg do complexo de inclusão e misturados com água ultrapura (20 mL) e acetato de etila (10 mL) em um Erlenmeyer de 100 mL. A solução foi então aquecida em chapa de aquecimento a 85 $^{\circ}\text{C}$ durante 20 min, com agitação intermitente. A fase orgânica contendo os compostos voláteis foram decantados e a fase aquosa foi extraída com acetato de etila duas vezes (2 x 5 mL) a 85 $^{\circ}\text{C}$ utilizando o método anteriormente descrito.

A concentração de OEL em acetato de etila foi então determinada por espectrofotometria UV-Visível, utilizando uma curva padrão do OEL, em concentrações de 2-8 mg/mL de OEL em acetato de etila. A eficiência de complexação (E) pôde então ser determinada pela seguinte equação:

$$E (\%) = \frac{\text{encapsulado (g)}}{\text{Total de complexo de inclusão (g)}}$$

3.5 Preparo do perfume

Como já introduzido, os perfumes são caracterizados pela sua concentração percentual de OE, sendo que, para ser nomeado de perfume, ele deve conter de 15 a 25% de OE em sua composição. Ademais, essa formulação cosmética é composta de um fixador e um veículo,

sendo comumente usadas soluções alcoólicas. Desse modo, foram preparadas as seguintes formulações, seguindo a metodologia descrita por Alhassan e colaboradores (2019), com alterações, sendo fixado a mesma porção de OE, para todos os preparos, a fim de se comparar o efeito dos fixadores utilizados (AL-BAYATI, 2016; CANDIDO,2015).

Perfume 1:

- Álcool de cereais (85%);
- OEL na sua forma complexada, sendo usado aquele determinado como o de maior eficiência (15%).

Perfume 2:

- Álcool de cereais (75%);
- OEL (15%);
- Fixador: glicerina bidestilada (10%).

Perfume 3

- Álcool de cereais (85%);
- OEL (15%).

Uma vez pesados os materiais, estes foram adicionados ao béquer e homogeneizados, até observado a total solubilização da mistura.

3.5.1 Avaliação da estabilidade

Os testes de estabilidade têm por objetivo avaliar o comportamento da formulação diante de alguns extremos aos quais esse possa experimentar ao longo de sua vida útil. As amostras dos perfumes formulados devem ser acondicionadas em material inerte, no caso vidros transparentes, com boa vedação, conforme descrito pelo Guia de Estabilidade de Cosméticos (BRASIL, 2004)

Foram realizados, portanto, testes de estabilidade acelerada, para que assim fosse avaliada a estabilidade da formulação e a funcionalidade da molécula de β -ciclodextrina como um possível fixador de fragrâncias. As amostras de cada perfume, foram expostas a cada um dos ambientes apontados nos tópicos subsequentes. As análises decorreram periodicamente,

conforme descrito pelo Guia de Estabilidade de Cosméticos, sendo realizadas nos dias 0, 7, 15, 30 e 45.

3.5.1.1 Estufa

A amostra foi submetida ao aquecimento, em temperaturas de cerca de $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.5.1.2 Geladeira

A amostra foi colocada na geladeira, sob refrigeração em baixas temperaturas ($5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$).

3.5.1.3 Exposição a luz

A amostra ficou disposta em frente a janela do laboratório, onde há a incidência de luz solar.

3.5.1.4 Prateleira ou amostra padrão

A amostra padrão foi mantida ao abrigo da luz sob temperatura ambiente, sendo essa usada como referência para análises posteriores.

Ao fim de cada avaliação feita com a periodicidade indicada, o seguinte quadro foi preenchido com os dados pertinentes. As características organolépticas e físico-químicas observadas e coletadas ao longo do teste, estão descritas no Anexo A, onde NORMAL, caracteriza-se como aquela amostra onde não foi observada nenhuma alteração, quando comparado ao parâmetros iniciais.

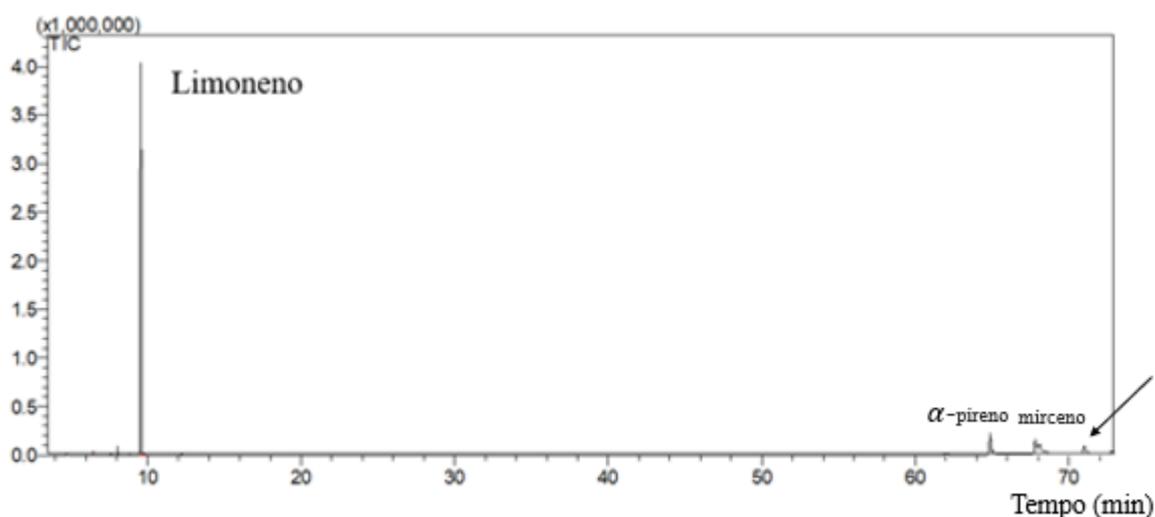
Total de dias: ——	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto				
Cor				
Odor				
pH				

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do óleo essencial de laranja por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa

A composição do OEL foi elucidada a partir da técnica de GC-MS, onde foi obtido o cromatograma a seguir (Figura 9).

Figura 9: Perfil cromatográfico do OEL da marca Lazslo.



Foi possível identificar 3 componentes por meio da comparação entre os índices de retenção observados para cada pico e os valores do mesmo parâmetro para as séries de alcanos (C8 a C26). Como componente majoritário, tem-se a molécula de limoneno, sendo identificados também moléculas de α -pireno e mirceno, nesta sequência no cromatograma. Há ainda a presença de um quarto pico, apontado pela seta, indicando a presença de alguma outra molécula não identificada de concentrações ínfimas ou ainda ruídos gerados ao longo da análise. O maior pico, o qual representa cerca de 92,2% da amostra, identifica-se como a molécula de limoneno, o que pode validar o grau de pureza do óleo, uma vez que é esperada a contribuição de cerca de 32 a 98% da molécula de limoneno em óleos essenciais da espécie *citrus x sinensis*. Trabalhos anteriores, em países como a China e Uganda, também encontraram o limoneno como a molécula majoritariamente presente na composição do óleo essencial de laranja doce (LEÃO, 2015; SILVA, 2021).

Conforme afirma Siqueira (2020) (SIQUEIRA et al., 2020), a composição dos óleos essenciais de laranja pode ser afetada por fatores como: espécie, clima, posição geográfica da

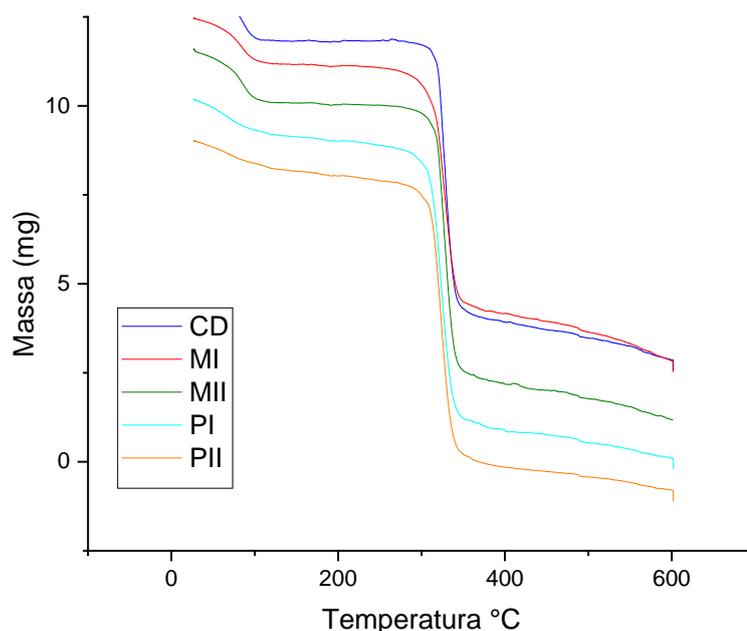
plantação, porção do vegetal utilizada como substrato da extração, tempo de maturação, método de extração, entre outros.

4.2 Caracterização do óleo essencial de laranja complexado

4.2.1 Termogravimetria

As curvas termogravimétricas demonstradas na Figura 10, apresentam o perfil de perda de massa das amostras em estudo.

Figura 10: Curvas termogravimétricas obtidas para a β -CD pura e os complexos de inclusão obtidos por malaxagem na proporção 1:1 (MI) e 1:2 (MII) e por precipitação 1:1 (PI) e 1:2 (PII).



A decomposição térmica para a β -CD pura, se deu em dois pontos, o primeiro ocorrendo em temperaturas variando de 70 a aproximadamente 100 °C. Sendo essa devido a perda de massa provocada pela desidratação das moléculas de β -CD. Em uma curva de TGA, a perda de água é caracterizada pelo primeiro ponto de degradação que caminha desde o início da curva até temperaturas que equivalem ao ponto de ebulição da água, podendo ainda serem observadas, a extrapolação destes valores, uma vez que as cavidades do complexante, podem estar preenchidas por moléculas de água, exigindo valores energéticos elevados para que ocorra a

sua evaporação. O segundo ponto identificado, localiza-se em temperaturas que variam entre 300 a 400 °C. Este ponto deve-se a degradação da molécula complexante, onde ocorre a quebra das ligações de alguns grupamentos, como C-O e C-C, formando espécimes menores, que ao decorrer da análise, sendo elevada a temperatura, elas seguem sendo degradadas, formando cada vez mais moléculas ainda menores. Podem ser formadas, CHO, CH₃O, entre outras moléculas, conforme descreve Song e Xu, em seus trabalhos (ZORNIO, 2013; SONG; XU, 2008).

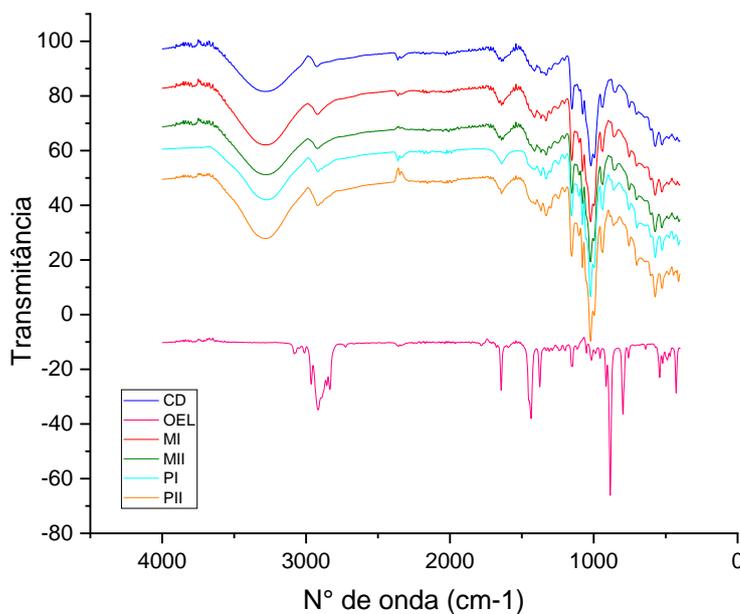
O OEL, conforme indica a literatura, tem sua degradação total em temperaturas de 30 a 170 °C, apresentando apenas um estágio de degradação em função do tempo e da temperatura. Esse comportamento é esperado, uma vez que as moléculas presentes no OEL, são suscetíveis a temperaturas extremas, sendo facilmente volatilizadas ou degradadas em novas subespécies (MARTINS et al., 2021).

Assim, tomando como parâmetros os valores de temperatura onde o OEL e a β -CD, são degradadas, pode-se analisar as curvas obtidas para os complexos preparados. Os perfis de todas as curvas, demonstradas na Figura 10, à primeira vista, assemelham-se fortemente a curva obtida para a β -CD pura. Sendo observados dois pontos de degradação. Um ocorrendo inicialmente em torno dos 100 °C, assim como o observado para a β -CD pura e um segundo ponto, em torno de 300 a 400 °C. Assim, pode-se inferir que houve o retardamento da degradação do OEL, uma vez que este estando em sua forma complexada encontra-se protegido, sendo degradada inicialmente a molécula hospedeira, garantindo a integridade do OEL, permitindo assim que as propriedades organolépticas do mesmo permaneçam por mais tempo na composição do perfume.

4.2.2 Identificação dos grupos funcionais por espectroscopia de infravermelho

A curva de IV obtido para as amostras de CD pura, OEL puro e para os complexos, estão representados na seguinte figura.

Figura 11: Espectro de Infravermelho obtidas para a β -CD pura, óleo essencial puro (OEL) e os complexos de inclusão obtidos por malaxagem na proporção 1:1 (MI) e 1:2 (MII) e por precipitação 1:1 (PI) e 1:2 (PII).



Como já descrito anteriormente, a molécula de β -CD é um oligossacarídeo, ou seja, essa é formada pela ligação de moléculas de glicose. A mesma, por sua vez, apresenta em sua estrutura ligações do tipo carbono-carbono, carbono-hidrogênio, carbono-oxigênio e hidroxilas. Como esperado, o espectro de infravermelho obtido para a β -CD, demonstrou picos característicos de vibrações do tipo O-H, que têm valores de transmitância por volta de 3000 cm^{-1} . Vale ressaltar que o alargamento da banda é gerado devido as interações do tipo ponte de hidrogênio, formada entre os grupamentos OH ao longo da molécula. Um segundo ponto, se deu por volta de 2900 cm^{-1} , ele é indicativo de ligações do tipo C-H, característicos da parte cíclica na molécula de interesse. Um terceiro pico é observado em valores de transmitância próximos a 1000 cm^{-1} . Este valor é devido a vibrações de ligações do tipo C-O, presentes na molécula de β -CD (ALMEIDA, 2019; FREITAS et al., 2021; VAZ, 2003).

O OEL apresenta como característica principal de identificação, um pico em aproximadamente 1447 cm^{-1} , que são característicos de ligações do tipo π carbono-carbono, sendo este tipo de ligação exclusivo da molécula hóspede e portanto, o principal fator de diferenciação entre a molécula de β -ciclodextrina e as moléculas presentes no OEL. Os demais

picos proeminentes encontrados na Figura 11 para o OEL, são gerados devido às vibrações provenientes dos grupos CH₃, CH₂ e CH (SILVA et al., 2020).

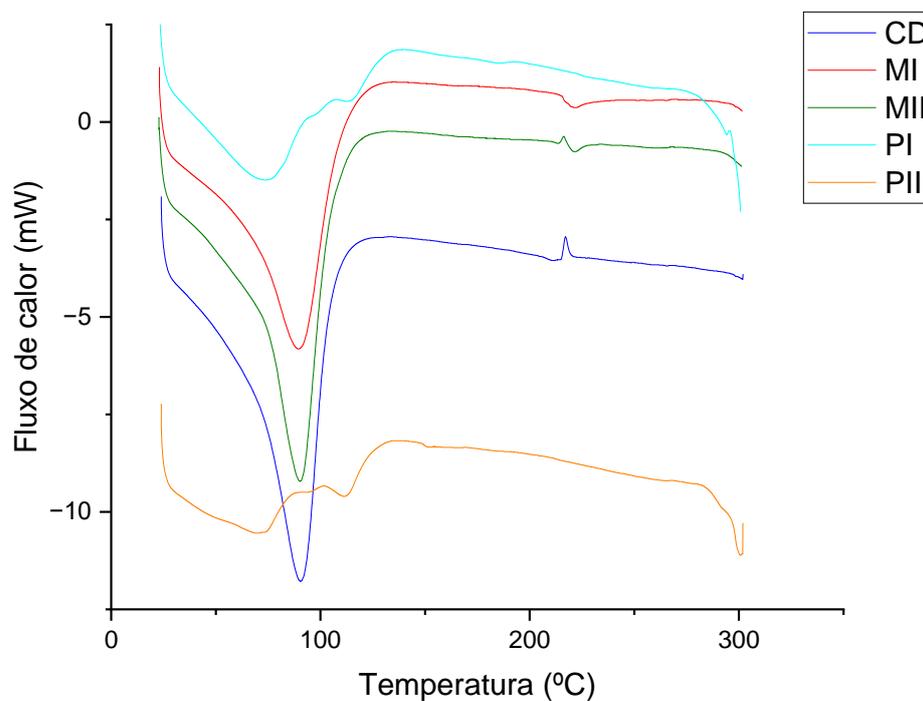
Analisando-se, por fim as curvas dos complexos, vê-se a ausência ou deslocamento de todos aqueles picos identificados no OEL, sendo aqui destacado o pico equivalente as ligações C=C (1447 cm⁻¹), que uma vez não estando presentes nas curvas do complexo, indicam que a interação entre a molécula hóspede e hospedeira ocorreram satisfatoriamente. Ademais, as curvas dos complexos assemelham-se quase que integralmente àquela obtida para o complexante. Isso deve-se ao fato de que, uma vez o complexo estando formado, as moléculas hospedeiras adquirem uma conformação restrita, inibindo as vibrações e rotações das mesmas, levando a diminuição ou o desaparecimento dos sinais por elas emitidos (AGUIAR et al., 2014).

4.2.3 Calorimetria exploratória diferencial

A técnica de calorimetria exploratória diferencial, é de grande utilidade para determinar a eficiência da formação de complexos de inclusão. Uma vez que, esta técnica é capaz de detectar alterações nos eventos térmicos característicos do OEL localizado na cavidade apolar da β -CD (AGUIAR, 2013)

A curva calorimétrica obtida para a β -CD (Figura 12), apresenta um acentuado pico endotérmico por volta dos 90 a 100 °C e conforme descrito na literatura, refere-se a degradação das moléculas de água inicialmente encontradas na cavidade da molécula. Para o OEL, Muller (2011) e Martins et.al (2021) observaram dois picos, um a 184 °C e outro a 179 °C. Para os complexos obtidos por malaxagem, os picos se assemelham essencialmente a aquele encontrados para a β -CD. Ademais, os picos característicos do OEL, não foram encontrados nas amostras MI e MII. Já para os complexos preparados por co-precipitação, é notável a distorção dos picos. Isso ocorre devido à ausência de água na cavidade das moléculas de β -CD, uma vez que a mesma apresenta características hidrofóbicas, favorecendo a permanência do OEL em seu interior. Sendo assim, ambos os complexos apresentam pontos que levam a crer que a complexação se deu efetivamente (DOS P. MENEZES et al., 2015; LIMA et al., 2021).

Figura 12: Curva de calorimetria diferencial para a β -CD pura e os complexos de inclusão obtidos por malaxagem na proporção 1:1 (MI) e 1:2 (MII) e por precipitação 1:1 (PI) e 1:2 (PII).



4.2.4 Determinação da eficiência da complexação

Para analisar a eficiência do complexo formado, foi realizada a extração com acetato de etila, e essa foi lida no UV, a 275 nm. Os resultados obtidos foram extremamente satisfatórios, sendo encontradas eficiências superiores a 70% (Tabela 3).

Tabela 3: Eficiência da complexação para MI, MII, PI e PII.

Complexo de inclusão	Eficiência (%)
MI	99,54

MII	84,29
PI	99,33
PII	76,19

A diferenciação dos valores de eficiência de complexação, pode se dar devido à perda de OEL ao longo do preparo do complexo, haja vista que a secagem do material se deu em meio aquecido. Os valores encontrados são iguais ou ainda superiores a aqueles encontrados por Kfoury et al., 2015. Os métodos escolhidos e a variação das estequiometrias de complexação, demonstram ser importantes ferramentas quando se deseja realizar a complexação de alguns materiais, influenciando diretamente, na eficiência da complexação.

4.3 Preparo do perfume

Foram preparadas as 3 amostras de perfumes com diferentes composições (Figura 13).

Figura 13: Perfumes preparados para a estabilidade.



4.3.1 Avaliação da estabilidade

4.3.1.1 Perfume 1

Decorrido os dias de estabilidade acelerada, se observou que o perfume preparado com o complexo precipitou a partir do dia 7 de análise. Este fato pode ter sido gerado devido à alta concentração do mesmo na formulação, uma vez que para se preparar um perfume a concentração mínima aceitável é de 15% da fragrância. Portanto foi usada a mesma proporção de agente complexante, haja vista que o complexo com maior eficiência de complexação foi aquele obtido por malaxagem em estequiometria 1:1(Tabela 3) (CANDIDO, 2015; FRIEDRICH et al., 2007;).

No que se diz respeito ao odor da formulação, este permaneceu normal ao longo de todo o período de análise, com ressalva a amostra acondicionada na estufa, que devido à alta temperatura a qual estava exposta, o odor do OEL se fazia mais presente. Este fato deve-se a cavidade apolar da molécula de β -CD, que interage com a molécula hospedeira, prendendo-a por mais tempo, além de protegê-la de processos oxidativos.

O pH das amostras variaram bastante, a amostra da estufa teve seu pH diminuído, enquanto nas demais houve um aumento no valor obtido, para todos os dias de análise. Ressalta-se que o perfume exposto a estufa, pode ter tido variação do pH, uma vez que o processo de aquecimento deixa os íons da formulação mais livres, podendo aumentar a acidez ou favorecer reações de degradação. Estas variações, apesar de consideráveis, mantiveram-se dentro do ideal observado para produtos que entram em contato com a pele, sendo este idealmente na faixa de 3 a 8. Vale ainda salientar que é comum ser feita a correção do pH antes do produto ser comercializado, sendo uma opção para adequar o perfume produzido aos parâmetros (GALEMBECK; CSORDAS, 2011; SANTOS; BENDER, 2022).

4.3.1.2 Perfume 2

Para o perfume 2, relativo ao aspecto, estes não sofreu alteração, entretanto, foi observado o decaimento da distribuição da fragrância, especialmente na última análise realizada (dia 45). Vale salientar que a estrutura da glicerina é composta por três hidroxilas, sendo assim, a mesma é uma molécula polar, tendo pouca interação com os componentes do OEL, o que facilita a liberação da fragrância. este fator, a longo prazo, promove a diminuição do odor característico escolhido para o perfume. A coloração nos dias 7,15,e 30 se mantiveram como

esperado, sendo avaliada a sua alteração no último dia de análise, para aquela amostra acondicionada na prateleira.

Ademais, os valores de pH também variaram consideravelmente, sendo estas variações perceptíveis a partir do dia 7, do preparo. Esta variação pode indicar possíveis reações de degradação de qualquer componente da formulação ou oxidação do óleo. (MOTA; DA SILVA; GONÇALVES, 2009; COELHO, 2014).

4.3.1.3 Perfume 3

De modo similar aos demais perfumes, houve uma considerável variação do pH, a partir do dia 7, entretanto, o aspecto e a cor se mantiveram normalizados ao longo dos 45 dias de análise. O odor se manteve, com ressalva a geladeira e a estufa, que devido a temperatura tiveram a liberação da fragrância de modos diferentes, onde na estufa, devido a temperatura mais elevada, a fragrância se fazia mais presente, devido a facilidade de volatilização das moléculas presentes no OEL, já na geladeira, devido as baixas temperaturas, o aroma se fez mais imperceptível.

4.3.2 Análise comparativa entre os as três formulações

Ao analisar-se as três amostras (Figura 14), ao final da estabilidade a que melhor se comportou no quesito fixação aromática foi aquela onde foi utilizado o complexo entre β -CD e OEL. Entretanto, como houve a precipitação do complexo, não é possível afirmar que tal metodologia seria aplicável. Porém, levando-se em consideração que formulações como *eau de parfum*, *eau de toilette* e *eau de cologne*, levam em sua composição uma menor concentração de compostos aromáticos, esta manipulação poderia ser mais adequada, uma vez que a concentração de β -CD também diminuiria. Assim, os complexos seriam mantidos em solução. O que seria uma solução para a durabilidade destas formulações, que por conterem mais álcool, volatilizam com muito mais facilidade (CANDIDO, 2015).

Figura 14: Amostras dos perfumes I, II e III envasados.



5 CONCLUSÃO

A partir da análise de CGMS, pôde-se elucidar o perfil químico do OEL, onde o seu principal constituinte é a molécula de limoneno. Ademais, avaliando-se a estabilidade térmica das amostras por meio das técnicas de termogravimetria e calorimetria, pode avaliar-se os picos de degradação das moléculas dos complexos em estudo, estes demonstraram que a complexação entre o OEL e a β -CD ocorreu satisfatoriamente. Estes dados são corroborados pelo teste de IV, onde os grupamentos identificados pela curva, indicam a inibição das vibrações características do OEL devido a ocorrência da complexação. O teste de eficiência, mais uma vez, demonstra o sucesso da complexação, uma vez que este que avaliou a porcentagem, de OEL retido na cavidade da CD, por meio da absorbância obtida para cada um dos complexos preparados. Com isso, tem-se que ambas as técnicas são eficazes para obtenção dos complexos de inclusão entre a β -CD e o OEL, sendo técnicas práticas, rápidas e baratas.

A respeito da estabilidade acelerada, o resultado se mostrou não tão eficiente para perfumes, devido as altas concentrações de OEL exigidas. Entretanto, o mesmo poderia ser aplicado a outras formulações para eventuais análises, uma vez que, quando avaliado o quesito fixação de fragrâncias, este se mostrou extremamente eficiente quando comparado a um fixador convencional, no caso a glicerina.

REFERÊNCIAS

- AGUIAR, U. N. et al. Preparação e caracterização do complexo de inclusão do óleo essencial de *Croton zehntneri* com β -ciclodextrina. **Química Nova**, v. 37, n. 1, p. 50–55, 2014.
- AGUIAR, V. DE O. **Uso de perfumes na construção do conhecimento científico do aluno**. 2013.
- AL-BAYATI, A. D. J. Comparative Study for the Effect of Fixative Material Type and Perfume Formulation Parameters on the Fixation time of Local Formulated Perfume with Brand Perfumes. **Eng. & Tech. Journal**, v. 34, n. 3, p. 636–647, 2016.
- ALHASSAN, M. et al. Extraction and Formulation of Perfume from Locally Available Lemon Grass Leaves. **ChemSearch Journal**, v. 9, n. 2, p. 40 – 44, 14 jan. 2019.
- ALMEIDA, J. R. G. DA S. Caracterização físico-química de complexos de inclusão contendo os monoterpenos cânfora e 1, 8-cineol, constituintes majoritários dos óleos essenciais de *Croton conducuplicatus*, em β -ciclodextrina. **Revista Virtual de Química**, v. 11, n. 2, 25 abr. 2019.
- ASHCAR, R. A história do perfume da antiguidade até 1900. **Revista Eletrônica de Jornalismo Científico**, v. 91, n. 10, 2007.
- ASSIS, K. M. A. DE. **Elaboração de perfume utilizando como principal nota de corpo o óleo essencial de cravo-da-Índia obtido por diferentes técnicas**. 2015. Trabalho de Conclusão (Graduação em Farmácia) – Universidade Federal de Campina Grande. Cuité, PB. 2015
- ASSUNÇÃO, G. V. DE. **Caracterização química e avaliação da atividade larvicida frente ao *Aedes aegypti* do óleo essencial da espécie *Citrus sinensis* L. Osbeck (laranja doce)**. 23 set. 2013. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Maranhão. São Luís, MA. 2013.
- BENELLI, P. **Agregação de valor ao bagaço de laranja (*Citrus sinensis* L. Osbeck) mediante obtenção de extratos bioativos através de diferentes técnicas de extração**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, SC. 2012
- BHANDARI, B. R.; D'ARCY, B. R.; BICH, L. L. T. Lemon Oil to β -Cyclodextrin Ratio Effect on the Inclusion Efficiency of β -Cyclodextrin and the Retention of Oil Volatiles in the Complex. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 46, n. 4, p. 1494–1499, 1998.
- BIZZO, H. R.; HOVELL, A. M. C.; REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 588–594, 2009.
- BRASIL, A. N. DE V. S.-A. Guia de estabilidade de produtos cosméticos. p. 47–47, 2004.
- BUDAL, R. M. **Estudos de formação de complexos de inclusão em ciclodextrinas**. 2003. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, SC. 2003

CANDIDO, E. J. Extração de óleos essenciais e criação de perfume amadeirado/José Eduardo Cândido. **Fundação Educacional do Município de Assis-FEMEA-ASSIS**, 2015.

COELHO, L. G. **Desenvolvimento e estudo da estabilidade de emulsões com propriedades repelentes naturais**. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnologia em Processos Químicos) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Toledo, PR. 24 nov. 2014.

COELHO, M. M. P.; MOREIRA, M. D.; AFONSO, A. F. A ciência nos perfumes: atribuindo significados a Química Orgânica através da história da temática. **História da Ciência e Ensino: construindo interfaces**, v. 17, p. 109–123, 12 jun. 2018.

COSTA, L. C. et al. Perfumes como proposta de experimentação para o ensino de Química no ensino médio. **Educação & Tecnologia**, v. 18, n. 1, 20 ago. 2014.

CRAVEIRO, A. A.; QUEIROZ, D. C. DE. **Óleos essenciais e química fina**. **Química Nova**, 1993.

CUCOLO, G. R. Produção de ciclodextrinas a partir de amidos de diferentes fontes vegetais e seu emprego na inclusão molecular de aroma cítrico. 23 dez. 2009.

DE BARROS, A. L. N. **Análise de perfumes**. São Paulo Faculdade de Farmácia, Centro Universitário das Faculdades Metropolitanas Unidas, , 2007. . Acesso em: 26 jan. 2023

DOS P. MENEZES, P. et al. Physicochemical Characterization and Analgesic Effect of Inclusion Complexes of Essential Oil from Hyptis pectinata L. Poit Leaves with β -Cyclodextrin. **Current pharmaceutical biotechnology**, v. 16, p. 440–450, 2015.

DRUNKLER, D. A.; FETT, R.; LUIZ, M. T. B. Polímeros de ciclodextrina: características, formação de complexos de inclusão e aplicações industriais. **Boletim do Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos**, v. 17, n. 1, p. 21–32, 1999.

FELIPE, L. O.; BICAS, J. L. Terpenos, aromas e a química dos compostos naturais. **Química Nova na Escola**, v. 39, n. 2, 2017.

FREITAS, C. A. B. DE et al. Obtenção E Caracterização De Complexo De Inclusão De B-Ciclodextrina E Eugenol. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 3, p. 33056–33070, 31 mar. 2021.

FRIEDRICH, M. et al. **Avaliação da estabilidade físico-química de creme não iônico inscrito no Formulário Nacional**. **Latin American Journal of Pharmacy**, 2007.

GALEMBECK, F.; CSORDAS, Y. **Cosméticos: a química da beleza**. **Coordenação central de educação a distância**, 2011.

GOMES, C. L. **Classificação multivariada de perfumes e análise de fragrâncias alérgicas**. 2015. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Federal do Ceará. Maracanaú, CE. 2015

GOULART, A. L. R. M. et al. Atividade antibacteriana do óleo essencial extraído da casca da laranja pêra frente às bactérias da família enterobactereacea. **Acta Biomedica Brasiliensia**, v. 9, n. 2, p. 117–123, 16 dez. 2018.

HALL, M. C. et al. Avaliação da atividade antimicrobiana dos óleos essenciais Nerol e Melaleuca puros e microencapsulados. **Brazilian Journal of Health Review**, v. 3, n. 3, p. 5331–5345, 28 maio 2020.

JÚNIOR, M. R. M.; PASTORE, G. M. Biotransformação de limoneno: uma revisão das principais rotas metabólicas. **Química Nova**, v. 30, n. 2, p. 382–387, mar. 2007.

JUTTEL, L. P. **A divina química das fragrâncias**. **Revista Eletrônica de Jornalismo Científico**São Paulo, 2007.

KARLBERG, Ann-Therése; MAGNUSSON, Kerstin; NILSSON, Ulrika. Air oxidation of d-limonene (the citrus solvent) creates potent allergens. **Contact Dermatitis**, v. 26, n. 5, p. 332–340, 1992.

KFOURY, M. et al. Complexation of estragole as pure compound and as main component of basil and tarragon essential oils with cyclodextrins. **Carbohydrate Polymers**, v. 118, p. 156–164, 15 mar. 2015.

KRINGEL, D. H. **Encapsulação do óleo essencial de laranja em β -ciclodextrina: Ação antifúngica e aplicação em bolos**. 28 fev. 2019. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Pelotas. Capão do Leão, RS. 2019.

LEÃO, M. **Análise do óleo essencial da laranja doce *Citrus sinensis* (L.) Osbeck obtido das cascas secas e frescas através do método de extração por hidrodestilação**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Farmácia) – Universidade de Santa Cruz do Sul. Santa Cruz do Sul, RS. 2015.

LIMA, I. DE O. et al. Atividade antifúngica de óleos essenciais sobre espécies de *Candida*. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16, n. 2, p. 197–201, jun. 2006.

LIMA, J. C. DA C. et al. Estudo e influência dos óleos essenciais de cravo, canela e laranja na preparação de filmes de poli (ácido láctico): desenvolvimento de embalagens ativas. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 4, 18 abr. 2021.

LUCCA, L. G. **Perfumes: arte e ciência**. 2010. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Farmácia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, RS. 2010.

MACEDO, O. F. L. DE. **Preparação e caracterização de complexo de inclusão entre trimetoprim e 2-hidroxiopropil-gama-ciclodextrina**. 22 fev. 2010. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal de Sergipe. Aracaju, SE. 2010.

MACHADO, P. M. A. **A química da criação de perfumes: uma abordagem educativa**. 15 jul. 2011. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) – Universidade de Brasília. Brasília, DF. 2011.

MARQUES, M. O.; TOLEDO, R. Óleos essenciais... história e sua importância para a indústria de perfumaria. **Revista Brasileira de Jornalismo Científico**, v. 91, 2007.

MARTINS, L. N. S. B. et al. Antibacterial and Antifungal Activities and Toxicity of the Essential Oil from *Callistemon viminalis* Complexed with β -Cyclodextrin. **Current Microbiology**, v. 78, n. 6, p. 2251–2258, 1 jun. 2021.

MENEZES, P. DOS P. et al. Kinetic and physical-chemical study of the inclusion complex of β -cyclodextrin containing carvacrol. **Journal of Molecular Structure**, v. 1125, p. 323–330, 5 dez. 2016.

MOTA, C. J. A.; DA SILVA, C. X. A.; GONÇALVES, V. L. C. **Gliceroquímica: novos produtos e processos a partir da glicerina de produção de biodiesel**. **Química Nova**, 2009.

MULLER, P. S. **Microencapsulação do óleo essencial de laranja**. 2011. Dissertação (Mestrado EM Ciência do Alimentos) – Universidade Federal do Paraná. Curitiba, PR. 2011

NUMANOĞLU, U. et al. Use of cyclodextrins as a cosmetic delivery system for fragrance materials: Linalool and benzyl acetate. **AAPS PharmSciTech**, v. 8, n. 4, p. 34–42, 19 out. 2007.

OLIVEIRA, R.; SANTOS, D.; BARATA, P. **Ciclodextrinas: formação de complexos e sua aplicação farmacêutica**. 2009.

PIRES, T. C. M.; RIBEIRO, M. G. T. C.; MACHADO, A. A. S. C. Extração do R-(+)-limoneno a partir das cascas de laranja: avaliação e otimização da verduza dos processos de extração tradicionais. **Química Nova**, v. 41, n. 3, p. 355–365, 1 mar. 2018.

SALTÃO, R.; VEIGA, F. **Ciclodextrinas em novos sistemas terapêuticos**. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 37, n. 1, 2001.

SANTOS, M. T. DOS et al. Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrômetro de massas (CG-EM) e suas diversas aplicações. 2021. In: Congresso Brasileiro de Ciências da Saúde. 2021.

SANTOS, E. DOS; BENDER, S. Avaliação de estabilidade em uma formulação clareadora. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 15, p. e76111536979–e76111536979, 10 nov. 2022.

SILVA, K. S. DA. **Composição química, avaliação antidepressiva e antioxidante do óleo essencial de *Citrus sinensis* (laranja doce)**. 30 ago. 2021. Dissertação (Mestrado em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos) – Universidade Federal do Paraíba. João Pessoa, PB. 2021

SILVA, I. D. DE L. et al. Development of active PHB/PEG antimicrobial films incorporating clove essential oil. **Polímeros**, v. 30, n. 2, 18 set. 2020.

SILVA, M. C. **Óleos essenciais: caracterização, aplicações e métodos de extração**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Centro Universitário de Formiga. Formiga, MG. 2018.

SIQUEIRA, M. F. F. et al. **Extração e composição do óleo essencial de cascas de citrus de diferentes estádios de maturação**. 2020. In: 7º Simpósio de Segurança Alimentar – Inovação com sustentabilidade. 2020.

SONG, L. X.; XU, P. A comparative study on the thermal decomposition behaviors between β -cyclodextrin and its inclusion complexes of organic amines. **Journal of Physical Chemistry A**, v. 112, n. 45, p. 11341–11348, 13 nov. 2008.

SOUZA, C. R. F.; FERRAZ-FREITAS, P. N.; OLIVEIRA, W. P. Complexos de inclusão binários, ternários e quaternários contendo óleo essencial de Lippia sidoides. **Química Nova**, v. 39, n. 8, p. 979–986, 1 set. 2016.

SPEZIALI, M. G. De aromas e perfumes, o mercado da indústria do “cheiro”. **Química Nova**, v. 35, n. 4, p. 861–864, 2012.

TITA, M. L. **Identificação dos componentes do óleo essencial de laranja (Citrus sinensis L. Osbeck) e proposição de procedimentos industriais para a obtenção de produtos diferenciados**. 21 out. 2011. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal de São Carlos. São Carlo, SP. 2011

VAZ, Pedro Miguel Duarte. **Estudo De ligações De Hidrogénio C-H...O Em líquidos**. 2003. Tese (Doutorado em Química). Universidade de Aveiro (Portugal). 2003.

VENTURINI, C. D. G. et al. Propriedades e aplicações recentes das ciclodextrinas. **Química Nova**, v. 31, n. 2, p. 360–368, 2008.

WEN, P. et al. Fabrication of electrospun polylactic acid nanofilm incorporating cinnamon essential oil/ β -cyclodextrin inclusion complex for antimicrobial packaging. **Food Chemistry**, v. 196, p. 996–1004, 1 abr. 2016.

ZORNIO, C. F. **Preparação e caracterização do compelxo de inclusão B-ciclodextrina/(z)-jasmona e da fibra de algodão enxertada com B-ciclodextrina**. 2013. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, SC. 2013

APÊNDICES

APÊNDICE A - Ficha de avaliação da estabilidade acelerada

Perfume 1				
Dia 0	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Líquido	Líquido	Líquido	Líquido
Cor	Branco	Branco	Branco	Branco
Odor	Laranja	Laranja	Laranja	Laranja
pH	5,16	5,16	5,16	5,16

Perfume 1				
Dia 7	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Líquido + Precipitado branco	Líquido + Precipitado branco	Líquido + Precipitado branco	Líquido + Precipitado branco
Cor	Amarelado	Amarelado	Amarelado	Amarelado
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,51	5,56	5,49	5,22

Perfume 1				
Dia 15	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Precipitado branco	Precipitado branco	Precipitado branco	Precipitado branco
Cor	Amarelado	Amarelado	Amarelado	Amarelado
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,65	5,59	5,63	5,28

Perfume 1				
Dia 30	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Precipitado branco	Precipitado branco	Precipitado branco	Precipitado branco
Cor	Amarelado	Amarelado	Amarelado	Amarelado
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,72	5,56	5,76	4,82

Perfume 1				
Dia 45	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Precipitado branco	Precipitado branco	Precipitado branco	Precipitado branco
Cor	Amarelado	Amarelado	Amarelado	Amarelado
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,59	5,62	5,68	4,80

Perfume 2				
Dia 0	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Líquido	Líquido	Líquido	Líquido
Cor	Levemente amarela	Levemente amarela	Levemente amarela	Levemente amarela
Odor	Laranja	Laranja	Laranja	Laranja
pH	4,92	4,92	4,92	4,92

Perfume 2				
Dia 7	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,44	5,34	5,72	4,10

Perfume 2				
Dia 15	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,51	5,39	5,70	4,13

Perfume 2				
Dia 30	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Normal	Normal	Mais intenso
pH	5,55	5,53	6,04	4,21

Perfume 2				
Dia 45	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Amarelo intenso	Normal	Normal	Normal
Odor	Mais fraco	Mais fraco	Imperceptível	Mais intenso
pH	5,45	5,21	5,88	3,96

Perfume 3				
Dia 0	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Líquido	Líquido	Líquido	Líquido
Cor	Levemente amarelado	Levemente amarelado	Levemente amarelado	Levemente amarelado
Odor	Laranja	Laranja	Laranja	Laranja
pH	4,85	4,85	4,85	4,85

Perfume 3				
Dia 7	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Normal	Menos intenso	Mais intenso
pH	5,57	5,69	5,89	5,00

Perfume 3				
Dia 15	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Normal	Menos intenso	Mais intenso
pH	5,67	5,75	6,01	5,10

Perfume 3				
Dia 30	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Forte	Menos intenso	Forte
pH	5,73	5,76	6,14	5,23

Perfume 3				
Dia 45	Prateleira	Exposição a luz	Geladeira	Estufa
Aspecto	Normal	Normal	Normal	Normal
Cor	Normal	Normal	Normal	Normal
Odor	Normal	Normal	Fraco	Intenso
pH	5,63	5,53	5,39	5,15

ANEXO

Anexo A



LAUDO TÉCNICO
Óleo Essencial de Laranja Doce
(Citrus aurantium var. dulcis)

CAS Number: 8008-57-9

INCI: Citrus aurantium dulcis Peel Oil

Itens Controlados	Especificações
Aparência	Líquido Límpido
Cor	Amarelo a laranja
Impurezas	Isento
Odor	Característico, cítrico, doce
Densidade (20°C)	0,830 – 0,860
Índice de Refração (20°C)	1,465 – 1,485
Principais componentes (valores aproximados)	d-imoneno = 96% α-pineno = 0,5% Mirceno = 1,8% Sabineno = 0,3%
Obtenção	Prensagem a frio da casca dos frutos
Origem	Brasil
Obs.: não contem OGM nem foi utilizado para teste em animais.	

Recomendações Especiais	
Manuseio	Uso de luvas, óculos de segurança ampla visão recomendável. Não ingerir. Evitar contato com a pele, olhos e mucosa. Se isso ocorrer, lavar imediatamente com água límpida em abundância. Em caso de derramamento, absorver o material derramado com material absorvente (areia, terra).
Riscos	Produto inflamável a temperatura acima de 46°C. Pode provocar irritação ou alergia na pele.
Incêndio	Caso haja fogo, utilizar extintor de pó químico seco e água em forma de neblina, não utilizando jatos de água para não espalhar o produto. Usar equipamento de proteção individual.
Explosividade	Nenhum perigo em condições normais.
Uso	Este produto destina-se ao uso profissional / industrial e como é elaborado a partir de substâncias naturais pode apresentar pequenas variações de cor e cromatografia sem causar qualquer problema na performance do produto.
Armazenamento	Armazenar em local seco, longe de umidade e do calor, protegido da luz, em recipiente original bem vedado. Não reutilizar a embalagem vazia.
Transporte	Número de risco:30 / Número da ONU:2319 / Classe ou Subclasse de risco: 3 / Descrição da classe ou subclasse: Líquidos Inflamáveis / Grupo de Embalagem: III

As informações contidas nesta publicação representam o melhor de nosso conhecimento. Entretanto, nada aqui mencionado deve ser entendido como garantia de uso. Os consumidores devem efetuar seus próprios ensaios para determinar a viabilidade da aplicação.

Engenheira Química Responsável: Alice Lasthaus CRQ: IV 04330754