



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**

**CLÁUDIO PEREIRA DE ARAÚJO JÚNIOR**

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ATIVIDADE BIOLÓGICA DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE  
FRUTAS CÍTRICAS**

**Recife, PE  
Julho, 2009**

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**

**CLÁUDIO PEREIRA DE ARAÚJO JÚNIOR**

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ATIVIDADE BIOLÓGICA DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE  
FRUTAS CÍTRICAS**

Dissertação apresentada ao **Programa de Pós-Graduação em Química** da Universidade Federal Rural de Pernambuco, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de **Mestre em Química**.

Orientador: Prof<sup>o</sup> Dr. **Cláudio Augusto Gomes da Câmara**

**Recife, PE**

**Julho, 2009**

Ficha catalográfica

A663c Araújo Júnior, Cláudio Pereira de  
Composição química e atividade biológica dos óleos  
essenciais de frutas cítricas / Cláudio Pereira de Araújo  
Júnior. – 2009.  
80 f. : il.

Orientador: Cláudio Augusto Gomes da Camara  
Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade  
Federal Rural de Pernambuco. Departamento de Química.  
Inclui bibliografia.

CDD 540

1. Rutaceae
2. *Citrus*
3. *Tetranychus urticae*
4. Óleos essenciais
  - I. Camara, Cláudio Augusto Gomes da
  - II. Título

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO**  
**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ATIVIDADE BIOLÓGICA DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE**  
**FRUTAS CÍTRICAS**

**Por: Cláudio Pereira de Araújo Júnior**

Esta dissertação foi julgada para a obtenção do título de **Mestre em Química** e aprovada em 29/07/2009 pelo Programa de Pós-Graduação em Química, em sua forma final.

Banca Examinadora:

Prof.<sup>o</sup>. Dr. Cláudio Augusto Gomes da Câmara Orientador  
DQ/UFRPE

Prof.<sup>o</sup>. Dr. Eduardo de Jesus Oliveira - LTF/UFPB

Prof.<sup>ª</sup>. Dra. Tania Maria Sarmiento da Silva - DQ/UFRPE

Prof.<sup>o</sup>. Dr. Clécio Souza Ramos – DQ/UFRPE

Prof.<sup>o</sup>. Dr. Roberto de Vasconcelos Antunes – suplente - DQ/UFRPE

*“Não temas, porque estou contigo; não te assustes, porque sou o teu Deus; eu te fortaleço, ajudo e sustento com a minha mão direita fiel” (Isaías 41:10).*

## **DEDICATÓRIA**

Aos meus pais Cláudio Pereira de Araújo (*In memoriam*) e Maria Auxiliadora Santa Cruz Araújo pelo grande investimento na educação por mim recebida, o apoio incondicional, e amor sem limite.

À minha irmã Carla Cristiane Santa Cruz Araújo, pelo apoio e companheirismo.

A minha esposa Rode de Souza Araújo, pelo seu amor, companheirismo, paciência, apoio, orações, sugestões e por se fazer presente em todas as horas e decisões mais difíceis.

Às filhas Rebeca Cristina Almeida de Araújo e Lívia Maria de Souza Araújo, por serem os presentes mais lindos confiados a mim por Deus.

A toda minha família, os de perto e os de longe, que estiveram sempre nos fortalecendo nesta caminhada.

## AGRADECIMENTOS

À Deus, pois sem ele nada seria possível e não teria sentido. Ao Prof. Dr. Cláudio Augusto Gomes da Câmara, orientador deste trabalho, pelo exemplo de pesquisador, incentivador, por acreditar na realização da pesquisa e por todo o suporte dado nesta caminhada.

Ao Prof. Dr. José Vitor Moreira Lima Filho (Dpto. de Biologia/Área de Microbiologia-UFRPE) pela contribuição quanto aos testes de atividade antimicrobiana. À Prof<sup>ª</sup>. Dra. Ilka Márcia Ribeiro de Souza Serra (Laboratório de Fitopatologia da UEMA) pela contribuição quanto aos testes de atividades antifúngicas.

À Prof<sup>ª</sup>. Dra. Suzene Izídio da Silva (Depto. de Biologia – UFRPE) pela grande ajuda na identificação botânica das espécies de *Citrus* estudadas.

A Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE) e ao Departamento de Química, pela oportunidade de desenvolver este trabalho de pesquisa. A todos os Prof<sup>º</sup>. do Mestrado, que contribuíram grandemente para a minha formação.

Aos meus queridos e inesquecíveis colegas do Laboratório de Produtos Naturais Bioativos (LPNBIO): Cristianne Gomes, Ilzenayde Neves, Marcílio Moraes, Nicolle Ribeiro, Priscilla Botelho, Raquel Silvestre e Roberta Neves pela ajuda indispensável nas extrações, testes e análises dos resultados, bem como o apoio, atenção, orientação e paciência.

Às funcionárias Ana Amâncio, do Programa de Pós-Graduação em Química pela presteza e simpatia com que sempre nos atendia, Ana Katarina do COMUT/UFRPE, pelo empenho na solicitação de várias referências e Cléia do setor de Normalização da Biblioteca da UFRPE pela orientação quanto às referências bibliográficas.

Ao Sr. Moisés da Silva e sua esposa Anísia, proprietários do Sítio Cigarra, em Santana do Mundaú, pela calorosa receptividade, presteza e ajuda na colheita de frutas, flores e folhas das sete espécies de *Citrus*. A todos que torceram, oraram e contribuíram para que este trabalho se tornasse realidade: Meu Muito Obrigado!



## RESUMO

O presente trabalho identificou a composição química do óleo essencial da casca de sete espécies de *Citrus*: Laranjas: Pêra (*Citrus sinensis* Osbeck var. Pêra); Lima (*Citrus aurantium* L.) e Mímo do Céu (*Citrus sinensis* Osbeck var. Mímo). Tangerinas: Cravo (*Citrus reticulata* Blanco) e Murcot. (*Citrus sinensis* x *Citrus reticulata*) e Limões: Siciliano (*Citrus limon* L. Burm.f.) e Taiti (*Citrus aurantifolia* Tanaka), o potencial biológico sobre o ácaro rajado (*Tetranychus urticae* Koch), a atividade antimicrobiana contra o crescimento de *Staphylococcus aureus* e a atividade antifúngica contra o crescimento de *Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f. sp. *glycines*. A identificação dos compostos dos óleos foi feita por CG-EM mostrando como componente principal o limoneno (38,9% - 86,1%). O teste de atividade antibacteriana mostrou que apenas o óleo das cascas do limão taiti (*Citrus aurantifolia* Tanaka) apresentou potencial antimicrobiano contra o crescimento de *S. aureus* com uma CMI de 75mg/mL. Todos os óleos avaliados quanto ao potencial acaricida frente ao ácaro rajado foram tóxicos. Os mais repelentes foram os óleos da tangerina cravo (*Citrus reticulata* Blanco) e do limão siciliano (*Citrus limon* L. Burm.f) na concentração de 0,25% e o mais fumigante foi o do limão siciliano (*Citrus limon* L. Burm.f) com uma CL<sub>50</sub> de 1,44 µL/L de ar. Quanto ao crescimento micelial não houve diferenças estatísticas entre os diferentes tratamentos, quando comparado a testemunha, no entanto, merecem destaque para ambos os fungos estudados (*Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f. sp. *Glycines*), os óleos do limão taiti (*Citrus aurantifolia* Tanaka) e limão siciliano (*Citrus limon* L. Burm.f).

**PALAVRAS-CHAVE:** Óleo essencial, composição química, Rutaceae, *Citrus*, atividade microbiana e acaricida, *Tetranychus urticae*, *Staphylococcus aureus*, *Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f. sp. *Glycines*.

## ABSTRACT

This study evaluated the chemical composition of essential oil of the peel of seven species of Citrus: Oranges: Pêra (*Citrus sinensis* Osbeck var. Pêra), Lima (*Citrus aurantium* L.) and Mimo do Céu (*Citrus sinensis* Osbeck var. Mimo). Mandarins: Cravo (*Citrus reticulata* Blanco) and Murcot (*Citrus sinensis* x *Citrus reticulata*) and Lemons: Sicilian (*Citrus limon* L. Burm. f.) and Tahiti (*Citrus aurantifolia* Tanaka), the biological potential of the two spotted spider mite (*Tetranychus urticae* Koch), the antimicrobial activity against the growth of *S. aureus* and antifungal activity against the growth of *Colletotrichum gloeosporioides* and *Fusarium solani* f. sp. *glycines*. The identification of the compounds of oil was performed by GC-MS showing the main component limonene (38.9% - 86.1%). The test of antibacterial activity showed that only the oil of the lemon peel Tahiti (*Citrus aurantifolia* Tanaka) showed antimicrobial potential against the growth of *S. aureus* with a MIC of 75mg/mL. All oil assessed for potential acaricide against the two spotted spider mite were toxic. Most repellents are oils of tangerine cravo (*Citrus reticulata* Blanco) and Sicilian lemon (*Citrus limon* L. Burm. f.) at a concentration of 0.25% and more fumigant was the Sicilian lemon (*Citrus limon* L. Burm. f.) with a LC<sub>50</sub> of 1,44 µL / L air. As the mycelial growth no statistical differences between different treatments, when compared to control, however, deserve emphasis for both fungi studied (*Colletotrichum gloeosporioides* and *Fusarium solani* f. sp. *glycines*), oils of Tahiti lemon (*Citrus aurantifolia* Tanaka) and Sicilian lemon (*Citrus limon* L. Burm. f.).

**Keywords:** essential oil, chemical composition, Rutaceae, *Citrus*, microbial and acaricidal activity, *Tetranychus urticae*, *Staphylococcus aureus*, *Colletotrichum gloeosporioides* and *Fusarium solani* f. sp. *Glycines*.

**LISTA DE FIGURAS**

	<b>Pag.</b>
Figura 1 Detalhes de Frutos e Ramos de Laranja Mimo	02
Figura 2 Detalhes de Frutos e Ramos de Laranja Lima	03
Figura 3 Detalhes de Frutos e Ramos de Laranja Pêra	04
Figura 4 Detalhes de Frutos e Ramos de Tangerina Murcot	04
Figura 5 Detalhes de Frutos e Ramos de Tangerina Cravo	05
Figura 6 Detalhes de Frutos e Ramos de Limão Siciliano	06
Figura 7 Detalhes de Frutos e Ramos de Limão Taiti	06
Figura 8 Cromatogramas dos óleos essenciais das cascas dos frutos das espécies de <i>Citrus</i> cultivadas no Sitio Cigarra em Alagoas.	22
Figura 9 Efeito fungitóxico de óleos essenciais obtido de cascas de <i>Citrus</i> sobre fitopatógenos <i>C. gloeosporioidese</i> e <i>F. solani</i> f.sp. <i>glycine</i>	55

**LISTA DE QUADROS**

	<b>Pág</b>
Quadro 1 Estruturas químicas dos constituintes identificados nos óleos essenciais das cascas de sete espécies de <i>Citrus</i> .	29

**LISTA DE TABELAS**

	<b>Pág</b>
Tabela 1 Atividade Inseticida reportado na literatura para óleos essenciais de espécies de <i>Citrus</i> de diferentes partes da planta.	12
Tabela 2 Concentrações utilizadas para avaliação da repelência dos óleos sobre o ácaro rajado <i>T. urticae</i>	18
Tabela 3 Rendimentos (%P) dos óleos essenciais das cascas das espécies de <i>Citrus</i> calculados em função do material vegetal fresco.	20

	12
Tabela 4 Porcentagem dos constituintes químicos identificados nos óleos essenciais das cascas das sete espécies de <i>Citrus</i> .	25
Tabela 5 Constituintes químicos majoritários, reportados na literatura, para óleos essenciais obtidos de diferentes partes de laranjas.	32
Tabela 6 Constituintes químicos majoritários, reportados na literatura, para óleos essenciais obtidos de diferentes partes de tangerinas.	38
Tabela 7 Constituintes químicos majoritários, reportados na literatura, para óleos essenciais obtidos de diferentes partes de limões.	42
Tabela 8 Concentração letal média (CL <sub>50</sub> ) de óleos essenciais de <i>citrus</i> sobre ácaros de <i>T. urticae</i> .	49
Tabela 9 Resultados dos testes de repelência para os óleos de <i>citrus</i> em diferentes concentrações.	50
Tabela 10 Crescimento Micelial (em cm e %) e taxa de crescimento micelial (em cm/dia e %) de <i>Colletotrichum gloeosporioides</i> e <i>Fusarium solani</i> f.sp. <i>glycine</i> tratados com óleos essenciais de <i>Citrus</i> a 0,2%.	56

**SUMÁRIO**

	Pág.
AGRADECIMENTOS	vi
RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE QUADRO	ix
LISTA DE TABELAS	ix
1 INTRODUÇÃO	01
2 OBJETIVOS	09
2.1. Objetivo Geral	09
2.2. Objetivos Específicos	
3 ATIVIDADE BIOLÓGICA DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE ESPÉCIES DE <i>Citrus</i>	10
4 MATERIAIS E MÉTODOS	15
4.1. Material Vegetal	15
4.2. Obtenção dos óleos e análise química por CG e CG/EM	15
4.3. Criação do Ácaro	16
4.4. Teste de Fumigação	17
4.5. Teste de Repelência	17
4.6. Atividade Antimicrobiana	19
4.6.1. Ação Bactericida	19
4.6.2. Ação Antifúngica	19
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	20
6 CONCLUSÃO	57
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58

## 1 – INTRODUÇÃO

As plantas cítricas foram introduzidas no Brasil pelas primeiras expedições colonizadoras, provavelmente na Bahia. Entretanto, com melhores condições para se cultivar e produzir do que nas próprias regiões de origem, estas plantas se expandiram por todo o país. A citricultura brasileira detém a liderança mundial e tem se destacado pela promoção do crescimento sócio-econômico, contribuindo com a balança comercial nacional e principalmente, como geradora de empregos, diretos e indiretos, na zona rural (Cunha *et al.*, 1996).

*Citrus* é um gênero de plantas da família Rutaceae, ordem Sapindales, originárias do sudeste tropical e subtropical da Ásia. O grupo contém três espécies e numerosos híbridos naturais e cultivados, incluindo as frutas habitualmente designadas por citrinos, como a laranja, limão, toronja, lima e tangerina. Elas são grandes arbustos ou pequenas árvores, alcançando entre 5 m e 15 m de altura (Andrews, 1961).

As folhas são persistentes, com coloração verde-clara quando novas e passam para o verde mais escuro à medida que envelhecem. Variam de simples a compostas, unifoliatas, com limbos inteiros. Sua forma é elíptica, oval ou lanceolada e, de aspecto coreácea. Os frutos são divididos em pericarpo e sementes. São hesperídios (do latim *hesperidium*), ou seja, o fruto é uma baga (é o tipo mais comum de fruto carnudo simples, no qual a parede do ovário inteiro amadurece em um pericarpo comestível) com muitas sementes, cujo endocarpo é dividido também em câmaras, podendo ser globulosos ou subglobulosos (De Araújo *et al.*, 2003).

O Brasil destaca-se mundialmente como o maior produtor e exportador de suco concentrado congelado de laranja. A Região Sudeste participa com 84,11% da produção da fruta, seguida pelo Nordeste com 8,81%. A participação maior do Sudeste deve-se principalmente ao Estado de São Paulo, o maior produtor do País, com participação de 80,36% do total Brasil. O segundo estado produtor é a Bahia, e o terceiro Sergipe, ambos com cerca de 4% da produção nacional (IBGE 2004).

Outro local, no Nordeste, que tem se destacado na citricultura nacional é o estado de Alagoas. O município de Santana do Mundaú, localizado no Vale do Rio Mundaú, região leste de Alagoas, tem na citricultura sua principal referência, onde são encontradas diversas cooperativas de agricultores, como a que tem como sede o Sítio Cigarra. Nesse sítio, podem ser encontrados pomares de algumas espécies e variedades de *Citrus*, os quais serviram de local de coleta das espécies utilizadas na realização desse trabalho.

As espécies de *Citrus* selecionadas para investigação quanto à composição química e potencial biológico nesse estudo foram coletadas a partir do Sítio Cigarra, no município de Santana do Mundaú - AL e são descritas abaixo:

**Laranja Mimo** (*Citrus sinensis* Osbeck var. Mimo): É uma fruta de sabor doce e uma das mais cultivadas em todo o mundo. É uma árvore de porte médio e copa densa, arredondada e perene  
Figura 1.



Figura 1: Detalhes de frutos e ramos de Laranja Mimo – 2007 (foto por Claudio P. A. Junior)

Sua origem é controversa, diz-se que pode ser oriunda da Índia, China ou Vietnã. Seu tronco e ramos apresentam casca castanho-acinzentada e são uns tanto tortuosos. As folhas são verdes, brilhantes e muito aromáticas. As flores são brancas, pequenas e perfumadíssimas. A frutificação pode-se estender durante todo o ano, mas é mais abundante no outono. Apresentam baixa acidez e sabor suave (Mattos *et al.*, 2005).

**Laranja Lima** (*Citrus aurantium* L.): É também conhecida como laranja azeda ou amarga.

A laranja azeda é nativa do sudeste da Ásia. Por 500 anos, foi a única laranja na Europa e foi a primeira laranja a alcançar o Novo Mundo. A altura da árvore varia de 3 a 9 m. Tem casca lisa de cor marrom. Os galhos são verdes, angulares, quando jovem, e flexíveis, não muito acentuada de espinhos. As folhas são aromáticas. As flores são altamente perfumadas (Mattos *et al.*, 2005) (Figura 2).



Figura 2 Detalhes de frutos e ramos de Lanranja Lima – 2007- (foto por Claudio P. A. Junior)

**Laranja Pêra** (*Citrus sinensis* Osbeck var. Pêra): É um dos mais favorecidos frutos do mundo. A árvore pode atingir cerca de 7,5m ou, com idade avançada, até 15 m (Figura 3). Tem uma copa arredondada dos ramos delgados. Os galhos quando jovens são retorcidos e angulados e podem ostentar espinhos. As flores são brancas e docemente perfumadas. Presume-se que a sua origem é no sul da China, região nordeste da Índia, ou talvez do sudeste da Ásia (antiga Indochina) (Mattos *et al.*, 2005) (Figura 3).





Figura 3 Detalhes de frutos e ramos de Lanranja Pêra – 2007 - (foto por Claudio P. A. Junior)

**Tangerina Murcot** (*Citrus sinensis* Osbeck x *Citrus reticulata* Blanco): É um híbrido resultante do cruzamento da laranja doce (*Citrus sinensis* Osbeck) com a tangerina cravo (*Citrus reticulata* Blanco). Dentre as frutas de mesa, elas são preferidas pela população mundial. Os consumidores são atraídos por sua beleza, qualidade e delicadeza, como também, pela facilidade de serem descascadas (Mattos *et al.*, 2005) (Figura 4).



Figura 4 Detalhes de frutos e ramos de tangerina Murcot – 2007 - (foto por Claudio P. A. Junior)

**Tangerina Cravo** (*Citrus reticulata* Blanco): Mandarin é o nome do grupo de uma classe de laranjas com casca fina, solta, que foram batizadas como laranjas "luva de pelica". Elas são tratadas como membros de uma espécie distinta, *Citrus reticulata* Blanco. As árvores mandarineiras podem ser menores que da laranja ou igual em tamanho, dependendo da variedade. Com idade avançada, podem chegar a uma altura de 7,5 m. A árvore apresenta galhos finos e largos. As flores

são fixadas individualmente ou em conjunto. As cascas dos frutos são laranja-brilhante ou vermelho-alaranjada quando madura (Figura 5). A tangerina é considerada nativa do Sudeste da Ásia e das Filipinas. É muito mais cultivada no Japão, Sul da China, da Índia, e nas Índias Orientais, e é estimada para consumo doméstico na Austrália (Mattos *et al.*, 2005) (Figura 5).



Figura 5 Detalhes de frutos e ramos de Tangerina Cravo  
– 2007 - (foto por Claudio P. A. Junior)

**Limão Siciliano** (*Citrus limon* L. Burm.f.): É o principal citrino ácido, atraente devido à sua cor, odor e sabor (sinônimos: *C. Limonium* Risso, *C. limonia* Osbeck, *C. medica* var. *Limonium* Brandis). O verdadeiro limoeiro atinge 3-6 m de altura e geralmente tem acentuados espinhos nos galhos (Figura 6). As folhas, avermelhadas quando jovem, tornam-se verde-escuro na parte superior e verde-clara na parte inferior. As flores são perfumadas podendo ser solitárias ou agrupadas de duas a duas ou mais. A casca é geralmente levemente amarelada. Alguns frutos não apresentam sementes, mas a maioria tem um número reduzido delas. A verdadeira origem do limão é desconhecida, embora alguns a tenham associada ao noroeste da Índia (Mattos *et al.*, 2005) (Figura 6).



Figura 6 Detalhes de frutos e ramos de Limão Siciliano – 2007 - (foto por Claudio P. A. Junior)

**Limão Taiti** (*Citrus aurantifolia* Tanaka). Este limão é comumente chamado de lima da Pérsia. A árvore do limão taiti é moderadamente vigorosa, de tamanho médio a grande, medindo de 4,5-6 m, com ramos generalizados (Figura 7). As folhas são amplas. Flores, presentes, no mês de Janeiro, são ligeiramente roxo-tingidas. A casca quando nova é verde-viva e torna-se amarelo-pálida com o passar da idade. A origem do limão taiti é desconhecida. Presume-se que o limão taiti foi introduzido na região do Mediterrâneo, através do Irã (anteriormente chamado Pérsia) (Mattos *et al.*, 2005) (Figura 7).



Figura 7 Detalhes de frutos e ramos de Limão Taiti – 2007 - (foto por Claudio P. A. Junior)

A cultura dos citrinos, no Brasil, oferece para o mercado nacional e internacional, diversos produtos, desde a fruta *in natura*, passando pelos diversos tipos de sucos cítricos. A indústria de

suco concentrado produz também diversos subprodutos como os óleos essenciais e o farelo de polpa cítrica. Esses subprodutos possuem diferentes aplicações no mercado interno e externo, para a fabricação de solventes, tintas, fragrâncias e como complemento para ração animal (Boteon, 2005).

A maioria dos óleos essenciais do pericarpo dos frutos possui como componente principal o monoterpeno, limoneno, que é utilizado como matéria-prima para a obtenção de solventes, tintas, resinas e plásticos (Craveiro *et al.*, 1981). Os frutos, folhas e flores são bastante aromatizados e por isso, as espécies de *Citrus* se caracterizam pela produção de óleos essenciais.

Óleo essencial é uma mistura complexa de compostos orgânicos voláteis, com até centenas de constituintes distintos, extraídas por processos específicos de diferentes partes da planta, constituindo matérias-primas de grande importância para as indústrias cosmética, farmacêutica e alimentícia. Nesse sentido, direcionando para os óleos essenciais, outra forma de agregar valor, a partir dos resíduos produzidos na indústria cítrica é a utilização do óleo essencial extraído do pericarpo das cascas dos frutos para o controle de microorganismo, fungos e bactérias e/ou de seu uso como alternativas aos inseticidas convencionais no controle de pragas agrícolas.

A utilização dos inseticidas de origem vegetal merece destaque dentre os métodos alternativos ao controle químico convencional, pelos aspectos de segurança e pela conservação do equilíbrio do agroecossistema. Devido a sua alta volatilidade, os óleos essenciais podem ser usados para o controle de pragas de ambientes fechados, como por exemplo, em casas de vegetação ou na preparação de formulações para serem utilizados em ambientes abertos (Aslan *et al.*, 2004).

Recentemente, estudos com óleos essenciais foram conduzidos com o intuito de se avaliar suas propriedades contra vários artrópodes, inclusive contra o *Tetranychus urticae* Koch, popularmente conhecido por ácaro rajado, o qual é considerado praga para inúmeras culturas economicamente importantes em todo o mundo, como o algodoeiro, feijoeiro, morangueiro, mamoeiro, tomateiro e videira (Pontes *et al.*, 2007 a-c).

Devido principalmente a estas propriedades e associadas às características flavorizantes, alguns óleos (*Citrus limon*, *Citrus aurantium*, *Citrus sinensis*) têm sido utilizados na preservação

dos alimentos, aromaterapia (Faid *et al.*, 1995, Buttner *et al.*, 1996) e fragrâncias industriais (Van De Braak *et al.*, 1999).

Por tudo isso os óleos essenciais são uma fonte promissora de substâncias que atuam no controle de microorganismos, em geral. Nesse sentido, é pertinente investigar o potencial antimicrobiano de óleos essenciais contra fungos fitopatógenos.

O gênero *Colletotrichum* e o seu telemorfo, *Glomerella* são os maiores fitopatógenos espalhados por todo o mundo. A espécie *Colletotrichum gloeosporioides* é responsável pela manifestação da antracnose em diferentes culturas de interesse econômico, merecendo destaque, frutíferas como manga, caju, maracujá. Em maracujazeiro, a antracnose se configura como uma das mais importantes enfermidades da cultura. Todos os órgãos da planta são atacados; flores, panículas, ramos, folhas e frutos (Serra, 2006), sendo que nos últimos a doença pode acontecer em qualquer estágio de desenvolvimento sendo o seu maior dano a inviabilização de comercialização dos produtos. Fungos do gênero *Fusarium* sp. são responsáveis por grandes perdas de produção em cultivos de tomate, quiabo, caupi, soja entre outras. A podridão vermelha da raiz ou morte súbita, causada por *Fusarium solani* f.sp. *glycines*, é uma das doenças mais importante na cultura da soja (Cho *et al.*, 2001), e já foi identificada em todas as regiões produtoras do país (Embrapa, 1999).

Embora as atividades farmacológicas de vários óleos essenciais terem sido descritas na literatura, a atividade contra fungos fitopatógenos têm sido pouco investigado. Recentemente cientistas de vários centros de pesquisa têm reportado resultados da atividade antifúngica com vários óleos essenciais e seus constituintes químicos (Dhingra, 2004 e Kobaisy, 2001). O controle alternativo de doenças de plantas vem se mostrando uma alternativa viável e sustentável quando comparadas às demais formas de controle, principalmente o químico.

Como os óleos essenciais e alguns de seus componentes são isentos de registros e devido o seu longo uso popular na culinária como flavorizantes de alimentos, condimentos, etc. essas prerrogativas têm facilitado o rápido desenvolvimento e comercialização de pesticidas a partir desses óleos como ingredientes ativos (Isman, 2000). Um exemplo é o óleo de espécies do gênero

*Ocimum*, constituído majoritariamente por eugenol, que age como fumigante natural contra pragas de grãos armazenados (Jayasekara *et al.*, 2005).

Levando em consideração as potencialidades de usos de óleos essenciais em áreas estratégicas para o desenvolvimento sócio-econômico do nosso Estado, bem como potencializar uma forma de agregar valor à citricultura por meio do aproveitamento do óleo essencial a partir do processamento industrial do suco de *Citrus*. Levando em consideração ainda a ausência ou poucos estudos biológicos, com óleos essenciais de *Citrus*, referente ao potencial fitopatogênico e acaricida, este trabalho tem por objetivo investigar o perfil químico e o potencial biológico (antimicrobiano e acaricida) do óleo essencial de sete espécies de *Citrus* cultivadas no Nordeste do Brasil.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 – OBJETIVO GERAL**

Investigar a composição química do óleo essencial da casca de sete espécies de *Citrus* cultivados no Nordeste brasileiro, bem como, avaliar o seu potencial antimicrobiano e acaricida.

### **2.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Obter por hidrodestilação os óleos essenciais das cascas dos frutos das espécies descritas acima, bem como, mensurar seus rendimentos.
- Identificar por Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (CG/EM) os constituintes químicos dos óleos obtidos das cascas dos frutos das espécies descritas acima.
- Avaliar os efeitos fumigante e repelente dos óleos de *Citrus* obtidos das cascas das espécies descritas acima contra o ácaro rajado (*Tetranychus urticae*)
- Avaliar a ação bactericida dos óleos de *Citrus* obtidos das cascas das espécies de *Citrus* descritas acima contra cepas dos gêneros *Staphylococcus aureus*, gram (+), bem como determinar a concentração mínima inibitória.

- A avaliar a ação antimicrobiana dos óleos essenciais obtidos das cascas das sete espécies de *Citrus* descritas acima sobre o crescimento micelial dos fungos *Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f. sp. *glycines*

### **3 – ATIVIDADE BIOLÓGICA DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE ESPÉCIES DE CITRUS**

A literatura tem reportado vários resultados de que óleos essenciais, de diferentes fontes vegetais possuem propriedade antifúngica, antiviral, antioxidante e inseticidas (Burt, 2004, Kordali *et al.*, 2005). Alguns desses óleos têm sido usados no estudo da atividade citotóxica de células tumorais de linhagens A-549 e DLD-1 (Sylvestre *et al.*, 2006), na preservação dos alimentos (Faid *et al.*, 1995), aromaterapia (Buttner *et al.*, 1996) e na indústria de perfume, cosmético (Van De Braak *et al.*, 1999). Dessa forma, pode-se concluir que óleos essenciais são fontes de compostos biologicamente ativos. Por isso, nos dias de hoje, há um grande interesse no estudo químico de produtos vegetais, especialmente a partir de plantas aromáticas, particularmente em óleos essenciais (Milhau *et al.*, 1997). Nessa linha de raciocínio é de se esperar que ocorram diferentes substâncias nos óleos essenciais, em geral, com propriedades biológicas e em particular com ação inseticida (Darokar *et al.*, 1998). Levantamento bibliográfico referente aos óleos essenciais de *Citrus*, com ênfase na atividade biológica revelou uma grande quantidade de artigos reportando resultados de atividade biológica das mais variadas, por exemplo, Antimicrobiana, antioxidante, anticancer, inseticida etc. A Tabela 1 mostra todos os estudos biológicos realizados com óleos essenciais industriais ou comerciais de *Citrus* de diferentes espécies coletadas em vários locais do mundo.

Ainda de acordo com o levantamento bibliográfico, com enfoque especificamente de óleos essenciais com potencial inseticida, constatou-se que os insetos é um importante problema de saúde pública em todo o mundo e esses animais não são apenas um incômodo, mas também podem transmitir doenças graves como a malária, filariose, encefalite, dengue, e febre amarela (Su e Ye, 1996). O referido levantamento permitiu evidenciar que uma quantidade significativa de compostos obtidos de diferentes espécies de *Citrus* apresenta propriedade inseticida contra vários artrópodes

(Jacobson e Crosby, 1971), particularmente de interesse na agricultura, medicina humana e veterinária Tabela 1.



**Tabela 1** Atividade Inseticida reportado na literatura para óleos essenciais de espécies de *Citrus* de diferentes partes da planta.

Espécie	Artropode	Parte da Planta	Local de Coleta	Referência
<i>C. aurantifolia</i>	<i>Aedes aegypti</i> L.	folhas	Malásia	Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001
	Mosquito	casca	Nigéria	Anaso <i>et al.</i> , 1990
<i>C. aurantifolia</i> (Christin) Swingle	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.) e <i>Sitophilus zeamais</i>	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
<i>C. aurantifolia</i>	<i>Spodoptera littoralis</i>	cascas	USA	Pavela, 2005
	<i>Tribolium castaneum</i> (Herbst)	óleo comercial	Austrália	Byung – Ho Lee <i>et al.</i> , 2002
	Mosquito, barata e mosca doméstica	cascas	Nigéria	Ezeonu <i>et al.</i> , 2001
<i>C. aurantifolia</i>	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Pediculus humanus capitis</i> De Geer	lime Dis 5F	Coréia	Cheol <i>et al.</i> , 2004
	<i>Tetranychus urticae</i> e <i>Phytoseiulus persimilis</i>		Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2004
<i>C. aurantifolia</i> Swingle	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	lime Dis 5F	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. aurantium</i>	<i>Pediculus humanus capitis</i> De Geer	óleo comercial	Coréia	Cheol <i>et al.</i> , 2004
	<i>Tetranychus urticae</i> e <i>Phytoseiulus persimilis</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2004
	<i>Dermanyssus gallinae</i>	óleo comercial	Coréia	Kim <i>et al.</i> , 2004
	<i>Trialeurodes vaporariorum</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2003
<i>C. aurantium</i> L.	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. aurantium</i> L.	<i>Bactrocera oleae</i> e <i>Ceratitus capitata</i>	casca	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2008
	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Liposcelis bostrychophila</i>	folhas	China	Jin-jun Wang <i>et al.</i> , 2001
<i>C. aurantium</i> L. subsp. Beramia	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. aurantium</i>	<i>Plutella xylostella</i> e <i>Cotesia glomerata</i>	óleo comercial	Coréia	Chang –Genn <i>et al.</i> , 2007
	<i>Cadra cautella</i> (Walker)	óleo essencial	Coréia	Mi-Jin – Sim <i>et al.</i> , 2006
<i>C. aurantium</i>	<i>Plutella xylostella</i> e <i>Cotesia glomerata</i>	óleo comercial	Coréia	Chang –Genn <i>et al.</i> , 2007
	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Tetranychus urticae</i> e <i>Phytoseiulus persimilis</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2004
<i>C. aurantium</i> Risso	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	flavedo	Irã	Moravej e Abbar, 2008
<i>C. aurantium</i> ssp. amara	<i>Lycoriella mali</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2006
<i>C. aurantium</i> var. amara	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. bergamia</i>	<i>Pediculus humanus capitis</i> De Geer	óleo comercial	Coréia	Cheol <i>et al.</i> , 2004
	<i>Dermanyssus gallinae</i>	óleo comercial	Coréia	Kim <i>et al.</i> , 2004
	<i>Trialeurodes vaporariorum</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2003
<i>C. bergamia</i> Risso et Poiteau	<i>Liposcelis bostrychophila</i>	folhas	China	Jin-jun Wang <i>et al.</i> , 2001
<i>C. hystrix</i>	<i>Aedes aegypti</i> L.	folhas	Malásia	Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001
<i>C. hystrix</i> D.C. (Ma-Kruut)	<i>Boophilus microplus</i>	casca	Tailândia	Narong e Weerapol, 1996
<i>C. limon</i>	<i>Dermatophagoides pteronyssimus</i> (Der P) e <i>D. farinae</i> (Der f.)	óleo essencial	Reino Unido	Williamson <i>et al.</i> , 2007

Espécie de Citros	Inseto	Parte da Planta	Local de Coleta	Referência
<i>C. limon</i> L.	<i>Anopheles stephensi</i>	frutos	Irã	Oshaghi <i>et al.</i> , 2003
	<i>Atta sexdens</i>	sementes	Brasil	Fernandes <i>et al.</i> , 2002
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.) e <i>Sitophilus zeamais</i>	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Boophilus microplus</i>	casca	Tailândia	Narong e Weerapol, 1996
	<i>Acanthoscelides obtectus</i> (Say)	óleo essencial	França	Regnaut –Roger <i>et al.</i> , 1993
<i>C. limon</i> L.	<i>Aedes aegypti</i> L.	casca	Brasil	Roselayne <i>et al.</i> , 2005
<i>C. limon</i> L. Burm f.	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	lemon 10 Fold	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. limonia</i> Osbeck	<i>Aedes aegypti</i> L.	casca	Brasil	Cavalcanti <i>et al.</i> , 2004
<i>C. limonium</i>	<i>Spodoptera littoralis</i>	casca	USA	Pavela, 2005
	<i>Tribolium castaneum</i> (Herbst)	óleo comercial	Austrália	Byung – Ho Lee <i>et al.</i> , 2002
	<i>Culex pipiens e Musca domestica</i>	casca	Egito	Shalaby <i>et al.</i> , 1998
<i>C. limonium</i>	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Pediculus humanus capitis</i> De Geer	lemon 10 Fold)	Coréia	Cheol <i>et al.</i> , 2004
	<i>Dermanyssus gallinae</i>	lemon 10 Fold)	Coréia	Kim <i>et al.</i> , 2004
<i>C. limonium</i> Risso	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	flavado	Irã	Moravej e Abbar, 2008
<i>C. maxima</i> )	<i>Sitophilus zeamais</i>	óleo essencial	Japão ??	Nakahara <i>et al.</i> , 2006
	<i>Aedes aegypti</i> L.	folhas	Malásia	Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001
<i>C. maxima</i> Merr.	<i>Boophilus microplus</i>	casca	Tailândia	Narong e Weerapol, 1996
<i>C. microcarpa</i>	<i>Aedes aegypti</i> L.	folhas	Malásia	Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001
<i>C. paradisi</i> )	<i>Pediculus humanus capitis</i> De Geer	óleo comercial	Coréia	Cheol <i>et al.</i> , 2004
	<i>Trialeurodes vaporariorum</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2003
	<i>Culex pipiens e Musca domestica</i>	casca	Egito	Shalaby <i>et al.</i> , 1998
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.) e <i>Sitophilus zeamais</i>	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Dermanyssus gallinae</i>	óleo comercial	Coréia	Kim <i>et al.</i> , 2004
<i>C. paradisi</i> Macf.	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	flavado	Irã	Moravej e Abbar, 2008
<i>C. paradisi</i> Macf.	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. paradisi</i>	<i>Lycoriella mali</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2006
<i>C. reticulata</i>	<i>Tribolium castaneum</i>	partes frescas da planta	Índia	Varma e Dubey, 1997
	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Lycoriella mali</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2006
	<i>Tetranychus urticae e Phytoseiulus persimilis</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2004
	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Atta sexdens</i>	sementes	Brasil	Fernandes <i>et al.</i> , 2002

Cont. Tabela 1

Espécie de Citros	Inseto	Parte da Planta	Local de Coleta	Referência
<i>C. reticulata</i> Blanco	<i>Sitophilus oryzae</i> (L.) e <i>Tribolium castaneum</i> (Herbst)	casca	Egito	Mohamed e Abdelgaleil, 2008
	<i>Lycoriella ingenua</i> (Dufour)	semente	Coréia	Park <i>et al.</i> , 2008
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.) e <i>Sitophilus zeamais</i>	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
<i>C. reticulata</i> Blanco	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
	<i>Boophilus microplus</i>	casca	Tailândia	Narong e Weerapol, 1996
<i>C. reticulata</i> Blanco	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
<i>C. sinensis</i>	<i>Culex pipiens quinquefasciatus</i>	folhas	China	Pin Yang <i>et al.</i> , 2005
	<i>Atta sexdens</i>	sementes	Brasil	Fernandes <i>et al.</i> , 2002
<i>C. sinensis</i>	<i>Aedes aegypti</i> L.	folhas	Malásia	Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001
	<i>Odontotermis obesus</i> Rhamb	casca	Índia	Singh <i>et al.</i> , 2001
	<i>Tribolium castaneum</i>	partes frescas da planta	Índia	Varma e Dubey, 1997
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.) e <i>Sitophilus zeamais</i>	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	Mosquito	casca	Nigéria	Anaso <i>et al.</i> , 1990
	<i>Acrae eponina</i> Cramer; <i>Dysdercus supersticiosus</i> e <i>Riptortus dentipes</i> F.	Óleo essencial	Nigéria	Olaifa <i>et al.</i> , 1987
<i>C. sinensis</i>	<i>Culex pipiens</i> e <i>Musca domestica</i>	casca	Egito	Shalaby <i>et al.</i> , 1998
<i>C. sinensis</i>	<i>Bactrocera oleae</i> (Gmelin)	folhas e frutas	Grécia	Siskos <i>et al.</i> , 2007
	<i>Tetranychus urticae</i> e <i>Phytoseiulus persimilis</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2004
<i>C. sinensis</i>	<i>Lycoriella mali</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2006
	Mosquito, barata e mosca doméstica	casca	Nigéria	Ezeonu <i>et al.</i> , 2001
<i>C. sinensis</i> (L.) Osbeck	<i>Tyrophagus putrescentiae</i>	óleo comercial	Coréia	Euu –Hee <i>et al.</i> , 2003
	<i>Boophilus microplus</i>	casca	Tailândia	Narong e Weerapol, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	flavedo	Irã	Moravej e Abbar, 2008
	<i>Culex pipiens molestus</i>	folha, flor e raízes	Líbano	Traboulsi <i>et al.</i> , 2005
	<i>Aedes aegypti</i> L.	casca	Brasil	Cavalcanti <i>et al.</i> , 2004
	<i>Acanthoscelides obtectus</i> (Say)	albedo e flavedo	Grécia	Papachristos e Stamopoulos, 2002
	<i>Sitophilus zeamais</i>	semente	Nigéria	Ashamo <i>et al.</i> , 2001
<i>C. tangerina</i> Tanaka	<i>Liposcelis bostrychophila</i>	folhas	China	Jin-jun Wang <i>et al.</i> , 2001
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.)	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
	<i>Callosobruchus maculatus</i> (F.) e <i>Sitophilus zeamais</i>	casca	Nigéria	Don Pedro e Kio, 1996
<i>C. vulgaris</i>	<i>Lycoriella mali</i>	óleo comercial	Coréia	Choi <i>et al.</i> , 2006

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1-Material vegetal

Frutos das sete espécies de *Citrus* previamente selecionadas foram coletados no Sítio Cigarra, na cidade de Santana do Mundaú, Alagoas, Brasil, em Maio de 2007. Os frutos foram acondicionados em sacos plásticos durante o transporte e acondicionados no Laboratório de Produtos Naturais Bioativos (LPNBIO – UFRPE) em freezer à temperatura aproximada de  $-6^{\circ}\text{C}$ , por 24h, após as quais, os frutos foram descascados e as cascas pesadas (1,070kg de laranja mimo, 1,025kg de laranja pêra, 950g de tangerina murcot, 610g de laranja lima, 600g de tangerina cravo, 485g de limão Taiti e 170g de limão siciliano) foram submetidas à hidrodestilação. As plantas foram identificadas pela Dra. Suzene Izídio da Silva do Depto. de Biologia da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE) e uma exsicata de cada uma dessas espécies foi depositada no Herbário Vasconcelos Sobrinho, da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), com os números: 48734, (*Citrus aurantifolia* Tanaka); 48735, (*Citrus sinensis* Osbeck var. Pêra); 48736, (*Citrus limon* L. Burm.f.); 48737, (*Citrus sinensis* Osbeck var. Mimo); 48738, (*Citrus reticulata* Blanco); 48739, (*Citrus aurantium* L.) e 48740, (*Citrus sinensis* Osbeck x *Citrus reticulata* Blanco).

### 4.2-Obtenção dos óleos e análise química por CG e CG/EM

Cascas dos frutos das plantas cítricas previamente selecionadas, separadamente, foram submetidas à hidrodestilação por 2 h, utilizando um aparelho tipo Clevenger modificado para obtenção dos óleos. Devido à diferença de densidade, os óleos foram separados da água, secos com  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anidro e armazenados em frascos selados, sob baixa temperatura ( $-6^{\circ}\text{C}$ ) antes da análise química e de serem usados nos experimentos. Os rendimentos dos óleos foram calculados a partir do peso do material fresco.

A análise química por CG e CG/EM foi realizada na Central Analítica do Departamento de Química Fundamental da UFPE.

CG: Os óleos foram analisados usando um aparelho Hewlett-Packard 5890 Série II equipado com um detector de ionização por chama (FID) e detector de condutividade térmica (TCD) e uma coluna capilar de sílica fundida J & W Scientific DB-5 (30m x 0,25 milímetros x 0,25 $\mu$ m); as temperaturas da coluna foram programadas a partir de 35°C por 2 min, aumentado para 180°C a 4°C / min, em seguida, aumentou para 280°C a 20°C / min. As temperaturas do injetor e do detector foram 250°C e 280°C, respectivamente. Hidrogênio foi utilizado como gás de arraste, a uma vazão de 1,5 mL / min.

CG / EM: A análise dos óleos foram realizadas utilizando um Hewlett-Packard 5971 equipado com a mesma coluna e temperatura programadas como para o experimento com CG. Hélio foi o gás de arraste, a uma vazão de 1 mL / min. Os espectros de massas foram obtidos por ionização por um impacto eletrônico a 70 eV, a uma velocidade de varredura de 0,84 scan/sec e uma faixa de massa de 40 a 550  $m/z$ .

Uma solução de 1,5 $\mu$ L com 10mg de óleo em acetato de etila foi injetada. Os índices de retenção foram obtidos pela co-injeção do óleo com uma mistura de hidrocarbonetos lineares C<sub>11</sub>-C<sub>24</sub> e calculados de acordo com a equação de Van den Dool & Kratz (1963). Os compostos foram identificados com base na comparação dos índices de retenção calculados com os disponíveis na literatura, seguida pela comparação do fragmentograma de padrões dos massas reportados na literatura, bem como pela comparação direta das sugestões dos massas disponíveis na biblioteca do computador (Wiley, com 250.000 compostos), contemplando apenas as similaridades entre os fragmentogramas.

#### **4.3-Criação do Ácaro.**

O ácaro rajado (*Tetranychus urticae* Koch) utilizado para os bioensaios foi obtido da criação mantida em plantas de feijão-de-porco (*Canavalia ensiformes* L.) do Laboratório de Acarologia Agrícola do Departamento de Agronomia da UFRPE a 25  $\pm$  1°C, U.R. 65  $\pm$  3% e fotofase de 12h. Os bioensaios para avaliação da ação fumigante e repelência dos óleos essenciais contra *T. urticae*

foram realizados no Laboratório de Química de Produtos Naturais Bioativos da UFRPE, à temperatura de  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ , U.R.  $70 \pm 10\%$  e fotofase 12h.

#### **4.4-Teste de Fumigação.**

A metodologia para avaliar a ação fumigante dos óleos essenciais sobre os ácaros foi adaptada de Aslan *et al.* (2004). Recipientes de vidro com capacidade de 2,5 L foram usadas como câmaras de fumigação. Três discos de folha de feijão-de-porco (2,5cm) foram colocadas sobre discos de papel de filtro saturados com água, dentro de placas de Petri de vidro (9 cm). Em cada disco de folha foram colocadas 10 fêmeas adultas do ácaro-rajado. Cada placa de Petri, contendo no total 30 ácaros, foi colocada no interior de um recipiente de vidro fechado. Os óleos essenciais foram aplicados, com auxílio de pipeta automática, em tiras de papéis de filtro (5x2cm) presas à superfície inferior da tampa dos recipientes. As quantidades aplicadas foram de 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 e 25µl de cada óleo essencial e as concentrações testadas variaram de 0,4 - 6 µL/L de ar. Nada foi aplicado no controle. O período de exposição aos óleos foi de 24 horas. Para cada concentração e tempo de exposição, três repetições foram utilizadas, sendo cada repetição um recipiente de vidro contendo uma placa de Petri com 30 ácaros. As avaliações foram feitas ao final do período de exposição. Consideraram-se mortos os ácaros incapazes de caminhar uma distância superior ao comprimento de seu corpo após um leve toque com pincel de cerdas finas. A fecundidade foi avaliada pela contagem do número de ovos.

O delineamento deste experimento foi inteiramente casualizado, e os dados obtidos foram submetidos à análise de variância com médias comparadas pelo teste de Tukey ( $P < 0,05$ ). A  $CL_{50}$  foi calculada através do programa POLO MicroProbit SANEST 3.0.

#### **4.5-Teste de Repelência.**

O teste de repelência utilizado foi adaptado da metodologia descrita por Kogan & Goeden, (1970). Discos de folhas de feijão de porco de 4,5 cm de diâmetro foram utilizados como arena. As

metades de cada disco foram delimitadas de forma que ficasse um espaço neutro de 0,3cm. Uma metade foi imersa em 5 mL do óleo em concentração específica e a outra metade, o controle, é imersa apenas em etanol, utilizado na diluição do óleo para cada concentração preparada. Em seguida, os discos tratados foram postos para flutuar em água numa placa de Petri de 9 cm de diâmetro. A concentração de cada óleo testado variou de 0,1 a 5,0%. Na Tabela 2 são mostradas as quantidades de óleo e solvente (etanol) para obtenção das concentrações desejadas.

**Tabela 2** – Concentrações utilizadas para avaliação da repelência dos óleos sobre o ácaro rajado *T. urticae*

Concentração (%)	Óleo (µL)	Etanol (mL)
0,1	5	5
0,25	12,5	5
0,5	25	5
0,75	30	4
1,0	50	5
1,25	62,5	5
1,50	75	5
1,75	87,5	5
2,0	100	5
2,25	112,5	5
2,50	125	5
2,75	137,5	5
3	150	5
5	250	5

Em cada disco tratado foram colocadas 10 fêmeas adultas de *T. urticae* na área neutra (0,3cm que não foi imersa). A avaliação foi feita após 24 horas, contando-se o número de ácaros presentes em cada metade da folha. Os ácaros encontrados na área neutra durante avaliação foram considerados repelidos ou atraídos conforme sua proximidade com o controle ou com o tratamento.

O índice de Repelência (IR) foi calculado de acordo com a fórmula:  $IR = 2G/(G+P)$  de acordo com Kogan e Goeden (1970), onde G é o número de ácaros no tratamento e P é o número de

ácaros no controle. O intervalo de segurança utilizado para considerar se o óleo foi ou não repelente é obtido a partir da média dos IR calculado e seu respectivo desvio padrão (DP). Se a média do IR for menor que  $1 - DP$ , o extrato é repelente. Se a média for maior que  $1 + DP$  o óleo é atraente e se a média estiver entre  $1 - DP$  e  $1 + DP$  o óleo é considerado neutro.

#### **4.6-Atividade Antimicrobiana**

##### **4.6.1- Ação Bactericida**

Os testes bactericidas com os óleos essenciais foram realizados sob a supervisão do Prof. José Vitor Moreira Lima Filho, do Departamento de Biologia, área de Microbiologia da Universidade Federal Rural de Pernambuco- UFRPE. O isolado de *Staphylococcus aureus* utilizado nos bioensaios foi proveniente da Bacterioteca do Laboratório de Microbiologia e Imunologia (LAMIM) do Departamento de Biologia da UFRPE.

Os ensaios antimicrobianos foram realizados pelo método de difusão em ágar adaptada de Perez *et al.* (1990) e Yayli *et al.*(2005) e para obtenção da concentração mínima inibitória (CMI), foi utilizado o método de diluição do caldo (Koneman, 2001).

##### **4.6.2 – Ação Antifúngica**

Os testes antifúngicos foram realizados na Universidade Estadual do Maranhão, no Laboratório de Fitopatologia sob a supervisão da Prof<sup>ª</sup>. Ilka Márcia Ribeiro de Souza Serra. Os fungos utilizados nos experimentos foram *Colletotrichum gloeosporioide* e *Fusarium solani* f. sp. *Glycines*, isolados, respectivamente, do fruto do maracujá (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*), e soja (*Glycine max*L.). Todos os tratamentos foram realizados *in vitro* em meio de cultura Batata-dextrose-ágar (BDA). A concentração foi única para todos os óleos testados, ou seja, 0,2%, que foram misturados ao meio de cultura após a autoclavagem e posteriormente vertidos em placa de Petri de 9cm de diâmetro. Nos experimentos de ação fungistática, os parâmetros avaliados foram: Crescimento Micelial (CM) em centímetro (cm) e a taxa de crescimento (Txc). Para o cálculo da



Txc foi utilizada a equação  $(C_{t_2}-C_{t_1})/T$ , onde  $C_{t_2}$  é o crescimento no segundo intervalo de tempo,  $C_{t_1}$  é crescimento no primeiro intervalo de tempo e T é o intervalo de tempo considerado; descrita por Lilly & Barnett (1951). A eficiência dos óleos foi avaliada medindo-se o diâmetro da colônia em intervalos de 24 horas, com auxílio de uma régua milimetrada, tomando-se duas medições, em sentidos diametralmente opostos. Em seguida, foi estabelecida a média de crescimento linear para cada placa. Para avaliação do crescimento micelial foram consideradas as leituras feitas até o quinto dia de incubação.

## 5- RESULTADOS E DISCUSSÃO

O rendimento dos óleos obtidos pela técnica de hidrodestilação, a partir dos pericarpos das sete espécies de *Citrus* variou de 0,37% a 2,04%, sendo que o maior rendimento foi observado para as espécies *Citrus sinensis* var. mimo (2,04%) e *Citrus reticulata* Blanco (2,04%). Na tabela 3 são mostrados os rendimentos dos óleos essenciais das cascas das sete espécies objeto de estudo.

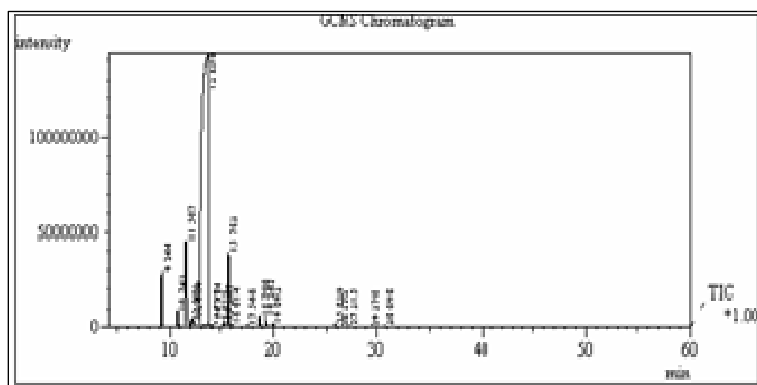
**Tabela 3.** Rendimentos (%P) dos óleos essenciais das cascas das espécies de *Citrus* calculados em função do material vegetal fresco.

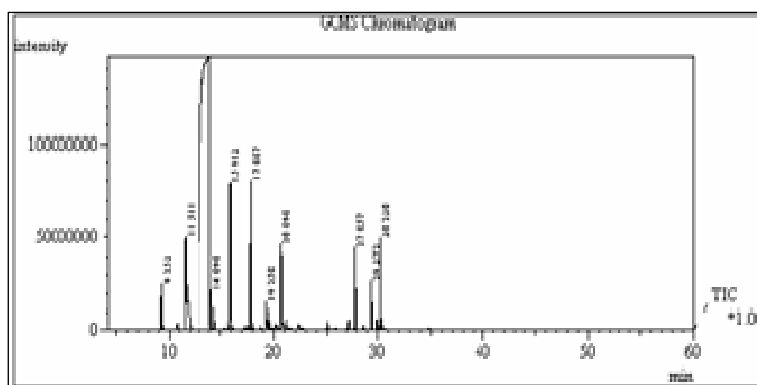
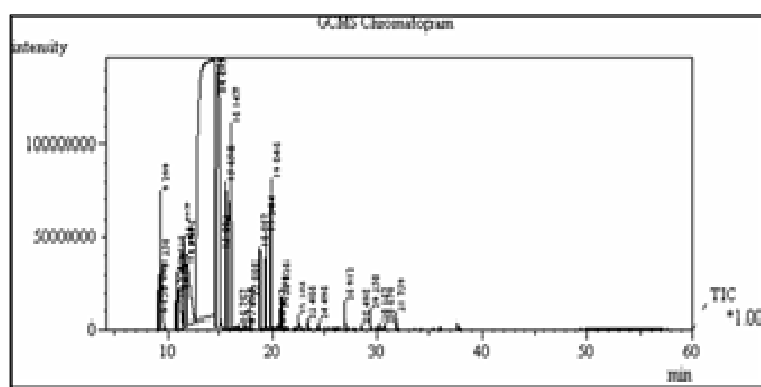
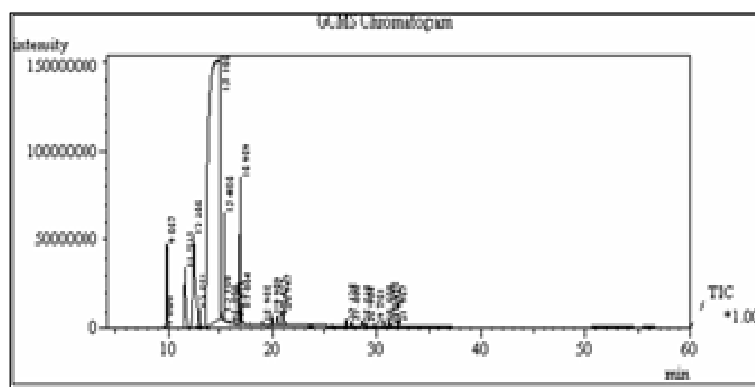
<b>Espécie</b>	<b>Casca</b>
Limão Taiti ( <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka)	0,49
Limão Siciliano ( <i>Citrus limon</i> L. Burm.f.)	0,85
Laranja Pêra ( <i>Citrus sinensis</i> Osbeck var. Pêra)	0,42
Laranja Mimo ( <i>Citrus sinensis</i> Osbeck var.Mimo)	2,04
Laranja Lima ( <i>Citrus aurantium</i> L.)	0,37
Tangerina Murcot ( <i>Citrus sinensis</i> Osbeck X <i>Citrus reticulata</i> Blanco)	1,37
Tangerina Cravo ( <i>Citrus reticulata</i> Blanco)	2,04

Os cromatogramas dos sete óleos de *Citrus* obtidos a partir da análise por CG/EM são mostrados na Figura 8.

Os constituintes químicos identificados nos óleos essenciais da casca das espécies de *Citrus* são mostrados na Tabela 4 e Quadro 1 em ordem crescente de eluição a partir de uma coluna apolar DB-5.

Figura 8 Cromatogramas dos óleos essenciais das cascas dos frutos das espécies de *Citrus* cultivadas no Sítio Cigarra em Alagoas.



Laranja Lima (*C. aurantium*)Tangerina Murcot (*C. sinensis x C. reticulata*)Tangerina Cravo (*C. reticulata*)

A análise por CG/EM permitiu a identificação de 76 substâncias (Quadro 1) em todos os óleos investigados, representando um total de 99,2% do óleo do limão Taiti, 98,4% no limão siciliano, 99,9% na laranja pêra, 99,7% na laranja mimo, 99,3% na laranja lima, 99,7% na tangerina murcot e 99,5% na tangerina cravo. A análise mostra ainda que o perfil químico dos óleos investigados foi bastante semelhante em todas as espécies. Ou seja, a classe predominante em todos

os óleos estudados foi monoterpênicos seguido de sesquiterpênicos. Além dessas classes foram também caracterizados compostos benzenóides, apenas no óleo de tangerina murcot (0,3%) e derivados de ácidos graxos no óleo de limão Taiti (0,3%); laranja pêra (0,3%); laranja mimo (1,3%); tangerina murcot (2,3%) e tangerina cravo (0,5%). Dentre os constituintes monoterpênicos, o limoneno foi o composto caracterizado em maior quantidade em todos os óleos de todas as espécies (Tabela 3). Com exceção do p-mentha-2,4-(8)-diene, segundo composto em maior quantidade no óleo da tangerina murcot (10,0%), os compostos  $\beta$ -pineno (10,2% no óleo de limão Taiti e 18,9% no óleo de limão siciliano) e mirceno (5,7% no óleo da laranja pêra, 5,9% no óleo da laranja mimo e 5,6% laranja lima) foram os segundos componentes em maior quantidade identificados nos respectivos óleos. Além do limoneno, das 76 substâncias identificadas em todos os óleos, apenas 5 outros compostos ( $\alpha$ -pineno, mirceno, linalol, terpinen-4-ol e  $\alpha$ -terpineol) foram caracterizados concomitantemente em todos os óleos investigados. Por outro lado, os compostos, óxido de  $\beta$ -pineno (1,4%); guaiene (1,2%),  $\beta$ -sesquifelandreno (4,2%) e geranato de etila (0,8%) foram caracterizados apenas no limão siciliano, enquanto os compostos borneol (0,3%), *cis*-carveol (0,2%), limoneno aldeído (0,3%),  $\beta$ -santaleno (0,2%), óxido de cariofileno (0,7%), selin-11-en-4- $\alpha$ -ol (0,2%), epi- $\beta$ -bisabolol (0,3%) e epi- $\alpha$ -bisabolol (0,4%) foram caracterizados apenas no limão taiti. Os compostos unipresentes no óleo da tangerina murcot foram: timol metil éter (0,3%), perila aldeído (0,2%), undecanal (0,1%), dodecanal (0,4%) e germacreno B (0,2%). Os compostos trans-óxido de linalol (0,1%) e n-octanol (0,4%) foram caracterizados unicamente no óleo da laranja mimo, enquanto que os compostos dauceno (0,1%), cumacreno e germacreno em quantidade traço foram detectados apenas no óleo da tangerina cravo (Tabela 4).

**Tabela 4.** Porcentagem dos constituintes químicos identificados nos óleos essenciais das cascas das sete espécies de *Citrus*

<b>Compostos</b>	<b>I.R.<sup>a</sup></b>	<b>I.R.<sup>b</sup></b>	<b>L T</b>	<b>L S</b>	<b>L P</b>	<b>L M</b>	<b>L L</b>	<b>T M</b>	<b>T C</b>
$\alpha$ -Tujeno	925	924	0,7	t	-	-	-	0,6	0,1
$\alpha$ -Pino	933	932	3,9	0,8	1,5	1,4	0,9	3,2	2,1
$\alpha$ -Feneno	941	945	t	4,0	-	-	-	-	-
Canfeno	954	946	t	0,3	-	-	-	-	-
Sabineno	970	969	-	-	0,7	0,7	0,3	1,1	2,6
$\beta$ -Pino	982	974	10,2	18,9	-	-	-	1,7	-
Mirceno	992	988	0,6	2,6	5,7	5,9	5,6	4,7	6,7
$\alpha$ -Felandreno	1003	1002	-	-	0,3	0,5	-	-	-
$\rho$ -Menta-1 (7),8-dieno	1002	1003	-	-	-	-	-	4,2	0,7
$\delta$ -3-Careno	1008	1008	-	-	0,9	0,8	-	-	-
Limoneno	1021	1024	38,9	42,4	86,1	84,6	76,2	62,2	80,2
(E)- $\beta$ -Ocimeno	1052	1044	-	-	t	0,1	0,3	-	-
$\gamma$ -Terpineno	1065	1054	-	-	0,2	0,1	0,3	-	-
n-Octanol	1075	1063	-	-	-	0,4	-	-	-
$\rho$ -Menta – 3,8-dieno	1066	1068	t	0,3	-	-	-	-	-
<i>trans</i> - Óxido de linalol	1080	1084	-	-	0,1	-	-	-	-
$\rho$ -Menta –2,4(8) dieno	1070	1085	5,7	1,2	-	-	-	10,0	1,5
Terpinoleno	1093	1086	1,3	-	0,2	0,2	t	1,4	0,1
Linalol	1103	1095	3,1	0,1	2,4	2,3	3,9	4,5	3,7
exo-Fenhol	1118	1118	0,2	1,1	-	-	-	-	-
<i>trans</i> - $\rho$ -Menta-2,8dien-1-ol	1126	1119	-	-	-	-	-	t	-

<i>cis</i> - Óxido de Limoneno	1136	1132	0,5	0,3	-	-	-	t	-
<i>trans</i> - Óxido de Limoneno	1140	1137	0,7	-	-	t	t	-	-
(E)-Miroxido	1146	1140	0,5	0,6	-	-	-	-	-
<i>cis</i> - $\beta$ -Terpineol	1146	1140	-	-	0,1	0,1	0,1	-	-
Citronelal	1155	1148	-	-	-	0,1	3,8	0,1	-
Óxido de $\beta$ -pineno	1151	1154	-	1,4	-	-	-	-	-
iso-Mentona	1154	1158	-	-	-	-	-	0,3	0,1
Borneol	1168	1165	0,3	-	-	-	-	-	-
Terpinen-4-ol	1177	1174	2,7	2,3	0,5	0,4	0,1	0,8	0,3
$\alpha$ -Terpineol	1191	1186	5,2	2,9	0,7	0,9	0,6	1,1	0,3
n-Decanal	1206	1201	0,3	-	0,3	0,9	-	1,8	0,5
Citronelol	1229	1223	-	-	-	-	2,0	-	-
<i>cis</i> -Carveol	1225	1226	0,2	-	-	-	-	-	-
Nerol	1234	1227	0,7	0,4	-	-	-	0,2	-
Metil eter timol	1233	1232	-	-	-	-	-	0,3	-
Neral	1246	1235	2,5	0,3	-	-	0,2	-	-
Geranial	1261	1264	0,8	2,7	-	-	0,1	-	-
Perila aldeido	1276	1269	-	-	-	-	-	0,2	-
Neril Formato	1276	1280	2,8	2,7	-	-	-	-	-
Undecanal	1305	1305	-	-	-	-	-	0,1	-
Limoneno aldeido	1326	1326	0,3	-	-	-	-	-	-
$\delta$ -Elemeno	1336	1335	0,2	-	-	-	-	0,1	-
Acetato de citronelila	1351	1350	-	-	-	-	0,2	t	-
Acetato de nerila	1361	1359	3,4	0,4	-	-	-	t	-
$\alpha$ -Copaeno	1374	1374	-	-	0,1	0,1	-	t	0,1

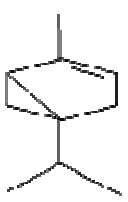

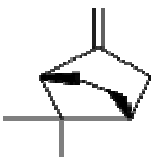
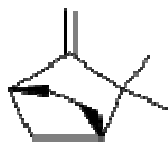
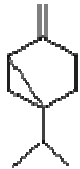
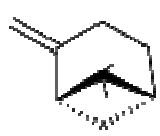


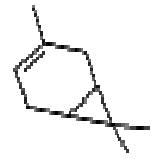
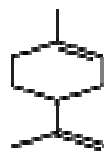

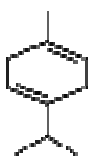
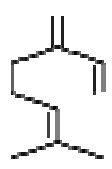
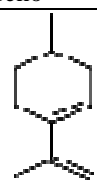
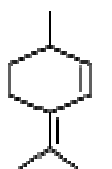
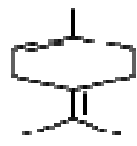
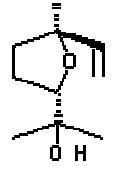

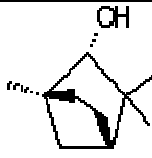

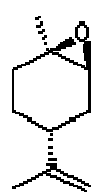
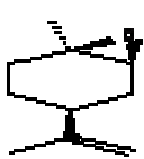

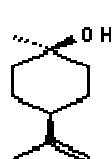
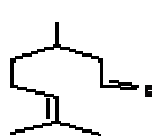

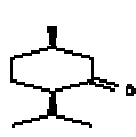

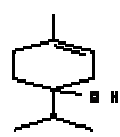
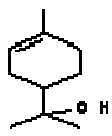
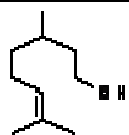
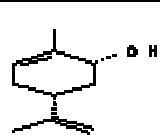
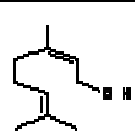
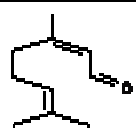
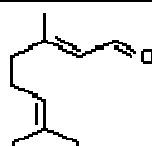
Acetato de geranila	1382	1379	1,2	0,4	-	-	-	t	-
Dauceno	1425	1380	-	-	-	-	-	-	0,1
$\beta$ -Cubebeno	1388	1387	-	-	t	t	-	-	t
$\beta$ -Elemeno	1389	1389	-	-	-	-	-	t	-
Geranato de Etila	1396	1394	-	0,8	-	-	-	-	-
$\alpha$ -Barbateno	1409	1407	0,2	0,4	-	-	-	-	-
Dodecanal	1405	1408	-	-	-	-	-	0,4	-
$\alpha$ - <i>cis</i> -Bergamoteno	1414	1411	0,3	-	-	-	0,2	-	-
(E)-Cariofileno	1421	1417	1,2	0,3	t	0,1	0,2	-	-
$\beta$ -Copaeno	1427	1430	-	-	-	t	-	-	-
$\alpha$ - <i>trans</i> -Bergamoteno	1437	1432	3,0	0,3	-	-	1,5	-	-
$\alpha$ -Guaieno	1436	1437	-	1,2	-	-	-	-	-
(E)- $\beta$ -Farneseno	1453	1454	0,5	3,0	-	-	-	0,1	-
$\beta$ -Santaleno	1457	1457	0,2	-	-	-	-	-	-
Cumacreno	1490	1470	-	-	-	-	-	-	t
$\gamma$ -Gurjuneno	1478	1475	-	-	t	t	1,0	-	-
Propanoato de geranila	1481	1476	0,4	0,4	-	-	-	-	-
$\gamma$ -Muroleno	1477	1478	-	-	-	-	-	0,2	0,1
(Z)-diidro-Apofarnesal	1497	1498	0,4	0,3	-	-	-	-	-
(E,E)- $\alpha$ -Farneseno	1502	1505	-	-	-	-	-	0,1	0,2
$\beta$ -Bisaboleno	1510	1505	4,3	-	-	-	1,8	-	t
Germacreno A	1545	1508	-	-	-	-	-	-	t
$\beta$ -Sesquifelandreno	1525	1521	-	4,2	-	-	-	-	-
$\delta$ -Cadineno	1529	1522	-	-	0,1	0,1	-	0,1	0,1
Germacreno B	1554	1559	-	-	-	-	-	0,2	-

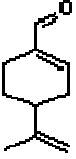
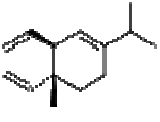
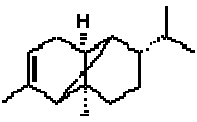

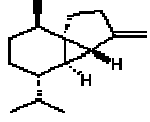
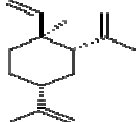
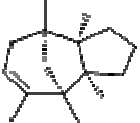
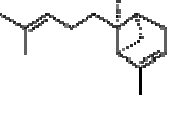
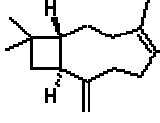
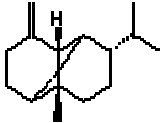
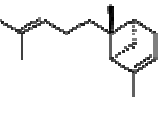
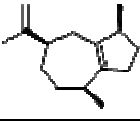
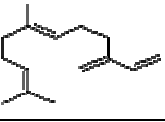
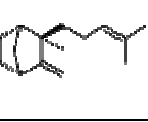
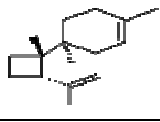

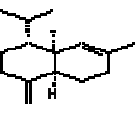
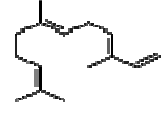
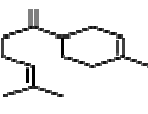
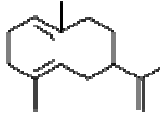
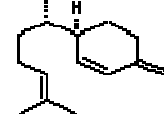
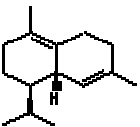
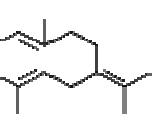
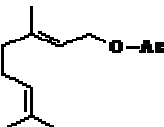
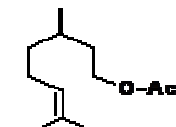
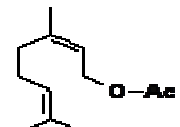
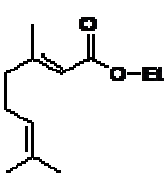
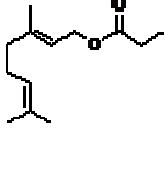
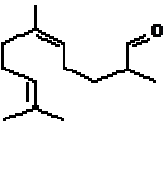
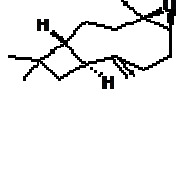
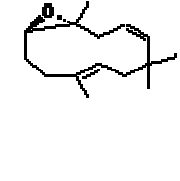
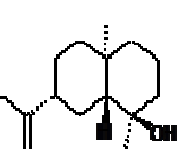
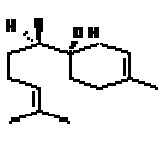
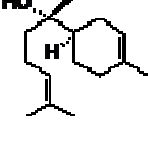
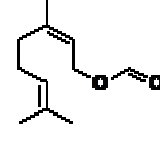
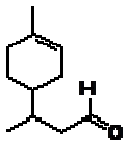


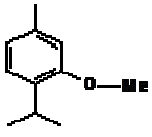
Oxido de cariofileno	1583	1582	0,7	-	-	-	-	-	-
Humuleno epoxido II	1606	1608	0,2	1,4	-	-	-	-	-
Selin-11-en-4- $\alpha$ -ol	1653	1658	0,2	-	-	-	-	-	-
epi- $\beta$ -Bisabolol	1666	1670	0,3	-	-	-	-	-	-
epi- $\alpha$ -Bisabolol	1682	1683	0,4	-	-	-	-	-	-
<i>Monoterpenos</i>			61,3	61,8	95,6	94,3	83,6	89,1	94,0
<i>Monoterpenos oxigenados</i>			25,9	25,8	3,8	3,8	11,0	7,2	4,4
<i>Sesquiterpenos</i>			9,9	9,4	0,2	0,3	4,7	0,8	0,6
<i>Sesquiterpenos oxigenados</i>			1,8	1,4	-	-	-	-	-
<i>Derivados de ácidos graxos</i>			0,3	-	0,3	1,3	-	2,3	0,5
<i>Benzenóides</i>			-	-	-	-	-	0,3	-
Não Identificados			0,08	1,60	0,01	0,03	0,07	0,03	0,05
Total			99,2	98,4	99,9	99,7	99,3	99,7	99,5

<sup>a</sup>Índice de retenção calculado pela co-injeção de uma série homóloga de n-alcanos. <sup>b</sup>Índice de retenção obtido na literatura. Siglas: L.T (Limão Taiti - *Citrus aurantifolia* Tanaka); LS (Limão Siciliano- *Citrus limon*); LP (Laranja Pêra- *Citrus sinensis* Osbeck var. Pêra); LM (Laranja Mimo - *Citrus sinensis* Osbeck var. Mimo); LL (Laranja Lima - *Citrus aurantium* L.); TM (Tangerina Murcot - *Citrus sinensis* Osbeck X *Citrus reticulata* Blanco) e TC (Tangerina Cravo - *Citrus reticulata* Blanco).

**Quadro 1.** Estruturas químicas dos constituintes identificados nos óleos essenciais das cascas de sete espécies de *Citrus*

Monoterpenos				
				
$\alpha$ -tujeno	$\alpha$ -pineno	$\alpha$ -fecheno	canfeno	Sabineno
				
$\beta$ -pineno	$\alpha$ -felandreno	$\rho$ -menta-1 (7),8-dieno	$\delta$ -3-careno	limoneno
				
(E)- $\beta$ -ocimeno	$\gamma$ -terpineno	mirceno	$\rho$ -menta- 3,8 dieno	$\rho$ -menta -2,4(8) dieno
				
Terpinoleno	<i>trans</i> - oxido de linalol	linalol	exo-fenchol	<i>trans</i> - $\rho$ -menta-2,8-dien-1-ol
				
<i>cis</i> - oxido de limoneno	<i>trans</i> - oxido de limoneno	(E)-miroximo	<i>cis</i> - $\beta$ -terpineol	citronelal
				
oxido de $\beta$ -pineno	iso-mentona	borneol	terpinen-4-ol	$\alpha$ -terpineol
				
citronelol	<i>cis</i> -carveol	Nerol	Neral	geranial

				
perila aldeído				
<b>Sesquiterpenos</b>				
				
$\delta$ -elemeno	$\alpha$ -copaeno	dauceno	$\beta$ -cubebeno	$\beta$ -elemeno
				
$\alpha$ -barbateno	$\alpha$ -cis-bergamoteno	(E)-cariofileno	$\beta$ -copaeno	$\alpha$ -trans-bergamoteno
				
$\alpha$ -guaieno	(E)- $\beta$ -Farneseno	$\beta$ -santaleno	cumacreno	$\gamma$ -gurjuneno
				
$\gamma$ -muroleno	(E,E)- $\alpha$ - farneseno	$\beta$ - bisaboleno	germacreno A	$\beta$ - sesquifelandreno
				
$\delta$ -cadineno	germacreno B	Acetato de geranila	Acetato de citronelila	Acetato de nerila
				
geraneato de Etila	propanoato de geranila	(Z)-diidro apofarnesal	oxido de cariofilento	epoxido II de humuleno
				
selin-11-en-4- $\alpha$ -ol	epi- $\beta$ -bisabolol	epi- $\alpha$ -bisabolol	formato de de nerila	Limoneno aldeído

Derivados de Ac. graxos				
$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{OH}$	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{CHO}$	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{CHO}$	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CHO}$	
n-octanol	n-decanal	undecanal	dodecanal	
Benzenóides				
				
éter metil timol				

De acordo com o banco de dados SciFinder (acesso em 20/12/2008), das laranjas estudadas, a espécie *citrus sinensis* Osbeck var. Mimo (Laranja Mimo) foi a que apresentou o maior número de trabalhos publicados (136 referências) sobre óleos essenciais, sendo que destas, 27 são sobre a composição química. Em seguida temos a espécie *citrus aurantium* L. (Laranja Lima) com 25 referências, sendo 19 sobre composição química e por último a espécie *Citrus sinensis* Osbeck var. Pêra (Laranja Pêra) com 16 referências, sendo 13 sobre composição química (Tabela 5).

**Tabela 5.** Constituintes químicos majoritários, reportados na literatura, para óleos essenciais obtidos de diferentes partes de laranjas. .

Compostos	(Laranja Mimo) <i>Citrus sinensis</i> var. Mimo.				(Laranja Lima) <i>Citrus aurantium</i> L.				(Laranja Pêra ) <i>Citrus sinensis</i> var. Pêra				Referência	Local de Coleta	
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto			
Limoneno	78,5												Mohamed <i>et al.</i> ;2006	Argélia	
								71					De la Torre <i>et al.</i> , 1978	argentina	
		98,0											Cavalcanti <i>et al.</i> ; 2004	Brasil	
												89,1-	Lopes <i>et al.</i> , 2003		
	90,16												Ji Li <i>et al.</i> , 2007	China	
	>92				>92								Huang e Wu, 1998		
	CM				CM								Gao e Zheng, 1986		
					96,41								Lin <i>et al.</i> , 1986		
	90,93												Yanez <i>et al.</i> , 2007	Colômbia	
	94												Stashenko <i>et al.</i> , 1996		
	92,57												Blanco <i>et al.</i> , 1995		
	86,2												Pino e Rosado, 2000	Cuba	
										91,8			Song <i>et al.</i> , 2006	Coréia	
	92												Mohamed, 2004	Egito	
	CM												Osman <i>et al.</i> , 1970		
			CM				22,43						Balba <i>et al.</i> , 1972		
							2,6						Karawya <i>et al.</i> , 1970		
									58,45-62,91				Melendreras, <i>et al.</i> , 1986	Espanha	
						92,20-94,50							Boelens e Jimenez,1989		
	96,57												Mitiku <i>et al.</i> , 2001	Etiópia	
		24,2				94,70							Alonzo <i>et al.</i> , 2000		
													95,6	Dharmawan <i>et al.</i> , 2007	Idonésia
	85													Malhotra <i>et al.</i> , 2007	Índia
	CM													Malhotra <i>et al.</i> , 2004	
	84,2													Sharma <i>et al.</i> , 2006	
	94,8													Singh <i>et al.</i> , 1993	
	CM													Rao <i>et al.</i> , 2000	
												84,2	Sharma e Tripathi, 2008		
98,8													Monajemi <i>et al.</i> , 2005	Irã	
												≈ 95	Dugo <i>et al.</i> , 1994	Itália	

Compostos	(Laranja Mimo) <i>Citrus sinensis</i> var. Mimo				(Laranja Lima) <i>Citrus aurantium</i> L.				(Laranja Pêra) <i>Citrus sinensis</i> var. Pêra				Referência	Local de Coleta	
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto			
Limoneno												92,6	Trozzi <i>et al.</i> , 1999	Itália	
	95,29				94,27								Caccioni <i>et al.</i> , 1998		
					80,1								Chialva <i>et al.</i> , 1990		
	CM													Sugisawa, <i>et al.</i> , 1989	Japão
					73,8									Kusunose e Sawamura, 1980	
										92				Chebli, <i>et al.</i> , 2004	Marrocos
	85,59													Oderinde, 1988	Nigéria
									CM					Njoroge <i>et al.</i> , 2005	Quênia
									68,51					Cheng e Chou, 1984	Taiwan
					90,6		10,9							Bolssaada e Chemli, 2006	Tunísia
					94,32									Kirbaslar, 2003	Turquia
					86,07									Tuzco <i>et al.</i> , 1985	
					77,90									Quintero <i>et al.</i> , 2003	Venezuela
								CM					Ojeda <i>et al.</i> , 2003		
								94,7					Minh Tu <i>et al.</i> , 2002	Vietnã	
Sabineno		47,68											Blanco <i>et al.</i> , 1995	Colômbia	
			CM										Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA	
		40,6											Alonzo <i>et al.</i> , 2000	Etiópia	
										32,58			Fleisher, 1990	Israel	
									CM				Njoroge <i>et al.</i> , 2005	Quênia	
$\alpha$ -pineno	CM												Osman <i>et al.</i> , 1970	Egito	
			CM										Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA	
								CM					Njoroge <i>et al.</i> , 2005	Quênia	
$\beta$ -pineno	CM												Osman <i>et al.</i> , 1970	Egito	
			19,68				CM						Balbaa <i>et al.</i> , 1972		
						2,6							Karawya <i>et al.</i> , 1970		
			CM										Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA	
Mentol	CM											Osman <i>et al.</i> , 1970	Egito		



Compostos	(Laranja Mimo) <i>Citrus sinensis</i> Osbeck var. Mimo				(Laranja Lima) <i>Citrus aurantium</i> L.				(Laranja Pêra) <i>Citrus sinensis</i> Osbeck var. Pêra				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
eudesmol		19,5											Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001	Malásia
Linalil Acetato						18.39							Lin <i>et al.</i> , 1986	China
						22.1	11.3						Boussaada e Chemli, 2006	Tunísia
						50.1							Kirbaslar, 2004	Turquia
Terpineno						5,4							Karawya <i>et al.</i> , 1970	Egito
								12.59-15.50					Melendreras, <i>et al.</i> , 1986	Espanha
										10.50			Fleisher, 1990	Israel
$\alpha$ -Terpineol						11.7							Boussaada e Chemli, 2006	Tunísia
$\alpha$ -terpineno												CM	Njoroge <i>et al.</i> , 2005	Quênia

CM = Composto Majoritário



De acordo com os dados da composição química para as três espécies de laranja estudadas, reportados na literatura, o limoneno foi encontrado em todos os óleos (casca e folha), sendo componente majoritário no óleo das cascas, com exceção do óleo da casca da laranja mimo coletada nos Estados Unidos, que teve como componentes principais o  $\beta$ -sinesal e o linalol (Gaffney *et al.*, 1996). O perfil químico dos óleos da casca das laranjas (Laranja Pêra, Laranja Mimo e Laranja Lima), obtidos em nossas análises, está de acordo com os dados reportados na literatura, que também mostrou como composto majoritário, o limoneno, cujo percentual variou de 76,2% a 86,1% (Tabela 3). Por outro lado, dados reportados na literatura para outras partes da planta revelaram que os componentes majoritários variaram de acordo com a região de coleta. Ou seja, o componente principal encontrado no óleo das folhas de Laranja mimo e Laranja pêra de uma amostra coletada no Brasil e Marrocos, respectivamente foi o limoneno (Cavalcanti *et al.*, 2004; Chebli *et al.*, 2004). O sabineno foi o componente principal encontrado no óleo das folhas de laranja mimo, coletadas na Colômbia (47,68 %) (Blanco *et al.*, 1995) e Etiópia (40,6%) (Alonzo *et al.*, 2000) e em uma amostra coletada em Israel, esse monoterpene foi caracterizado como majoritário no óleo da folha da laranja pêra (32,58%) (Fleisher, 1990). O linalol foi identificado em grande quantidade no óleo das folhas de laranja mimo (36,9%), coletado na Malásia (Taufiq-Yap *et al.*, 2001); no óleo da folha (66,1% e 36,8%) de amostras de laranja lima provenientes das Ilhas Maurícius e Tunísia, respectivamente (Gurib-Fakim e Dermanne, 1995; Boussaada e Chemli, 2006) e nas flores de laranja lima de uma amostra coletada na China (50,46%) (Lin *et al.*, 1986) e Tunísia (34,4%) (Boussaada e Chemli, 2006). Outra substância encontrada como principal constituinte na folha de laranja mimo foi o cis-piperitol (26,4%) (Gurib-Fakim e Dermanne, 1995). Comparando esses dados reportados na literatura com os obtidos em nosso estudo, tanto o linalol (3,9% e 2,4%) quanto o sabineno (0,3% e 0,7%) foram identificados em nossas análises nos óleos da casca da laranja lima e laranja pêra, respectivamente.

Das espécies de tangerinas estudadas (Tangerina Murcot e Tangerina Cravo) foram encontrados, na literatura (ScienFinder), um total de 73 trabalhos abordando diferentes áreas do

conhecimento. Destes trabalhos, 8 são relacionadas a composição química do óleo essencial de *Citrus reticulata* e 15 relacionadas a composição química do óleo essencial de *C. reticulata* Blanco (Tangerina Cravo) (tabela 6).

**Tabela 6** Constituintes químicos majoritários, reportados na literatura, para óleos essenciais obtidos de diferentes partes de tangerinas

Compostos	(tangerina murcot) <i>C. sinensis x C. reticulata</i>				(Tangerina Cravo) <i>C. reticulata</i> Blanco				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
Limoneno	90								Huang e Wu, 1998	China
	89,6								Gao e Zheng, 1986	
	94,01-98,66	31,23							Blanco <i>et al.</i> , 1995	Colômbia
	91,8								Song <i>et al.</i> ;2006.	Coréia
				22,43					Balbaa <i>et al.</i> ,1972	Egito
	92,91								Mitiku, <i>et al.</i> ,2001	Etiópia
	75,26-96,23								Dellacassa <i>et al.</i> ; 1992	Uruguai
				CM					Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA
					84,8				Njoroge <i>et al.</i> , 2006	Burundi
					82-87,5				Chisholm <i>et al.</i> , 2003	Espanha
					67,3				Buettner <i>et al.</i> ,2003	
								88-95	Merle <i>et al.</i> , 2004	
					96,2	44,3			Lota <i>et al.</i> , 1999	França
					CM				Huet e Dupuis, 1972	
					59,6				Mahalwal <i>et al.</i> ,2001	Índia
				90,8				Dharmawan <i>et al.</i> ;2008	Indonésia	
				80,3				Sawamura <i>et al.</i> , 2004	Japão	
				95,1				Minh Tu <i>et al.</i> ,2002	Vietnã	
β-Pineno			19,68					Balbaa <i>et al.</i> ,1972	Egito	
			CM					Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA	
					10,7			Lota <i>et al.</i> , 1999	França	
Canfeno			13,95					Balbaa <i>et al.</i> ,1972	Egito	
Linalol			20,14							
					35			Karawya e Hifnawy,1979	China	
					10,61-32,63			Huang e Pu, 2000		
					54			Lota <i>et al.</i> , 1999	França	
				CM				Huet e Dupuis, 1972		
					CM			Fleisher, Z. (1990) e Fleisher, A. (1990).	Israel	
α-Pineno			CM					Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA	
					36,2			Abdel-Aal e Mahmoud, 1996	Egito	

Compostos	<i>Tangerina Murcot</i> <i>C. sinensis x C. reticulata</i>				(Tangerina Cravo) <i>Citrus reticulata Blanco</i>				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
Sabineno			CM						Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA
						20			Karawya e Hifnawy, 1979	Egito
						34,49-59,85			Huang e Pu, 2000	China
						59,4			Lota <i>et al.</i> , 1999	França
					CM				Huet e Dupuis, 1972	
						CM			Fleisher, Z. (1990) e Fleisher, A. (1990).	Israel
Mirceno			CM					Kirbaslar, 2006	Turquia	
$\beta$ -Ocimeno			CM					Attaway <i>et al.</i> , 1966	EUA	
$\beta$ -Felandreno			CM							
$\gamma$ -Terpineno			CM							
					22,70			Buettner <i>et al.</i> (2003).		
						61,3		Lota <i>et al.</i> , 1999	França	
Terpinen-4-ol						25		Karawya e Hifnawy, 1979	Egito	
						10,6		Lota <i>et al.</i> , 1999	França	
						CM		Fleisher, Z. (1990) e Fleisher, A. (1990).	Israel	
$\alpha$ -Felandreno					12			Karawya e Hifnawy, 1979	Egito	
Dimetil- Antranilato					60					
Delta 3- Careno					10					
(E)- $\beta$ -Ocimeno						5,08-10,48			Huang e Pu, 2000	China
						13,7			Lota <i>et al.</i> , 1999	França
						58				
Metil N-Metil - Antranilato					CM			Fleisher, Z. (1990) e Fleisher, A. (1990).	Israel	
p- Cimeno					20,4			Lota <i>et al.</i> , 1999	França	
$\beta$ - Pineno				CM				Huet e Dupuis, 1972		
Decanol				CM						
Linalil - Acetato				CM						
Timol					CM			Fleisher, Z. (1990) e Fleisher, A. (1990).	Israel	

A exemplo das espécies de laranjas investigadas nesse trabalho, quanto ao perfil químico o óleo essencial, limoneno foi também o componente principal em todos os óleos das espécies de tangerinas estudadas. O percentual de limoneno no óleo de Tangerina murcot foi de 62,2%, enquanto que no óleo de tangerina cravo foi 80,2% (Tabela 4). Outras partes dessas e outras variedades de tangerinas (folha, flores) têm sido investigadas quanto a composição química dos seus óleos essenciais. Em geral o percentual de limoneno identificado nessas outras partes é bem menor quando comparado com o óleo da casca. Blanco *et al.* (1995) reportou como componente majoritário do óleo das folhas de tangerina murcot de um amostra coletada na Colombia o limoneno (31,23%). Por outro lado, análises do óleo essencial de flores dessa mesma espécie, porém coletada no Egito mostrou como componente principal o limoneno (22,43%), seguido do linalol (20,14%) e beta pineno (19,68%) (Balbaa *et al.*, 1972). *C. reticulata* mostrou como componentes principais o alfa e beta pineno, sabineno e limoneno. Os autores expressaram os percentuais relativos em forma de escala (Attaway *et al.*, 1966).

Dados reportados na literatura para folhas da variedade *C. reticulata* Blanco (tangerina cravo), revelou que os componentes majoritários variaram de acordo com a região de coleta. Ou seja, o componente majoritário encontrado no óleo das folhas de duas amostras coletadas no Egito foi o  $\alpha$ -pineno (36,2%) (Abdel-Aal e Mahmoud, 1996), e dimetil-antranilato (60%) (Karawya e Hifnawy, 1979). Por outro lado, uma amostra coletada na França e outra na Turquia revelaram como componente principal, do óleo da folha,  $\gamma$ -terpineno (61,3%) (Lota *et al.*, 1999) e sabineno, (42,5%) (Kirbaslar, 2006), respectivamente. Comparando esses dados da literatura com os obtidos em nosso estudo, tanto o  $\alpha$ -pineno quanto o sabineno foram identificados em nossas análises nos óleos da casca da tangerina cravo com percentuais inferiores a 3%.

Das espécies de limões estudadas, a espécie *citrus limon* L. Burm.f. (limão siciliano) foi a que apresentou o maior número trabalhos reportados em periódicos especializados (153 referências), sendo que destas, 33 são versam sobre a composição química. Cerca de 100 trabalhos

foram encontrados referente a espécie *citrus aurantifolia* Tanaka (Limão Taiti), sendo 24 sobre a composição química (tabela 7).

**Tabela 7.** Constituintes químicos majoritários, reportados na literatura, para óleos essenciais obtidos de diferentes partes de limões.

Compostos	(Limão Siciliano) <i>Citrus limon</i> L. Burm. f.				(Limão Taiti) <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
Limoneno					30,5				Craske <i>et al.</i> , 2005	Austrália
	70,4	40,8							Ayedoun <i>et al.</i> , 1996	Benin
									CM Calvarano <i>et al.</i> , 1975.	Brasil
						28,93-34,47			Calvarano <i>et al.</i> , 1982	
									CM Contreras <i>et al.</i> , 1980	Chile
		69,4							Wen <i>et al.</i> , 1989	China
	70								Huang e Wu , 1998	
									CM Xu, Yi, 2005	
		5,12-69,19							Huang e Pu, 2000	
	79,36	41,74							Blanco <i>et al.</i> , 1995	Colômbia
					40,4				Pino e Rosado, 2001	Cuba
									CM Tapanes, 1971	
				53,37					Melendreras <i>et al.</i> , 1986.	Espanha
	33,75-59,43								Laencina <i>et al.</i> , 1986	
		38,18							Ahmed <i>et al.</i> , 2001	EUA
	89,18				52,20				Mitiku, <i>et al.</i> ,2001	Etiópia
		28,2							Alonzo <i>et al.</i> , 2000	
	CM								Rondeau <i>et al.</i> ,2003	França
	71								Zenner <i>et al.</i> , 2003	
	48,6-70,5	3,2-28,9			39,9-66,8	22,1-34,1			Lota <i>et al.</i> , 2002	
		30,56				30,56			Smadja <i>et al.</i> ,2005	
	0,03-14	1,29-21,4							Vekiari,Stavroula <i>et al.</i> ,2002	Grécia
		40,9							Goel <i>et al.</i> , 2004	Índia
	CM								Malhotra <i>et al.</i> , 2004	
	37,2								Mahalwal, V. S. e Ali, Mohd, 2003	
	52	38,2							Kumar <i>et al.</i> , 1992	
	71,9	12,3			39,6	17,8			Chowdhury <i>et al.</i> , 2007.	
				33,74-9,95				Shivashankara <i>et al.</i> , 2002.		
							75,5	Ramesh <i>et al.</i> , 2003		
98,8								Monajemi <i>et al.</i> ;2005	Irã	
							36,2	Nickavar e Mojab, 2003		
				19				Dugo <i>et al.</i> , 2004.	Itália	

Compostos	(Limão Siciliano) <i>Citrus limon</i> L. Burm. f.				(Limão Taiti) <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
Limoneno	68,3								Flamini <i>et al.</i> ,2007	Itália
					43,26				Trozzi <i>et al.</i> , 1993	
	85,62								Gazea <i>et al.</i> , 1998	
	71,06								Caccioni <i>et al.</i> ,1998	
	69,74								Roy <i>et al.</i> ,2005	Japão
				66					Chebli <i>et al.</i> ;2004	Marrocos
					26,8				Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001.	Malásia
					39,3	16,4			Jantan <i>et al.</i> , 1996	
		CM							Ekundayo <i>et al.</i> , 1990.	Nigéria
						CM			Ekundayo <i>et al.</i> , 1991.	
					70			CM	Gamarra <i>et al.</i> , 2006	Perú
		30,2							Kekelidze <i>et al.</i> , 1981	Rússia
	93,44								Cheng e Chou, 1984	Taiwan
		61,8							Kirbaslar <i>et al.</i> ,2006	Turquia
	44,2							Kirbaslar, 2004.		
$\gamma$ - Terpineno	11,8								Ayedoun <i>et al.</i> , 1996	Benin
	1-11,1				6,9-15,5				Lota <i>et al.</i> , 2002	França
		10,6							Kirbaslar <i>et al.</i> ,2006	Turquia
					19,2				Craske <i>et al.</i> , 2005	Austrália
								CM	Xu, Yi, 2005	China
								CM	Tapanes, 1971	Cuba
								CM	Perez, 1974	
								19	Ramesh <i>et al.</i> , 2003	Índia
					10,2				Dugo <i>et al.</i> , 2004.	Itália
					11,76				Trozzi <i>et al.</i> , 1993	
$\beta$ -Pinenos		18,5							Ayedoun <i>et al.</i> , 1996	Benin
			21,82						Melendreras <i>et al.</i> , 1986.	Espanha
		18,16							Ahmed <i>et al.</i> , 2001	EUA
	13								Mitiku, <i>et al.</i> ,2001	Etiópia
		8,21-12,11							Huang e Pu, 2000	China
0,1-15,8	tr-25,1							Lota <i>et al.</i> , 2002	França	



Compostos	(Limão Siciliano) <i>Citrus limon</i> L. Burm. f.				(Limão Taiti) <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
β-Pineno		23,39							Mosaddegh <i>et al.</i> , 2004.	Irã
		1,20-10,7							Vekiari, Stavroula <i>et al.</i> , 2002	Grécia
			24						Flamini <i>et al.</i> , 2007	Itália
		14							Kekelidze <i>et al.</i> , 1981	Rússia
		10,6							Kirbaslar <i>et al.</i> , 2004	Turquia
								CM	Contreras <i>et al.</i> , 1980	Chile
								CM	Xu, Yi, 2005	China
								CM	Perez, 1974	Cuba
					6,1-19,2				Lota <i>et al.</i> , 2002	França
								32,1	Ramesh <i>et al.</i> , 2003	Índia
				28,4				Jantan <i>et al.</i> , 1996	Malásia	
Citronelal		16,5							Ayedoun <i>et al.</i> , 1996	Benin
		22,2							Blanco <i>et al.</i> , 1995	Colômbia
		67,9							Chowdhury <i>et al.</i> , 2007.	Índia
					23,1				Dugo <i>et al.</i> , 2004.	Itália
					16,30				Trozzi <i>et al.</i> , 1993	
Sabineno		16,16							Blanco <i>et al.</i> , 1995	Colômbia
		1,27-32,11							Huang e Pu, 2000	China
Neral		CM							Melendreras <i>et al.</i> , 1984.	Espanha
		CM							Laencina <i>et al.</i> , 1986	
		12,22-15,56							Huang e Pu, 2000	China
		0,7-16,1							Lota <i>et al.</i> , 2002	França
		1,05-14,31				16,23			Smadja <i>et al.</i> , 2005	
		2,25-16,8							Vekiari, Stavroula <i>et al.</i> , 2002	Grécia
		23,16							Mosaddegh <i>et al.</i> , 2004.	Irã
		CM							Ekundayo <i>et al.</i> , 1990.	Nigéria
						19,72			Calvarano <i>et al.</i> , 1982.	Brasil
								CM	Calvarano <i>et al.</i> , 1975.	
									Contreras <i>et al.</i> , 1980	Chile
					13,77-15,86			Huang e Pu, 2000	China	

Compostos	(Limão Siciliano) <i>Citrus limon</i> L. Burm. f.				(Limão Taiti) <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
Neral						16-20,5			Lota <i>et al.</i> , 2002	França
						11,4			Jantan <i>et al.</i> , 1996	Malásia
					19,13				Chienthavorn, 2004	Tailândia
Geranial		CM							Melendreras <i>et al.</i> , 1984.	Espanha
		CM							Laencina <i>et al.</i> , 1986	
		13,54							Ahmed <i>et al.</i> , 2001	EUA
		14,7							Alonzo <i>et al.</i> , 2000	Etiópia
		15,88-20				18,07-22,95			Huang e Pu, 2000	China
		1-22,6				23,1-26,9			Lota <i>et al.</i> , 2002	França
		1,35-17,31				17,73			Smadja <i>et al.</i> , 2005	
		31,45							Mosaddegh <i>et al.</i> , 2004.	Irã
		CM				CM			Ekundayo <i>et al.</i> , 1990.	Nigéria
		18,3							Kekelidze <i>et al.</i> , 1981	Rússia
								CM	Calvarano <i>et al.</i> , 1975.	Brasil
						25,34			Calvarano <i>et al.</i> , 1982.	
								CM	Contreras <i>et al.</i> , 1980	Chile
						19,4			Jantan <i>et al.</i> , 1996	Malásia
				30				Chienthavorn, 2004	Tailândia	
β- Mirceno		CM						Alonzo <i>et al.</i> , 2000	Etiópia	
α-Terpineol		0,4-11,4							Lota <i>et al.</i> , 2002	França
		11,2							Mahalwal, V. S. e Ali, Mohd, 2003	Índia
							13,3		Ramesh <i>et al.</i> , 2003	
					12,7				Pino e Rosado, 2001	Cuba
								22,8	Nickavar e Mojab, 2003	Irã
Linalol						CM			Ekundayo <i>et al.</i> , 1990.	Nigéria
	0,2-16	1,4-38,9							Lota <i>et al.</i> , 2002	França
		12,2							Goel <i>et al.</i> , 2004	Índia
				63,46				Huang e Pu, 2000	China	
Linalil-acetato	23,3	18,5						Lota <i>et al.</i> , 2002	França	
Beta ocimeno		0,01-19,1						Vekiari, Stavroula <i>et al.</i> , 2002	Grécia	
Geraniol			20,4						Chebli <i>et al.</i> , 2004	Marrocos
					10,48				Chienthavorn, 2004	Tailândia
Canfeno	12,3							Mahalwal, V. S. e Ali, Mohd, 2003	Índia	

Compostos	(Limão Siciliano) <i>Citrus limon</i> L. Burm. f.				(Limão Taiti) <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka				Referência	Local de Coleta
	casca	Folha	Flor	Fruto	casca	Folha	Flor	Fruto		
(Z)-Citral					16,4				Taufiq-Yap <i>et al.</i> , 2001.	Malásia
(E)-Citral					20,5					
Citral						45			Calvarano <i>et al.</i> , 1982.	Brasil
					18,3	54,7			Chowdhury <i>et al.</i> , 2007.	Índia
citronelol		11,4								
p-Cimeno								CM	Tapanes, 1971	Cuba
								CM		
Bergamoteno								CM	Contreras <i>et al.</i> , 1980	Chile
Terpinoleno								CM	Tapanes, 1971	Cuba
<i>trans</i> -nerolidol			30,7						Flamini <i>et al.</i> , 2007	Itália
β-Cariofileno		25								
<i>cis</i> - linalil óxido						tr-10,06			Huang e Pu, 2000	China
β-Felandreno					17,7				Dugo <i>et al.</i> , 2004.	Itália
δ-3- Careno	10,42								Roy <i>et al.</i> , 2005	Japão
Terpenil-acetato								CM	Calvarano <i>et al.</i> , 1975.	Brasil

De acordo com os dados da literatura para as duas espécies de limões estudadas, o limoneno foi encontrado em todos os óleos (casca e folha), sendo componente majoritário no óleo das cascas, com exceções de uma amostra do óleo da casca do limão taiti coletado na China, Itália e Tailândia que mostraram como componentes principais o linalol, (63,46%) (Huang e Pu,2000), citronelol (23,1%) (Dugo *et al*, 2004) e geranial (30%) (Chienthavom,2004), respectivamente. O perfil químico dos óleos da casca dos limões, obtidos em nossas análises, está de acordo com o com os dados reportados na literatura, pois o composto majoritário encontrado em nossas análises para os óleos do Limão Siciliano (38,9%) e Limão Taiti (42,4%) foi o limoneno (Tabela 4).

Como observado na literatura para as laranjas e tangerinas referente ao componente principal dos óleos provenientes de outras partes da planta (flores e folhas), os componentes principais dos óleos de folhas das espécies de limões (*Citrus limon* e *Citrus aurantifolia* Tanaka) coletados em diferentes partes do mundo não mostrou o limoneno como sendo o componente majoritário. Por exemplo, amostras de óleo da espécie *C. limon* coletadas na Espanha (Melendreras *et al*, 1984; Laencina *et al*, 1986) e Nigeria (Ekundayo *et al.*, 1990) apresentaram como componente principal a mistura de neral e geranial e no Irã foi o geranial (31,45%) (Mosaddegh *et al*, 2004). Na França (Lota *et al*, 2002), Índia (Chowdhury *et al*, 2007) e Itália (Flamini *et al*, 2007) os compostos majoritários foram linalol (1,4%-38,9%), citrolenal (67,9%) e beta cariofileno (25%), respectivamente. Já as análises de amostras de folhas coletadas no Brasil (Calvarano *et al.*, 1982) e Índia (Chowdhury *et al*, 2007) da espécie *Citrus aurantifolia* Tanaka, revelou como componente principal o citral (54,7% na Índia e 45% no Brasil). Desses compostos, apenas neral (0,3%), geranial (2,7%) e linalol (0,1%) foram caracterizados em nossa análise no óleo da casca do limão siciliano (Tabela 4).

De acordo com os resultados obtidos nas análises químicas dos óleos da casca para as espécies de citros coletados no sítio cigarra em Santana do Mundaú, Alagoas, todos esses óleos pertencem ao quimiotipo limoneno. Esse dado está de acordo com os reportados na literatura para essas espécies.

As  $CL_{50}$  estimadas para os óleos de citros testados contra o ácaro rajado nas nossas análises são mostradas na Tabela 8. De acordo com a Tabela, o óleo da laranja lima (1,63  $\mu\text{L/L}$  de ar) e dos limões Taiti (1,93  $\mu\text{L/L}$  de ar) e siciliano (1,44  $\mu\text{L/L}$  de ar) foram os que se mostraram mais tóxico ao ácaro, cujos intervalos de confiança das  $CL_{50}$  estimadas se sobrepõem entre si e por isso não há diferença estatística nos resultados obtidos. Analisando o perfil químico desses óleos, dos 39 constituintes químicos encontrados no óleo de limão Taiti, 28 ocorrem simultaneamente no óleo de limão siciliano e destes, 8 monoterpenos:  $\alpha$ -pineno, mirceno, limoneno, linalol, terpinen-4-ol,  $\alpha$ -terpineol, neral, geranial e dois sesquiterpenos: (*E*)-cariofileno e  $\alpha$ -*trans*-bergamonteno foram encontrados simultaneamente nas três espécies.

Quando uma matriz vegetal, com mais de um componente químico, apresenta uma atividade biológica, essa atividade é geralmente atribuída ao componente principal dessa mistura. Seguindo essa linha de raciocínio, esperaria-se que todos os óleos de citros testados fossem igualmente tóxicos, por pertencerem ao mesmo quimiotipo. Porém, não foi o que se observou a partir dos testes de fumigação com os óleos das laranjas, tangerinas e limões, que apesar de pertencerem ao quimitipo limoneno não foram igualmente tóxicos ao ácaro rajado. A explicação para esse fato se deve provavelmente ao efeito sinérgico dos outros constituintes químicos, desses óleos presentes em pequenos percentuais.

Os intervalos de confiança das  $CL_{50}$  estimadas para as laranjas pêra (4,79  $\mu\text{L/L}$  de ar) e mimo (5,33  $\mu\text{L/L}$  de ar) e as tangerinas cravo (4,49  $\mu\text{L/L}$  de ar) e murcot (4,57  $\mu\text{L/L}$  de ar) se sobrepõem, não havendo diferença estatística entre elas. O ácaro rajado foi menos suscetível a esses óleos quando comparados com os da laranja lima e dos limões Taiti e siciliano, sendo, portanto recomendável à realização de mais estudo investigativo visando elucidar o princípio ativo desses óleos, bem como a preparação de formulações a partir desses óleos e/ou de seus princípios ativos para uso em ambientes fechados e/ou abertos no controle integrado desse ácaro.

**Tabela 8** - Concentração letal média (CL<sub>50</sub>) de óleos essenciais das cascas de *citrus* sobre ácaros de *T. urticae*

Espécie de <i>citrus</i>	Parte	n <sup>1</sup>	Equação (I.C. 95% para β) <sup>2</sup>	CL <sub>50</sub> (μL/L de ar) (I.C. 95%)	χ <sup>2</sup>	P	RT <sup>5</sup>
(Limão taiti) <i>Citrus aurantifolia</i> Tanaka	Cascas	360	Y=3,28+6,04log*x (5,237-6,843) d	1,93 (1,52-2,31) b	3,22	0,53	2,06
(Limão siciliano) <i>Citrus limon</i> (L.) Burm. f.	Cascas	450	Y=4,11+5,66log*x (4,69-6,63) d	1,44 (1,31-1,57) b	2,469	0,112	2,99
(Laranja Pêra) <i>Citrus sinensis</i> Osbeck var. Pêra	Cascas	360	Y=4,017+1,443 log*x (1,239-1,647) a <sup>4</sup>	4,79 (2,83-15,11) a	4,8342	0,890	0,91
(Laranja Mimo) <i>Citrus sinensis</i> Osbeck var. Mimo	Cascas	360	Y=3,089+2,629log*x (2,304-2,954) c	5,33 (3,95-10,15) a	3,6212	0,513	0,66
(Laranja Lima) <i>Citrus aurantium</i> L.	Cascas	360	Y=4,631+1,739log*x (1,558-1,920) a, b	1,63 (0,66-2,79) b	3,2023	0,320	2,07
(Tangerina Murcot) <i>Citrus sinensis</i> X <i>Citrus reticulata</i>	Cascas	720	Y=1,59+5,166log*x (4,558-5,774) d	4,574 (3,56-5,30) a	12,019	0,166	0,88
(Tangerina Cravo) <i>Citrus reticulata</i> Blanco	Cascas	540	Y=3,951+1,609log*x (1,422-1,796) a, b	4,49 (3,39-6,98) a	4,7467	0,124	-

<sup>1</sup>número de ácaros/dose,

<sup>2</sup>Intervalo de confiança à 95% de probabilidade para o coeficiente angular,

<sup>3</sup>não significativo,

<sup>4</sup>Equações seguidas de mesma letra minúscula nas colunas não diferem estatisticamente entre si,

<sup>5</sup>Razão de toxicidade

1  
n

Na tabela 9 são mostrados os resultados dos testes de repelência dos óleos de citrus. O óleo essencial das cascas de tangerina cravo (*Citrus reticulata* Blanco) e limão siciliano (*Citrus limon*) foram os mais repelentes. Os óleos de tangerina murcot (*C. sinensis* Osbeck x *Citrus reticulata* Blanco) e laranja pêra (*C. sinensis* Osbeck) não apresentaram repelência quando testados a 5% de concentração.

**Tabela 9** – Resultados dos testes de repelência para os óleos de *citrus* em diferentes concentrações.

Espécies	Concentração (%)	Média do índice de repelência	1 ± DP	Classificação
(Limão Taiti)	1,75	0,36	1 ± 0,44	Repelente
	1,50	1,04	1 ± 0,43	Neutro
(Limão Siciliano)	0,25	0,50	1 ± 0,39	Repelente
	0,10	0,96	1 ± 0,42	Neutro
(Laranja Pêra)	5,00	0,68	1 ± 0,40	Neutro
	2,50	0,86	1 ± 0,61	Neutro
(Laranja Mimo)	2,00	0,46	1 ± 0,298	Repelente
	1,75	0,92	1 ± 0,52	Neutro
(Laranja Lima)	2,50	0,30	1±0,27	Repelente
	2,25	0,78	1 ± 0,59	Neutro
(Tangerina Murcot)	5,00	0,60	1 ± 0,49	Neutro
	2,50	1,11	1 ± 0,69	Neutro
(Tangerina Cravo)	0,25	0,60	1 ± 0,38	Repelente
	0,10	0,52	1 ± 0,50	Neutro

Limão Taiti = *C. aurantifolia*; Limão Siciliano = *C. Limon*; Laranja Pêra = *C. sinensis* var. Pêra; Laranja Mimo = *C. sinensis* var. Mimo; Laranja Lima = *C. aurantium*; Tangerina Murcot = *C. sinensis* x *Citrus reticulata*; Tangerina Carvo = *C. reticulata* Blanco.

Os resultados de fumigação e repelência contra o ácaro rajado para os óleos de *Citrus*, com exceção dos óleos de tangerina murcot e laranja pêra, que não foram repelentes, sugerem que todos os outros foram tóxicos para o ácaro rajado. Estes resultados mostram a viabilidade do uso no manejo integrado desses óleos, especialmente o de tangerina cravo (*C. reticulata* Blanco), limão

siciliano (*C. limon*) e taiti (*C. aurantifolia*) e laranja lima (*C. aurantium*) para suas utilizações no manejo integrado dessa praga.

O teste de atividade antibacteriana, utilizando o bioensaio de difusão em ágar mostrou que não houve formação de halo inibitório para seis dos sete óleos de *Citrus* testados contra *S. aureus*. Apenas o óleo de *C. aurantifolia* (limão taiti) promoveu uma fraca inibição do crescimento de *S. aureus* ( $8,0 \pm 0,1$  mm).

A concentração mínima inibitória (CMI), para o óleo do limão taiti (*C. aurantifolia*) foi de 75mg/mL. Isto mostra que a ação bacteriostática foi em quantidade menor do que a do óleo puro (120mg/mL).

Na literatura são encontrados vários trabalhos reportando a ação bactericida de produtos obtidos a partir de diferentes matrizes vegetais de espécies de *Citrus*. Com relação às espécies objeto desse estudo, o óleo essencial de *Citrus sinensis* x *Citrus reticulata* (tangerina murcot) não foi avaliado, até o momento, quanto a sua ação bactericida. Este é o primeiro relato de avaliação do potencial antimicrobiano, contra *S. aureus* para referida espécie. Para a espécie *C. aurantifolia*, que foi observado o melhor resultado comparado com as outras espécies objeto desse estudo, não foi encontrado nenhum estudo reportando sua ação antimicrobiana contra *S. aureus*, sendo, no entanto, o primeiro relato da ação bactericida do óleo essencial da casca de *C. aurantifolia*.

Por outro lado, levantamento bibliográfico sobre as espécies investigadas, nesse trabalho, relacionados com resultados de ação antimicrobiana do óleo essencial, obtidos a partir de diferente matriz vegetal (folhas, frutos, casca, semente), bem como de extratos orgânicos da casca do fruto, suco de fruta, etc. já foram anteriormente investigadas contra um amplo espectro de microorganismos, especificamente contra bactérias do tipo Gram positiva e negativa, (Taufiq-Yap *et al.*, 2001; El-Sayed *et al.*, 2001; Schelz, Z. *et al.*, 2006; Tumane *et al.* 2007), inclusive *S. aureus* (Zhibiao *et al.* 2008; Prabuseenivasan *et al.* 2006; Quintero *et al.* 2003).

Para os trabalhos que avaliaram a atividade antimicrobiana de óleos essenciais envolvendo as espécies investigadas nesse estudo, especificamente, contra *S. aureus*, Prabuseenivasan *et al.*



(2006) observaram que os óleos comerciais de *Citrus limon*, *Citrus sinensis* e *Citrus aurantium* apresentaram atividade antibacteriana contra *Staphylococcus aureus* com diferentes magnitudes. O melhor resultado foi observado para o óleo de *C. limon* (limão siciliano) com um halo de inibição de  $17,5 \pm 1,1$ , seguidos de *C. aurantium* (laranja lima) ( $14,2 \pm 0,50$ ) e *Citrus sinensis* (laranja doce) ( $12,8 \pm 0,2$ ). Os óleos de *C. limon* (limão siciliano) e *Citrus sinensis* (laranja doce) apresentaram CMI maior do que  $12,8\mu\text{g/ml}$ .

Estes resultados reportados na literatura, comparados com o obtido, nesse trabalho, para o óleo da casca de *C. aurantifolia* ( $8,0 \pm 0,1$  mm) são mais significativos, quando o halo de inibição de crescimento de *S. aureus* é comparado. O mesmo pode ser dito quanto aos resultados obtidos por Quintero *et al.* (2003). Eles observaram que o óleo da casca de *C. aurantium* (laranja lima) apresentou um halo inibitório mais significativo (17mm). Mesmo sendo espécies diferentes, ambos os óleos, *C. aurantifolia* (dados encontrados em nosso estudo) e *C. aurantium* (dados encontrados por Quintero *et al.*, 2003) apresentaram o mesmo componente majoritário. Ou seja, limoneno em proporções semelhantes com 76,2% para *C. aurantifolia* e 77,90% para *C. aurantium*. Mesmo assim, foram observadas atividades diferentes contra *S. aureus* para ambos os óleos. Apesar dos óleos essenciais serem constituídos por uma mistura de substâncias químicas e, em geral, se atribui ao componente majoritário uma possível atividade biológica, acredita-se que não é esse o caso para os óleos de *C. aurantifolia* e *C. aurantium*. Os constituintes em menores percentuais devem agir sinergicamente para promover uma ação. De acordo com Quintero *et al.* (2003), além do limoneno eles observaram a presença de outros componentes em quantidades significativas no óleo dos frutos de *C. aurantium*, coletado na Venezuela ( $\beta$ -pineno (3,40%), mirceno (1,81%), *trans*-ocimeno (1,16%), valenceno (0,52%), decanal (3,51%), linalol (0,89%)). Alguns destes constituintes identificados na amostra coletada na Venezuela não foram detectados em nossa análise para o óleo de *C. aurantifolia* coletada no Brasil. É o caso dos compostos *trans*-ocimeno, valenceno, decanal e dodecanal,  $\beta$ -nerolidol. Por outro lado, a presença de linalol (3,9%), na nossa amostra, apresentou percentual superior daquele encontrado na amostra coletada na Venezuela (0,89%). Essas

diferenças, basicamente, na composição química dos constituintes minoritários, observadas em ambos os óleos, bem como a ação sinérgica desses constituintes devem ter promovido uma maior atividade ao óleo de *C. aurantium* coletada na Venezuela do que da amostra coletada no Brasil pra *C. aurantifolia*.

Por fim, os resultados da ação bactericida obtida nesse estudo para o óleo de *C. aurantifolia* (limão taiti) sobre *S. aureus*, comparados àqueles reportados por Zhibiao *et al.* (2008) para os compostos isolados da casca do fruto de *C. reticulata* blanco (tangerina cravo), foram também inferiores, com uma CMI de 75mg/mL para o óleo de *C. aurantifolia*, enquanto que a CMI obtida para os compostos isolados foram de 200 µg/mL (0,2mg/mL) para hesperidina e 1600 µg/mL (1,6mg/mL) para nobiletina e tangeretina. Ou seja, a CMI de *C. aurantifolia* foi cerca de 375 e 46 vezes maior do que hesperidina, nobiletina e tangeretina, respectivamente. Nesse caso, a diferença de atividade antimicrobiana observada para essa mesma espécie, pode ser justificada devido à ausência dos compostos isolados e testados por Zhibiao *et al.* (2008) no óleo essencial do fruto de *C. aurantifolia*.

Os resultados da ação fungistática dos óleos de *Citrus* contra os fungos *C. gloeosporioides* e *F. solani* f.sp. *glycine*, relacionados ao Crescimento micelial e taxa de crescimento são mostrados na Tabela 10. Para o parâmetro taxa de crescimento micelial desses fungos, os resultados mostram que não houve diferença significativa entre os óleos testados e a testemunha. Por outro lado, a inibição do crescimento micelial (CM), no sexto dia, para ambos os fungos, os melhores resultados foram obtidos para os óleos de *C. aurantifolia* (limão taiti), com um percentual de crescimento micelial de 83,88% e *C. limon* (limão siciliano) com 91%. Apesar destes resultados diferirem, estatisticamente, ao nível de 5% de probabilidade em relação a testemunha (98%), não é um resultados expressivo quando comparados com resultados reportados na literatura para óleos de *Citrus* e fungos congêneres.

Esse é o primeiro relato da investigação do potencial de óleos essenciais de *Citrus* contra os fungos fitopatógenos, *Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f. sp. *Glycines*. Porém,

Investigações prévias para o controle de *Colletotrichum gloeosporioides* foram realizados utilizando óleos essenciais de outras espécies botânicas.

Testes antifúngicos realizados por Lee *et al.* (2007) contra os patógenos pós-colheita, *Colletotrichum gloeosporioides*, revelaram que o óleo essencial de *Illicium verum*, cujos constituintes químicos majoritários foram trans anetol (87,4%) e limoneno (6,0%) foi capaz de inibir 93% de *Colletotrichum gloeosporioides*, enquanto que o óleo essencial de *Schizonepeta tenuifolia* constituído majoritariamente por mentona (68,1%), pulegona (24,3%) e limoneno (1,9%) inibiu o crescimento micelial de *C. gloeosporioides* em 68%.

A ação antifúngica envolvendo os óleos de *Citrus* testados nesse trabalho revelou que apenas os óleos *C. sinensis*, *C. aurantium* e *C. limon* foram investigados *in vitro* com relação às suas ações antifúngica, mas nenhum contra os fungos testados nesse trabalho (Caccioni *et al.*, 1998; Abo-el Seoud *et al.*, 2005; Pawar *et al.*, 2006; Sharma & Tripathi 2006; Sharma & Tripathi 2006; Chebli *et al.*, 2004). Destes óleos, o de *C. limon* foi o mais ativo contra *Penicillium. digitatum* (Caccioni *et al.*, 1998). Esse óleo e o óleo de *C. aurantium*, mostraram fraca ação contra *Aspergillus niger*, com halo de inibição de 7mm e 6mm, respectivamente (Pawar *et al.*, 2006). Chebli *et al.*, 2004, observaram que o óleo de *C. limon* inibiu 4,1% e 20,4% o crescimento de *Botrytis cinerea* e *Phytophthora citrophthora*, respectivamente. Esses mesmos autores observaram que para o óleo de *C. sinensis*, na maior concentração (250ppm) houve um percentual de inibição de 3,7% de *B. cinerea* e de 13,0% do *P. citrophthora*. Por outro lado, Sharma & Tripathi observou que o óleo de *C. sinensis* inibiu completamente o crescimento de *A. niger*. Essas diferenças de resultados entre os dados obtidos nesse trabalho e os reportados na literatura referentes à atividade antimicrobiana, ou mesmo ausência dela, podem ser justificadas pelas diferentes cepas e espécies de microorganismos utilizados nos experimentos, bem como, a variabilidade genética das amostras vegetais (óleos essenciais) coletadas em diferentes condições edafoclimáticas, que influenciam na composição química do óleo essencial.

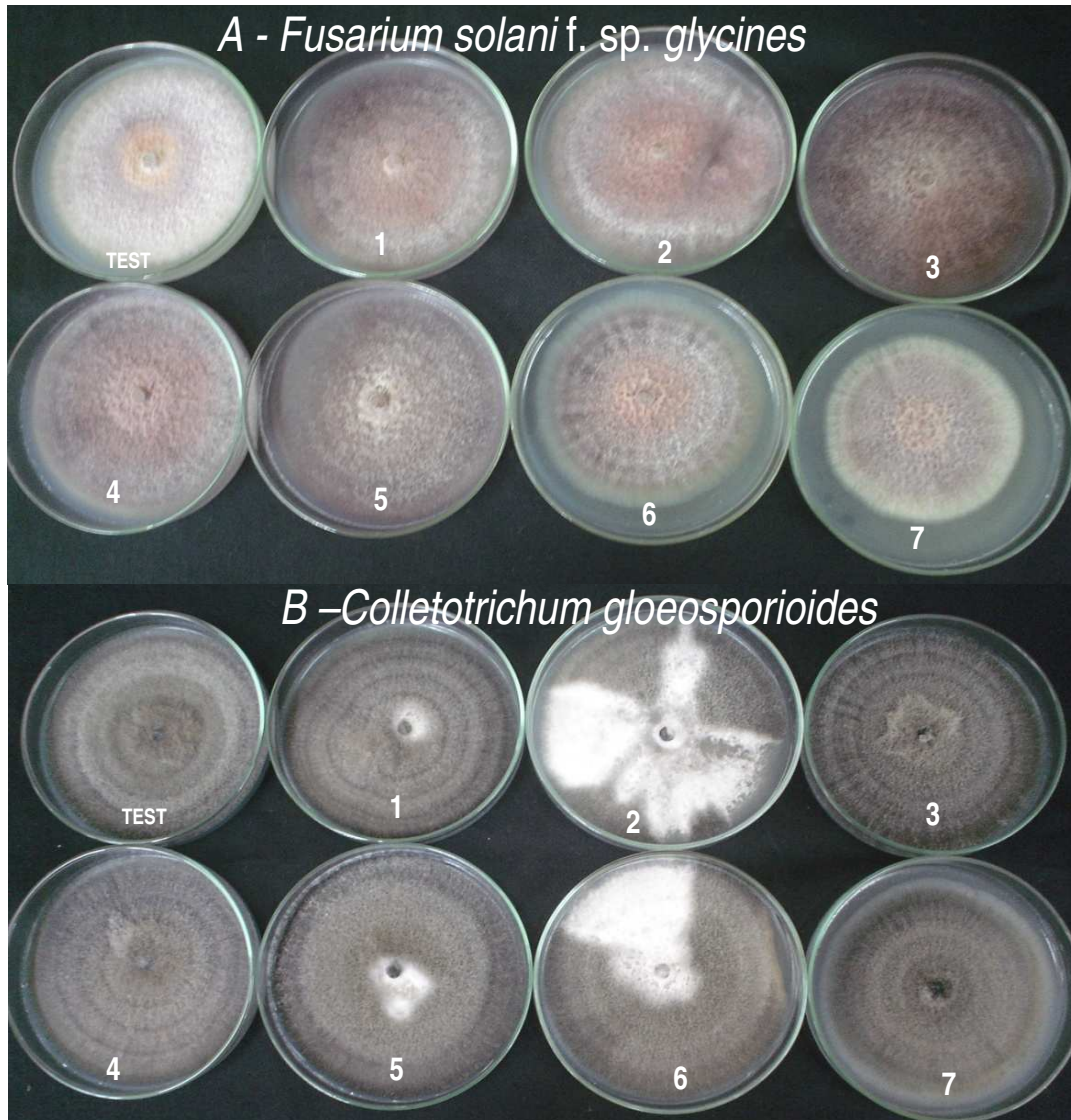


Figura 9 Efeito fungitóxico de óleos essenciais obtido de cascas de *Citrus* sobre fitopatógenos. **A** - *F. solani* f.sp. *glycine*: 1 – Testemunha; 2 – Laranja Lima; 3 – Laranja Mimo; 4 – Laranja Lima; 5 – Laranja Pêra; 6 – Tangerina Cravo; 7 – Limão Taiti; 8 – Limão Siciliano. **B**- *C. gloeosporioides*: 1 – Testemunha; 2 – Tangerina Murcot; 3 – Laranja Mimo; 4 – Laranja Lima; 5 – Laranja Pêra; 6 – Tangerina Cravo; 7 – Limão Siciliano; 8 – Limão Taiti.

**Tabela 10** – Crescimento Micelial (em cm e %) e taxa de crescimento micelial (em cm/dia e %) de *Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f.sp. *glycine* tratados com óleos essenciais de *Citrus* a 0,2%.

Espécie de <i>Citrus</i>	Fungo			
	<i>C.gloeosporioides</i>		<i>F.solani</i> f.sp. <i>glycine</i>	
	CM (cm)	Txc (cm/dia)	CM (cm)	Txc (cm/dia)
<b>Testemunha</b>	8,83 a	0,60 b	8,69 a	0,57 abc
	(98,11%)	(60%)	(96,55%)	(57%)
Limão Taiti <i>Citrus aurantifolia</i>	7,55 c	0,45 bc	6,97 b	0,52 bc
	(83,88%)	(45%)	(77,44%)	(52%)
Limão Siciliano <i>Citrus limon</i>	8,19 b	0,55 b	6,84 b	0,47 c
	(91%)	(55%)	(76%)	(47%)
Laranja pera <i>Citrus sinensis</i> var. Pêra	9,00 a	0,55 b	8,74 a	0,65 a
	(100%)	(55%)	(97,11%)	(65%)
Laranja Mimo <i>Citrus sinensis</i> var. Mimo	9,00 a	0,75 a	8,74 a	0,67 a
	(100%)	(75%)	(97,11%)	(67%)
Laranja Lima <i>Citrus aurantium</i>	9,00 a	0,52	8,87 a	0,65 a
	(100%)	(52%)	(98,55%)	(65%)
Tangerina Murcot <i>Citrus sinensis</i> X <i>Citrus reticulata</i>	8,76 a	0,47 b	8,91 b	0,60 ab
	(97,33%)	(47%)	(99%)	(60%)
Tagerina Cravo <i>Citrus reticulata</i>	9,00 a	0,32 c	8,71 a	0,47 c
	(100%)	(32%)	(96,77%)	(47%)
C.V (%)	1,72	17,39	3,90	12,10

CM = Crescimento micelial; Txc = taxa de crescimento. C.V = Coeficiente de Variação. Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente, de acordo com o teste de Duncan ao nível de 5% de probabilidade.

## 6. CONCLUSÃO

A realização desse trabalho permitiu a identificação de 76 substâncias em todos os óleos estudados a partir da casca de sete espécies de *Citrus*. A análise por CG/EM mostrou que esses óleos pertencem ao quimiotipo Limoneno e que as classes químicas predominantes foram monoterpenos e sesquiterpenos. Esse é o primeiro relato da composição química das sete espécies de *Citrus* cultivadas no Nordeste.

Todos os óleos essenciais foram tóxicos ao ácaro rajado, sendo que essa praga foi mais sensível ao óleo do limão siciliano (*Citrus lemon* L. Burm.f.), com uma  $CL_{50}$  estimada de 1,44  $\mu\text{L/L}$  de ar, enquanto que a tangerina cravo (*Citrus reticulata* Blanco) e o limão siciliano (*Citrus lemon* L. Burm.f.) foram os mais repelentes na mesma concentração testada (0,25%). Esses resultados estão sendo reportados pela primeira vez.

Quanto à avaliação antimicrobiana, os óleos não apresentaram atividades significativas, quando comparadas com dados reportados na literatura para *S. aureus*. Esse estudo reporta pela primeira vez a avaliação do potencial antimicrobiano contra *S. aureus* para tangerina murcot (*C. sinensis* x *C. reticulata*) e primeiro relato da ação do óleo de limão taiti (*C. aurantifolia*) contra *S. aureus*.

Esse estudo relata pela primeira vez a investigação do potencial de óleos essenciais de espécies de *Citrus* contra os fungos *Colletotrichum gloeosporioides* e *Fusarium solani* f.sp. *glycine*. Apenas os óleos de *C. aurantifolia* (limão taiti) e *C. limon* (limão siciliano) apresentaram fraca ação fungistática. Embora os resultados da avaliação da ação antimicrobiana dos óleos testados de espécies de Citros terem sido relevantes, novas investigações devem ser conduzidas com outros microorganismos e /ou diferentes tipos de isolados (bactérias Gram positivas e negativas) para avaliação da atividade antimicrobiana. Com relação aos resultados obtidos para ação tóxica e repelente dos óleos no controle do ácaro rajado, estudos mais aprofundados em casa de vegetação e de campo devem ser realizados com os óleos de limão siciliano (*Citrus limon*.) e tangerina cravo (*Citrus reticulata* Blanco).

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABBASSY, M.A. *et al.* Insecticidal and synergistic citrus oils isolated from *citrus* peel. **Mededelingen van de Faculteit Landbouwwetenschappen**, v. 44, n. 1, p. 21-29, 1979.

ABDEL-AAL, MAHMOUD M. On the chemical, botanical and chemotaxonomical evaluation of the genus *Citrus*. Part III: a comparative study of essential oil components in the leaf oils of *Citrus deliciosa* Ten. and *Citrus reticulata* Blanco grown in Egypt. **Zagazig Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 5, n. 2, p. 21-25, 1996.

ABO-El S. *et al.* Biocides formulation of essential oils having antimicrobial activity. **Archives of Phytopathology and Plant Protection**, v. 38, n. 3, p. 175-184, 2005.

ADAMS, R. Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectroscopy. **Allured Publishing Corporation**, Carol Stream, 2001.

AGUIAR, E. *et al.* Eficiência do acaricida-inseticida diafentiuron no controle do ácaro rajado *Tetranychus urticae* (Koch) em roseira. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, Jaboticabal, v. 22, p. 577-582, 1993.

AHMED, M.; ARPAIA, M.; SCORA, R. Seasonal variation in lemon (*Citrus limon* L. Burm. f) leaf and rind oil composition. **Journal of Essential Oil Research**, v. 13, n. 3, p. 149-153, 2001.

ALONZO, G. *et al.* *Citrus* cybrid leaf essential oil. **Perfumer and Flavor**, Wheaton, v. 15, n. 4, p. 240-244, 2000.

ANASO, H. *et al.* Potency of orange peel as a mosquito fumigant. **Biological Wastes**, Barking, v. 34, n. 1, p. 83-88, 1990.

ANDREWS, A. Acclimatization of citrus fruits in the Mediterranean region. **Agricultural History**, Washington, v. 35, p. 35-46, 1961.

ASHAMO, M.; ODEYEMI, O. Protection of maize against *Sitophilus zeamais* Motsch, using seed extracts from some indigenous plants. **Zeitschrift fuer Pflanzenkrankheiten und Pflanzenschutz**, v. 108, n. 30, p. 320-327, 2001.

ASHLEY, J. *et al.* Toxicity of three acaricides to *Tetranychus urticae* (Tetranychidae: Acari) and *Orius insidiosus* (Anthocoridae: Hemiptera). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 99, p. 54-59, 2006.

ASLAN, I. *et al.* Toxicity of essential oil vapours to two greenhouse pests, *Tetranychus urticae* Koch and *Bemisia tabaci* Genn. **Industrial Crops and Products**, v. 19, p. 167-173, 2004.

ASSUNÇÃO, I. *et al.* Influência da Intensidade da Murcha-de-Fusário no Rendimento do Caupi. **Fitopatologia Brasileira**, Brasília, DF., v. 28, p. 615-619, 2003.

ATTAWAY, J.; PIERINGER, A.; BARABAS, L. Origin of citrus flavor components. II. Identification of volatile components from citrus blossoms. **Phytochemistry**, Elmsford, v. 5, n. 6, p. 1273-9, 1966.

AYEDOUN, A. *et al.* Volatile constituents of the peel and leaf oils of *Citrus limon* L. Burm. f. from Benin. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 8, n. 4, p. 441-444, 1996.

BALBAA, S.; HIFNAWY, M.; KARAWYA, M. Study of the flower oils of certain *citrus* species growing in Egypt. **American Cosmetics and Perfumery**, Oak Park, v. 87, n. 5, p. 41-44, 1972.

BALDWIN, I.; SCHMELZ, E.; ZHANG, Z. Effects of octadecanoid metabolites and inhibitors on induced nicotine accumulation in *Nicotiana sylvestris*. **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 22, p. 61-74, 1996.

BEERS, E.; ANDERSEN, A.; BROWN, R. Absorption and translaminar activity of abamectin in apple and pear foliage as determined by spider mite (Acari: Tetranychidae) mortality. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 90, p. 566-573, 1997.

BEERS, E.; RIEDL, H.; DUNLEY, J. Resistance to abamectin and reversion to susceptibility to fenbutatin oxide in spider mite (Acari: Tetranychidae) populations in the Pacific Northwest. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 91, p. 352-360, 1998.

BENJAMIN, A.; AKINGBALA, J.; BACCUS-TAYLOR, G. Effect of drying and storage on flavour quality of orange (*Citrus sinensis* (Linn) Osbeck) peel for cupcakes. **Journal of Food Agriculture and Environment**, Helsinki, v. 5, n. 2, p. 78-82, 2007.

BERGET, D.; LHUGUENOT, J.; BARON, C. Gas-liquid chromatographic analysis of essential oils of the lemon and study of the effect of the method of preparation on the composition. **Cahiers de l'ENS.BANA**, v. 2, p. 59-74, 1979.



BERNHARD, R. Citrus flavor. Volatile constituents of the essential oil of the orange. **Journal of Food Science**, v. 26, p. 401-11, 1961.

BI, J.; MURPHY, J.; FELTON, G. Antinutritive and Oxidative Components as Mechanisms of Induced Resistance in Cotton to *Helicoverpa zea*. **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 23, p. 97-117, 1997.

BLANCO T. *et al.* Comparative study of Colombian citrus oils by high-resolution gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 697, p. 501-13, 1995.

BOELENS M. Volatile compounds in foods and beverages. **Perfumer and Flavorist**, Wheaton, v. 16, n. 2, p. 17-34, 1991.

BOELENS M.; JIMENEZ, R. The Chemical composition of the peel oils from unripe and ripe fruits of bitter orange, *Citrus aurantium* L. ssp, amara Engl. **Perfumer and Flavorist**, Wheaton, v. 4, n. 3, p. 139-42, 1989.

BOLTER, C. *et al.* Attraction of Colorado Potato Beetle to Herbivore-Damaged Plants During Herbivory and After Its Termination. **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 23, n. 4, p. 1003-1023, 1997.

BOTEON, M. *et al.* **Citricultura brasileira**: aspectos econômicos. Campinas. 2005. p. 19-36.

BOUDA, H. *et al.* Effect of essential oils from leaves of *Ageratum conyzoides*, *Lantana camara* and *Chromolaena odorata* on the mortality of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera, Curculionidae). **Journal of Products Research**, Oxford, v. 37, p. 103-109, 2001.

BOUSSAADA, O.; CHEMLI, R. Chemical composition of essential oil from flowers, leaves and peel of *Citrus aurantium* L. from Tunisia. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 9, n. 2, p. 133-139, 2006.

BURT S. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods: a review. **International Journal of Food Microbiology**, v. 94, p. 223–253, 2004.

BUETTNER, A. *et al.* Evaluation of the most odour-active compounds in the peel oil of clementines (*Citrus reticulata* blanco cv. Clementine). **European Food Research and Technology**, v. 216, n. 1, p. 11-14, 2003.

BUTTNER, M.; WILLEKE, K.; GRINSHPUN, S. Sampling and analysis of airborne microorganisms. In: Hurst C.J. *et al.* **Manual of Environmental Microbiology**. Washington: ASM Press, 1996, p. 629–640.

BYUNG-HO L. *et al.* Fumigant toxicity of essential oils and monoterpenes against the red flour beetle, *Tribolium castaneum* Herbst. **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 5, n. 2, p. 237-240, 2002.

BYNUM, E.; ARCHER, T.; PLAPP J. Comparison of banks grass mite and twospotted spider mite (Acari: Tetranychidae): responses to insecticides alone and in synergistic combination. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 90, p. 1125-1130, 1997.

CACCIONI, D. *et al.* Relationship between volatile components of citrus fruit essential oils and antimicrobial action on *Penicillium digitatum* and *Penicillium italicum*. **International Journal of Food Microbiology**, v. 43, p. 73-79, 1998.

CALVARANO, M.; GALLINO, M. The Galego lemon (*Citrus aurantifolia* Sw.) cultivated in Brazil. **Atti - Convegno Nazionale sugli Olii Essenziali e Sui Derivati Agrumari**, v. 6-7, p. 117-29, 1975.

CALVARANO, M.; SALNITRO, F.; SACCO, T. Essential oil from the leaves of the Tahiti lime (*Citrus latifolia* Tanaka) and Galego lime (*Citrus aurantifolia* Sw.) from Brazil. **Essenze, Derivati Agrumari**, v. 52, n. 1, p. 52-8, 1982.

CAVALCANTI, E. *et al.* Larvicidal Activity of Essential Oils from Brazilian Plants against *Aedes aegypti* L. **Memórias do Instituto Oswaldo Cruz**, Rio de Janeiro, v. 99, n. 5, 2004.

CHANG-GEUN, Y. *et al.* Fumigant toxicity of plant essential oils to *Plutella xylostella* (Lepidoptera: Yponomeutidae) and *Cotesia glomerata* (Hymenoptera: Braconidae). **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 10, n. 2, p. 157-163, 2007.

CHEBLI, B.; HMAMOUCHE, M.; ACHOURI, M.; IDRISSE, H. Composition and *in vitro* Fungitoxi Activity of 19 Essential oils Against Two Post- Harvest Pathogens. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream v. 16, p. 507-511, 2004.

CHENG, Y.; CHOU, C. Composition of peel essential oils from eight citrus species. **Journal of the Chinese Chemical Society**, Taiwan, v. 31, n. 1, p. 93-6, 1984.

CHEOL, Y.; HOI-SEON, L.; CLARCK, J.; YOUNG-JOON, A. Insecticidal activity of plant essential oils against *Pediculus humanus capitis* (Anoplura: Pediculidae). **Journal of Medical Entomology**, v. 41, n. 4, p. 699-704, 2004.

CHIALVA, F.; DOGLIA, G.; ROSSI S. Essential oil Constituents of Chinotto(*Citrus aurantium* L. var. myrtifolia Guill). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v.2, n. 1, p. 33-5, 1990.

CHIAVEGATO, L.; BAPTISTA, G.; IGUE, T. Toxicidade de acaricidas para três espécies de ácaros fitófagos (Acari: Tetranychidae) obtida através de dois diferentes métodos de laboratório. **Arquivos do Instituto Biológico**, São Paulo, v. 42, p. 173-182, 1975.

CHIENHAVOM, O.; INSUAN, W. Superheated water extraction of lime peel: a comparison with conventional methods. **Analytical Letters**, New York, v. 37, n. 11, p. 2393-2409, 2004.

CHISHOLM, M.; JELL, J.; CASS, D. Characterization of the major odorants found in the peel oil of *Citrus reticulata* blanco cv. clementine using gas chromatography-olfactometry. **Perfumer and Flavorist**, Wheaton, v. 18, n. 4, p. 275-281, 2003.

CHO, J. *et al.* Isolation and identification of *Fusarium solani* f. sp. *glycines* from soil on modified Nash and Snyder's Medium. **Plant Disease**, St. Paul, v. 85, p. 256-260, 2001.

CHOI, K. *et al.* Compendium of insect pests of fruit trees with colour plates. **Journal of Agricultural Science**, 1989.

CHOI, W. *et al.* Toxicity of plant Essential Oils to *Trialeurodes vaporariorum* (Homoptera: Aleyrodidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 96, n. 5, p. 1479-1484, 2003.

CHOI, W. *et al.* Toxicity of plant essential oils to *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae) and *Phytoseiulus persimilis* (Acari: Phytoseiidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 97, n. 2, p. 553-558, 2004.

CHOI, W. *et al.* Fumigant toxicities of essential oils and monoterpenes against *Lycoriella mali* adults. **Crop Protection**, Estion, Guildford, (in press), 2006.

CHOWDHURY, J.; YUSUF, M.; NANDI, N. Aromatic plants of bangladesh: chemical constituents of the leaf and peel oil of *Citrus aurantifolia* (christ.) Swingle. **Indian Perfumer**, v. 50, n. 2, p. 54-55, 2006.

CHOWDHURY, J.; YUSUF, M.; NANDI, N. Chemical constituents of the leaf and peel oil of *Citrus limon* (L.) burm. f. from Bangladesh. **Indian Perfumer**, v. 51, n. 4, p. 19-21, 2007.

CONTRERAS V. *et al.* Composition of the essential oil of the pica lemon (*Citrus aurantifolia*) by gas-liquid chromatography. **Contribuciones Cientificas y Tecnologicas**, Santiago do Chile, v. 10, n. 44, p. 49-55, 1980.

CRASKE, J.; SURYADI, N.; WOOTTON, M. A comparison of the peel oil components of Australian native lime (*Microcitrus australe*) and Mexican lime (*Citrus aurantifolia* Swingle). **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, n. 3, p. 522-525, 2005.

CRAVEIRO, A. *et al.* **Óleos essenciais de plantas do Nordeste**. Fortaleza, 1981.

CRONIN, G.; HAY, P.; FENICAL, W. Are Tropical Herbivores More Resistant Than Temperate Herbivores to Seaweed Chemical Defenses? Diterpenoid Metabolites from *Dictyota acutiloba* as Feeding Deterrents for Tropical Versus Temperate Fishes and Urchins. **Journal of Chemical Ecology**, New York., v. 23, p. 289-302, 1997.

CUNHA S. *et al.* **Cultivo dos Citros**. Cruz das Almas: EMBRAPA-CNPMP, 1996. 43 p.

DANIEWSKI, W. *et al.* Why the yew tree (*Taxus Baccata*) is not attacked by insects. **Phytochemistry**, Elmsford, v. 49, n. 5, p. 1279-1282, 1998.

DAROKAR, M. *et al.* Detection of antibacterial activity in the floral petals of some higher plants. **Current Science**, Columbus, v. 75, p. 187, 1998.

DE ARAÚJO, E.; DE QUEIROZ, L.; MACHADO, M. What is *Citrus*? Taxonomic implications from a study of cp-DNA evolution in the tribe Citreae (Rutaceae subfamily Aurantioideae). **Organisms Diversity and Evolution**, v. 3, p. 55-62, 2003.

DE MORAES, C.; LEWIS, W.; PARE, P.; ALBORN, H.; TUMLINSON, J. **Nature** (London), v. 393, p. 570, 1998.

DELLACASSA, *et al.* Citrus essential oils of Uruguay. Part I. Composition of oils of some varieties of mandarin. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 4, n. 3, p. 265-272, 1992.

DE LA TORRE, P.; CARMEN; SARDI, J. Study on bitter orange (*Citrus aurantium* L.) essential oil. **Archivos de Bioquímica, Química y Farmacia**, Tucuman, v. 20, p. 69-72, 1978.

DHARMAWAN, J.; KASAPIS, S.; CURRAN, P. Characterization of volatile compounds in selected citrus fruits from Asia - part II: peel oil. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v.20, n. 1, p.21-24, 2007.

DHINGRA, O. *et al.* Essential oil of mustard to control *Rhizoctonia solani* causing seedling damping off and seedling blight in nursery. **Fitopatologia Brasileira**, Brasília, v. 29, p. 683-686, 2004.

DON-PEDRO; K. Fumigant toxicity is the major route of insecticidal activity of Citrus peel essential oils. **Pesticide science**, Oxford, v. 46, n. 1, p. 71-78, 1996.

DON-PEDRO; K. Investigation of single and joint fumigant insecticidal action of Citrus peel oil components. **Pesticide science**, Oxford, v. 46, n. 1, p. 79-84, 1996.

DUGO, G. *et al.* On the genuineness of citrus essential oils. Part XLIII. The composition of the volatile fraction of Italian sweet orange oils (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 6, n. 2, p. 101-37, 1994.

DUGO, P. *et al.* The composition of the volatile fraction and the enantiomeric distribution of five volatile components of faustrime oil (*Monocitrus australatica* x *Fortunella* sp. x *Citrus aurantifolia*). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 16, n. 4, p. 328-333, 2004.

EKUNDAYO, O. *et al.* The composition of lemon petitgrain oil (*Citrus limon* (L.) Burm. f.). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 2, n. 5, p. 269-70, 1990.

EKUNDAYO, O. *et al.* Volatile constituents of the leaf oil of Nigerian lime (*Citrus aurantifolia*). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 3, n. 2, p. 119-20, 1991.

EL-SAYED, S. *et al.* Bioactivity of Egyptian orange (*Citrus sinensis*) peel against some microorganisms. **Al-Azhar Journal of Microbiology**, v. 51, p. 83-98, 2001.

EMBRAPA SOJA. Recomendações Técnicas para cultura da soja na região Central do Brasil 99/2000. Embrapa Agropecuária Oeste, **Embrapa Soja**, 1999, Documento 132.

EUU- HEE, K.; HYUN-KYUNG, K.; YOUNG-JOO, A. Acaricidal activity of plant essential oils against *Tyrophagus putrescentiae* (Acari: Acaridae). **Journal of Asia-Pacific Entomology**, v. 6, n. 1, p. 77- 82, 2003.

EZEONU, F.; CHIDUME, C.; UDEDI, S. Insecticidal properties of volatile extracts of orange peels. **Bioresource technology**, v. 76, p. 273-274, 2001.

FAID, M, *et al.* Physicochemical and microbiological characterizations and preservation with sorbic acid and cinnamon. **Journal of Food Products**, v. 58, p. 547-550, 1995.

FEGER, W.; BRANDAUER, H.; ZIEGLER, M. Analytical investigation of the sesquiterpene hydrocarbons of distilled lime oil (*Citrus aurantifolia* Swingle). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 11, n. 5, p. 556-562, 1999.

FERNANDES, J. *et al.* Citrus seed oils extracts and their activity against leaf cutting ant *Atta sexdens* symbiotic fungus. **Quimica Nova**, São Paulo, v. 25, n. 6B, p. 1091-1095, 2002.

FERRACINI, V. *et al.* In: **WORKSHOP Sobre Produtos Naturais no Controle de Pragas, Doenças e Plantas Daninhas**, Jaguariúna, SP. Anais. EMBRAPA/CNPDA, p.11-12, 1990.

FINNEY, D. **Probit Analysis**, 3rd, New Delhi S. Chand & Company Ltd, 1971, p. 333.

FLAMINI, G.; TEBANO, M.; CIONI, P. Volatiles emission patterns of different plant organs and pollen of *Citrus limon*. **Analytica Chimica Acta**, v. 589, n. 1, p. 120-124, 2007.

FLAMINI, G. Acaricides of Natural Origin. Part 2. Review of the Literature (2002-2006). **Natural Products Report**, v. 1, n. 12, p. 1151-1158, 2006.

FLECHTMANN, C. **Ácaros de importância agrícola**. 6. ed. São Paulo: Nobel, 1985. p. 189.

FLEISHER, Z.; FLEISHER, A. Mandarin leaf oil (*Citrus reticulata* Blanco). Aromatic plants of the Holy Land and the Sinai. Part III. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 2, n. 6, p. 331-4, 1990.

FLEISHER, Z.; FLEISHER, A. Sweet orange leaf oil (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck). Aromatic plants of the Holy Land and the Sinai. Part I. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 2, n. 4, p. 203-5, 1990.

GAFFNEY, B. *et al.* Charm analysis of two *Citrus sinensis* peel oil volatiles. **Perfumer and Flavorist**, Wheaton, v.21, n. 4, p. 1-2, 4-5, 1996.

GALLO, D. *et al.* **Manual de entomologia agrícola**. São Paulo: Agronômica Ceres, 2002, 649 p.

GAMARRA, F. *et al.* Factors that affect the quality of the essential lemon oil (*Citrus aurantifolia*) during the distillation. **AIChE Spring National Meeting, Conference Proceedings**, p. 43145/1-43145/8, 2006.

GAO, S.; ZHENG, H. Determination of the main constituents of the essential oils from the peels and immature fruits of citrus by gas chromatography (GC). **National Yaowu Fenxi Zazhi**, v.6, n. 2, p. 83-5, 1986.

GARCÍA-MARÍ, F.; GONZÁLEZ-ZAMORA, J. Biological control of *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae) with naturally occurring predators in strawberry plantings in Valencia, Spain. **Experimental and Applied Acarology**, Amsterdã, v. 23, p. 487-495, 1999.

GAZEA, FLOREA; CALVARANO, I.; CALVARANO, M. Characteristics of a new citrus hybrid essential oil, *Citrus clementina* x *C. limon*. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 10, n. 3, p. 235-239, 1998.

GOEL, D.; ALI, M.; MIR, S. Chemical composition of the leaf essential oil of *Citrus limon* grown in Delhi. **Journal Medicinal and Aromatic Plant Science**, v. 26, n. 3, p. 500-502, 2004.

GURIB-FAKIM, A.; DEMARNE, F. Aromatic plants of Mauritius: Volatile constituents of the leaf oils of *Citrus aurantium* L.; *Citrus paradisi* Macfad and *Citrus sinensis* (L.) Osbeck. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 7, n. 1, p. 105-9, 1995.

HARDT, I. *et al.* Acutilols, potent herbivore feeding deterrents from the tropical brown alga, *Dictyota acutiloba*. **Phytochemistry**, Elmsford, v. 43, n. 1, p. 71-73, 1996.

HERGSTROM, K.; NIALL, R. Presence-absence sampling of twospotted spider mite (Acari: Tetranychidae) in pear orchards. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 83, p. 2032-2035, 1990.

HO, C. Spider-mite problems and control in Taiwan. **Experimental and Applied Acarology**, Amsterdã, v. 24, p. 453-462, 2000.

HUANG, Y.; WU, Y. Chemical components of essential oils from peels of 25 Citrus species and cultivars. **Tianran Chanwu Yanjiu Yu Kaifa**, v. 10, n. 4, p. 48-54, 1998.

HUANG, Y.; PU, Z.; CHEN, Q. The chemical composition of the leaf essential oils from 110 citrus species, cultivars, hybrids and varieties of Chinese origin. **Perfumer and Flavorist**, Wheaton, v. 25, n. 1, p. 53-66, 2000.

HUANG, Y.; LAM, S.; HO, S. Bioactivities of essential oil from *Elletaria cardamomum* (L.) Maton. to *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Products Research**, Oxford, v. 36, p. 107-117, 2000.

HUET, R.; DUPUIS, C.; MEZHDUNAR, K. Changes in chemical composition of clementine and bergamot essential oils during ripening. **Efirnym Maslam, Mater**, 4th, v. 2, p. 192-4, 1972.

IL-KWON, P. *et al.* Fumigant activity of plant essential oils and components from horseradish (*Amoracia rusticana*), anise (*Pimpinella anisium*) and garlic (*Allium sativum*) oils against *Lycoriella ingenua* (Diptera: Sciaridae). **Pest Management Science**, Sussey, v. 62, n. 8, p. 723-728, 2006.



INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA - IBGE. **Agricultura mineira**, Belo Horizonte- 1999, 351p.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA - IBGE. **Levantamento Sistemático da Produção Agrícola**. *Pesquisa Agrícola Municipal*, v. 31, 2004, Brasil. Disponível em < <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/economia/pam/2004/comentario.pdf>>

ISMÁN, M. Plant essential oils for pest and disease management. **Industrial Crops and Products**, v. 19, p. 603-608, 2000.

JACOBSON, M.; CROSBY, D. **Naturally Occurring Insecticides**. New York, Marcel Dekker Inc., 1971, p. 585–588.

JANTAN, I. *et al.* Chemical composition of some citrus oils from Malaysia. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 8, n. 6, p. 627-632, 1996.

JAYAPRAKASHA, G. *et al.* Limonoids from *Citrus reticulata* and their moult inhibiting activity in mosquito *Culex quinquefasciatus* larvae. **Phytochemistry**, Elmsford, v. 44, n. 5, p. 843-846, 1997.

JAYASEKARA, T. *et al.* Effect of volatile constituents from *Securidaca longepedunculata* on insect pests of stored grain. **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 31, p. 303-313, 2005.

JIA, L. *et al.* Analysis of constituents of essential oils from fresh and dried pericarp of *Citrus sinensis* by gc-ms. **Zhongguo Zhongyao Zazhi**, v. 32, n. 6, p. 506-508, 2007.

JIN-JUN, W. *et al.* Toxic effects of six plant oils alone and in combination with controlled atmosphere on *Liposcelis bostrychophila* (Psocoptera: Liposcelididae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 94, n. 5, p. 1296-1301, 2001.

KABIR, K.; CHAPMAN, R. Operational and biological factors influencing responses of spider mites (Acari: Tetranychidae) to propagite by using the petri dish-potter tower method. **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 90, p. 272-277, 1997.

KARAWYA, M.; HIFNAWY, M. Leaf essential oils of bitter orange and bergamot growing in Egypt. **American Perfumer and Cosmetics**, Oak Park, v. 85, n. 11, p. 29-32, 1970.

KARAWYA, M.; HIFNAWY, M. Leaf essential oils of three different varieties of *Citrus reticulata* Blanco growing in Egypt. **Perfumer and Flavorist**, Wheaton, v. 4, n. 2, p. 27-30, 1979.

KEKELIDZE, N.; DZHANIKASHVILI, M.; KUTATELADZE, V. Essential oil of the leaves of *Citrus limon* Burm var Novogruzinsk. **Khimiya Prirodnikh Soedinenii**, v. 6, p. 803-4, 1981.

KIM, S. *et al.* Insecticidal activities of aromatic plant extract and essential oils against *Sitophilus oryzae* and *Callosobruchus chinensis*. **Journal of Products Research**, Oxford, v. 39, p. 293-303, 2003.

KIM, S. *et al.* Acaricidal activity of plant essential oils against *Dermanyssus gallinae* (Acari: Dermanyssidae). **Veterinary Parasitology**, v. 120, p. 297-304, 2004.

KIRBASLAR, G.; KIRBASLAR, S. Composition of cold- pressed bitter orange peel oil from Turkey. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 15, n. 1, p. 6-9, 2003.

KIRBASLAR, G.; KIRBASLAR, S. Composition of Turkish bitter orange and lemon leaf oils. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 16, n. 2, p. 105-108, 2004.

KIRBASLAR, G.; KIRBASLAR, S. Composition of Turkish mandarin and bergamot leaf oils. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v.18, n. 3, p. 318-327, May/June, 2006.

KIRBASLAR, G.; KIRBASLAR, S.; BOZ, I. Composition of Turkish lemon and grapefruit peel oils. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 18, n. 5, p. 525-543, 2006.

KOBAISY, M. *et al.* Phytotoxic and fungitoxic activities of the essential oil of kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) leaves and its composition. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, p. 3768-3771, 2001.

KOGAN, M.; GOEDEN, R. A photometric technique for quantitative evaluation of feeding preferences of phytophagous insects. **Annals of the Entomological Society of America**, Callige Park, 1970.

KONEMAN, E. *et al.* **Diagnóstico Microbiológico** – Texto e Atlas Colorido, 5ª Ed. MEDSI, São Paulo – Brasil, 2001.

KORDALI, S. *et al.* Determination of the chemical composition and antioxidant activity of the essential oil of *Artemisia dracunculus* and of the antifungal and antibacterial activities of Turkish *Artemisia absinthium*, *A. dracunculus*, *Artemisia santonicum*, and *Artemisia spicigera* essential oils. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, p. 9452-9458, 2005.

KUATE, J. *et al.* Effect of essential oils from citrus varieties on in vitro growth and sporulation of *Phaeoramularia angolensis* causing citrus leaf and fruit spot disease. **European Journal of Plant Pathology**, v. 114, p. 151–161, 2006.

KUMAR, U. *et al.* Volatile constituents of the distilled leaf and peel oils of *Citrus limon* Burm cv. Pant Lemon-1. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 4, n. 6, p. 643-4, 1992.

KUSUNOSE, H.; SAWAMURA, M. Aroma constituents of some sour citrus oils. **Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi**, v. 27, n. 10, p. 517-21, 1980.

LAENCINA, J. *et al.* Kaolin PLOT columns in the analysis of *Citrus limon* essential oils. **Anales de Bromatologia**, Madri, v. 37, n. 2, p. 315-26, 1986.

LAMIRI, A. *et al.* Insecticidal effects of essential oils against Hessian fly, *Mayetiola destructor* (Say). **Field Crop Research**, v. 71, n. 1, p. 9–15, 2001.

LEE, S. *et al.* Fumigant activity of essential oils and components of *Illicium verum* and *Schizonepeta tenuifolia* against *Botrytis cinerea* and *Colletotrichum gloeosporioides*. **Journal of Microbiology and Biotechnology**, v.17, n. 9, p. 1568-72, 2007.

LILLY, V.; BARNETT, H. **Physiology of the fungi**. New York, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1951, 464p.

LIN, Z.; HUA, Y.; GU, Y. The chemical constituents of the essential oil from the flowers, leaves and peels of *Citrus aurantium*. **Zhiwu Xuebao**, v. 28, n. 6, p. 635-40, 1986.

LOPES, D. *et al.* Influence of Vacuum Distillation Parameters on the Chemical Compositions of a Five-Fold Sweet Orange Oil ( *Citrus sinensis* Osbeck). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 15, p. 408-411, 2003.

LOTA, M. *et al.* Volatile Components of Peel and Leaf Oils of Lemon and Lime Species. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 50, n. 4, p. 796-805, 2002.

LOTA, M. *et al.* Chemical variability of peel and leaf essential oils of mandarins from *Citrus reticulata* Blanco. **Biochemical Systematics and Ecology**, Oxford, v. 28, n. 1, p. 61-78, 1999.

MAHALWAL, V.; ALI, M. Volatile constituents of the fruits peels of *Citrus lemon* (Linn) Burm.f. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 6, n. 1, p. 31-35, 2003.

MAHALWAL, V.; ALI, M. Volatile constituents of the fruit peels of *Citrus reticulata* Blanco. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 4, n. 2, p. 45-49, 2001.

MALHOTRA, S. *et al.* Chemical constituents of Citrus cultivars. **Indian Perfumer**, v. 48, n. 2, p. 157-160, 2004.

MALHOTRA, S. *et al.* Seasonal variation in volatile contents of *Citrus sinensis*. **Indian Perfumer**, v.51, n. 3, p. 35-36, 2007.

MARTINS, J.; MOREIRA, L.; CHUDZIK, J. Controle do ácaro rajado *Tetranychus urticae* (Koch, 1836) (Acari: Tetranychidae) através de formulações ED e CE, na cultura do algodão. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, Jaboticabal, v. 19, p. 43-49, 1990.

MATOS JR. DIRCEU *et al.* **CITROS: principais informações e recomendações de cultivo**, versão eletrônica do Boletim Técnico 200 (IAC). 2005.

MC AUSLANE, H.; ALBORN, H. Systemic Induction of Terpenoid Aldehydes in Cotton Pigment Glands by Feeding of Larval *Spodoptera exigua*. **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 23, n. 12, p. 2861- 2879, 1997.

MELENDRERAS, F. *et al.* Effect of rootstock on the essential oil of Verna lemon fruits. **Agrochimica**, Pisa, v. 30, n. 4, p. 311-24, 1986.

MELENDRERAS, F. *et al.* Essential oils in lemon blossom (*Citrus limon* L. Burm. f.). **Agrochimica**, Pisa, v. 30, n. 4, p. 277-88, 1986.

MELENDRERAS, F. *et al.* Leaf essential oils from lemon tree cultivars (*Citrus limon* L. Burm. f.). **Anales de Edafologia y Agrobiologia**, Madri, v. 43, n. 7, p. 1161-80, 1984.

MENEZES, M.; ASSIS, S. **Guia pratico para fungos fitopatogênicos**. 2<sup>a</sup>.ed. Recife. UFRPE, 2004. 183p.

MERLE, H. *et al.* Taxonomical contribution of essential oils in mandarins cultivars. **Biochemical Systematics and Ecology**, Oxford, v. 32, n. 5, p. 491-497, 2004.

MI-JIN, S.; DONG-RO, C.; YOUNG-JOO, A. Vapor phase toxicity of plant essential oil to *Cedra cautella* (Lepidoptera: Pyralidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 99, n. 2, p. 593-598, 2006.

MILHAU, G. *et al.* In vitro antimicrobial activity of eight essential oils. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 9, p. 329-333, 1997.

MINH TU, N. *et al.* Volatile constituents of Vietnamese pummelo, orange, tangerine and lime peel oils. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 17, n. 3, p. 169-174, 2002.

MITIKU, S.; UKEDA, H.; SAWAMURA, M. Enantiomeric distribution of  $\alpha$ -pinene,  $\beta$ -pinene, sabinene and limonene in various citrus essential oils. **Food Flavors and Chemistry**, v. 274, p. 216-231, 2001.

MITIKU, S. *et al.* Volatile components of peel cold-pressed oils of two cultivars of sweet orange (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) from Ethiopia. **Flavour and Fragrance Journal**, Chischester, v. 15, n. 4, p. 240-244, 2000.

MOHAMED, M.; ABDELGALEIL, S. Chemical composition and insecticidal potential of essential oils from Egyptian plants against *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). **Applied Entomology and Zoology**, v. 43, n. 4, p. 599-607, 2008.

MOHAMED, A. *et al.* An improved microwave Clevenger apparatus for distillation of essential oils from orange peel. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 1112, n. 1, p. 121-126, 2006.

MOHAMED, T. Chemical constituents and antioxidant activity of *Citrus paradisi* (star-ruby red grapefruit) and *Citrus sinensis* (blood sweet orange) Egyptian cultivars. **Asian Journal of Chemistry**, v.16, n. 3, p. 1753- 1764, 2004.

MONAJEMI, R. *et al.* Cytotoxic effects of essential oils of some Iranian Citrus peels. **Iranian Journal of Pharmaceutical Research**, v. 4, n. 3, p. 183-187, 2005.

MORAVVEJ, G.; ABBAR, S. Fumigant toxicity of Citrus oils against cowpea seed beetle *Callosobruchus maculatus* (F.)(Coleoptera: Bruchidae). **Pakistan Journal of Biological Science**, v. 11, n. 1, p. 48-54, 2008.

MOSADDEGH, M. *et al.* Composition of the volatile oils of the *Citrus bigaradia*, *Citrus limon* and *Citrus deliciosa*. **Faslnamah-i Giyahan-i Daruyi**, v. 3, n. 11, p. 25-30, 2004.

MURRAY, P. **Microbiologia médica**, Rio de Janeiro, Editora Guanabara Koogan S.A., RJ, 2000, 604p.

MURRAY, B. Botanical, Insecticides, Deterrents, and Repellents in Modern Agriculture and An Increasingly Regulated World. **Annual. Review of Entomology**, Palo Alto, v. 51, p. 45-66, 2006.

NAKAHARA, K. *et al.* Insect growth inhibitory and antifungal activities of natural volatile compounds from aromatic plants. **JIRCAS Working Report**, v. 45, p. 117-124, 2006.

NARONG, C.; WEERAPOL, J. Acaricidal activity of peel oil of *Citrus* spp. On *Boophilus microplus*. **Kaseisart Journal**, v. 30, p. 112-117, 1996.

NICKAVAR, B.; MOJAB, F. Volatile constituents of the dried fruit of *Citrus aurantifolia* from Iran. **Journal Medicinal and Aromatic Plant Science**, v. 25, n. 2, p. 400-401, 2003.

NJOROGE, S. *et al.* Essential oil constituents of three varieties of Kenyan sweet oranges (*Citrus sinensis*). **Flavour and Fragrance Journal.**, Chischester, v. 20, n. 1, p. 80-85, 2005.

NJOROGE, S. *et al.* Volatile constituents of Mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) peel oil from Burundi. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 18, 2006.

- NOZZOLILLO, C. *et al.* **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 23, p. 995, 1997.
- ODERINDE, R. Evaluation of the properties of the oils of citrus fruit wastes. **Rivista Italiana delle Sostanze Grasse**, Milano, 65, n. 7, p. 501-4, 1988.
- OJEDA, D. *et al.* Volatile fraction composition of Venezuelan sweet orange essential oil (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck). **Ciencia**, Maracaibo, Venezuela, v. 11, n. 1, p. 55-60, 2003.
- OLAIFA, J.; WILSON, O.; AKINGBOHUNGBE, A. Insecticidal activity of some nigerian plants. **Insect Science and its Application**, v. 8, n. 2, p. 221-224, 1987.
- OLIVEIRA, C. Ácaros do mamoeiro. In: Simpósio brasileiro sobre a cultura do mamoeiro, 2. 1988, Jaboticabal. **Anais Jaboticabal**: FCAV-UNESP, 428p.
- OLIVEIRA, C.; CALCAGNOLO, G. Ação do ácaro rajado *Tetranychus urticae* (Koch, 1836) na depreciação quantitativa da produção algodoeira. **O Biológico**, v. 41, p. 307-327, 1975.
- OSHAGHI, M. *et al.* Repellent effect of extracts and essential oils of *Citrus limon* (Rutacea) and *Melissa officinalis* (Labiatae) against main malaria vector, *Anopheles stephensi* (Diptera: Culicidae). **Iranian Journal of Public Health**, v. 32, n. 4, p. 47-52, 2003.
- OSMAN, A.; YOUNES, M.; ATA, F. Chemical examination of local plants.I. Constituents of the peels of Egyptian orange (*Citrus sinensis*). **Journal of Chemistry of the United Arab Republic**, v.13, n. 3, p. 337-45, 1970.
- PAPACHRISTOS, D.; STAMOPOULOS, D. Repellent, toxic and reproduction inhibitory effects of essential oil vapours on *Acanthoscelides obtectus* (Say). **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 38, p. 117-128, 2002.
- PARK, I. *et al.* Toxicity of plant essential oil and their components against *Lycoriella ingenua* (Diptera: Sciaridae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 101, n. 1, p. 139-144, 2008.
- PAVELA, R. Insecticidal activity of some essential oils against larvae of *Spodoptera littoralis*. **Fitoterapia**, Milano, v. 76, p. 691-696, 2005.

PAWAR, V.; THAKER, V. In vitro efficacy of 75 essential oils against *Aspergillus niger*. **Mycoses**, v. 49, n. 4, p. 316-323, 2006.

PEREZ, C.; PAULI, M.; BARZEQUE, P. An antibiotic assay by the agar – well diffusion method. **Arch. Biol. Med. Exp.** Santiago, v. 15, p. 113-115, 1990.

PEREZ, Z.; TAPANES, R. Analysis of the terpene and sesquiterpene hydrocarbon fractions of the centrifuged lime (*Citrus aurantifolia*) essential oil produced in Cuba. **Revista CENIC, Ciencias Fisicas**, v. 5, n. 1, p. 1-11, 1974.

PINO, J.; ROSADO, A. Comparative investigation of the distilled lime oils (*Citrus aurantifolia* Swingle and *Citrus latifolia* Tanaka) from Cuba. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 13, n. 3, p. 179-180, 2001.

PINO, J.; ROSADO, A. Composition of cold- pressed bitter orange peel oil from Cuba. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 12, n. 6, p. 675-676, 2000.

PIN, Y.; YAJUN, M.; SHUIQING, Z. Adulticidal activity of five essential oils against *Culex pipiens quinquefasciatus*. **Journal Pacific Science**, v. 30, n. 20, p. 84-89, 2005.

PLOETZ, R. Mango Diseases Caused by Fungi: Antracnose. **Compendium of Tropical Fruit Diseases**. St. Paul, Minnesota – USA, APS Press., p. 35-36, 1994.

PONTES, W. *et al.* Chemical composition and acaricidal activity of the leaf and fruit essential oils of *Protium heptaphyllum* L. (Burseraceae). **Acta Amazonica**, Manaus, v. 37, p. 103-110, 2007a.

PONTES, W. *et al.* Composition and acaricidal activity of the resins essential oil of *Protium bahianum* Daly Against two spotted spider mite (*Tetranychus urticae*). **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 19, p. 379-383, 2007b.

PONTES, W. *et al.* Atividade acaricida dos óleos essenciais de folhas e frutos de *Xylopia sericea* sobre o ácaro rajado (*Tetranychus urticae* Koch). **Química Nova**, São Paulo, v. 30, p. 838-841, 2007c.



PRABUSEENIVASAN, S.; JAYAKUMAR, M.; NACIMUTHU, S. In vitro antibacterial activity of some plant essential oils. **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v. 6, p. 39, Nov., 2006.

PRATES, H. *et al.* Insecticidal activity of monoterpenes against *Rhyzopertha dominica* (F.) and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 34, n. 4, p. 241-249, 1998.

QUINTERO, A. *et al.* Constituents and biological activity of *Citrus aurantium amara* L. Essential oil. **Acta Horticulturae**, Wageningen, p. 115-117, 2003.

RAJENDRAN, S.; SRIRANJINI, V. Plant products as fumigants for stored-product insect control. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 44, p. 126-135, 2008.

RAMESH, Y. *et al.* Flavour quality of dehydrated lime (*Citrus aurantifolia*). **Food Chemistry**, London, v. 85, n. 1, p. 59-62, 2003.

REGNAULT-ROGER, C. *et al.* Insecticidal effect of essential oils from mediterranean plants upon *Acanthoscelides obtectus* Say (Coleoptera, Bruchidae), a pest of Kidney Bean (*Phaseolus vulgaris* L.). **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 19, n. 6, 1993.

ROJAS, E.; SCORZA, J. The use of lemon essential oil as a sandfly repellent. **Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine & Hygiene**, v. 85, p. 803, 1991.

RAO, G.; SHARMA, S.; SINGH, P. Fungitoxic and insect repellent efficacy of limonene against sugarcane pests. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 3, n. 3, p. 157-163, 2000.

ROMAN, P. Insecticidal activity of some essential oils against larvae of *Spodoptera littoralis*. **Fitoterapia**, Milano, v. 76, p. 691-696, 2005.

RONDEAU, P. *et al.* Volatile constituents of petitgrain essential oils of three Citrus species from Reunion. **Journal of Nature**, v. 15, n. 1, p. 89-95, 2003.

ROSELAYNE, F. *et al.* Atividade larvicida de óleos essenciais contra *Aedes aegypti* L. (Diptera: Culicidae). **Neotropical Entomology**, v. 34, n. 5, p. 843-847, 2005.

ROY, B.; SASAKI, M.; GOTO, M. Extraction of citrus oil from peel slurry of Japanese citrus fruits with supercritical carbon dioxide. **Journal of Applied Sciences**, v. 5, n. 8, p. 1350-1354, 2005.

RUBERTO, G. *et al.* Essential Oil of Two New Pigmented Citrus Hybrids, *Citrus clementina* x *Citrus sinensis*. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 45, p. 467-471, 1997.

SAWAMURA, M. *et al.* Characteristic odor components of *Citrus reticulata* Blanco (ponkan) cold-pressed oil. **Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry**, v. 68, n. 8, p. 1690-1697, 2004.

SAWAMURA, M. Volatile components of essential oils of the *Citrus* genus. **In Recent Research and Development in Agricultural and Food Chemistry**, v. 4, p. 131, 2000.

SCHELZ, Z.; MOLNAR, J.; HOHMANN, J. Antimicrobial and antiplasmid activities of essential oils. **Fitoterapia**, Milano. v. 77, n. 4, p. 279-285, 2006.

SELVARAJ, Y. *et al.* Ethylene- and acetylene-induced degreening on the composition of kagzi lime (*Citrus aurantifolia* Swingle) peel oil. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 16, n. 6, p. 523-525, 2004.

SERRA, I. ***Colletotrichum gloeosporioides* agente de antracnose em cajueiro e mangueira: Eficiência de métodos morfofisiológicos e moleculares na diferenciação e identificação específica de isolados.** 2006. Tese (Doutorado em Fitopatologia) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife.

SHALABY, A. *et al.* Insecticidal properties of Citrus oils against *Culex pipiens* and *Musca domestica*. **Journal of the Egyptian Society of Parasitology**, v. 28, n. 2, p. 595-606, 1998.

SHARMA, N.; TRIPATHI, A. Effects of *Citrus sinensis* (L.) Osbeck epicarp essential oil on growth and morphogenesis of *Aspergillus niger* (L.) Van Tieghem. **Microbiological Research**, v. 163, p. 337-344, 2008.

SHARMA, N.; TRIPATHI, A. Fungitoxicity of the essential oil of *Citrus sinensis* on post-harvest pathogens. **World Journal of Microbiology and Biotechnology**, Oxford, v. 22, n. 6, p. 587-593, 2006.

SHIVASHANKARA, K.; ROY, T.; RAO, V. A study of volatile composition of Indian "Kagzi" lime (*Citrus aurantifolia* Swingle) peel by SPME, during ripening. **Indian Perfumer**, v. 46, n. 4, p. 315-319, 2002.

SILVERSTEIN, R.; BASSLER, G.; MORRIL, T. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. 5ª Ed. Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1094, 387p.

SIMÃO, S. **Tratado de Fruticultura**. São Paulo, FAPESP CITROS, 1998, p.433-435.

SINGH, G. *et al.* Chemical and fungitoxic investigations on the essential oil of *Citrus sinensis*. **Zeitschrift fuer Pflanzenkrankheitenund Pflanzenschutz**, v. 100, n. 1, p. 69 -74, 1993.

SINGH, G. *et al.* Studies on essential oils, part 29: Insecticidal activity of some volatile oils and monoterpenoids against white termite (*Odontotermes obesus* Rhamb). **Sugar Cane International**, (Nov), p. 18 -22, 2001.

SISKOS, E.; KONSTANTOPOULOU, M.; MAZOMENOS, B. Insecticidal activity of *Citrus aurantium* peel extract against *Bactrocera oleae* and *Ceratitis capitata* adults (Diptera: tephritidae). **Journal of Applied Entomology**, v.133, n. 2, p. 108-116, 2008.

SISKOS, E. *et al.* Insecticidal activity of *Citrus aurantium*, fruit, leaf and shoot extracts against adult olive fruit flies (Diptera: tephritidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 100, n. 4, p. 1215-1220, 2007.

SMADJA, J. *et al.* Volatile constituents of five Citrus Petitgrain essential oils from Reunion. **Flavour and Fragrance Journal**, Chischester, v. 20, n. 4, p. 399-402, 2005.

SONG, H. *et al.* Volatile profiles in cold-pressed peel oil from Korean and Japanese Shiranui (*Citrus unshiu* Marcov.) (*C. sinensis* Osbeck) (*C. reticulata* Blanco). **Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry**, v. 70, n. 3, p. 737-739, 2006.

SOUZA FILHO, M. *et al.* Suscetibilidade do ácaro-rajado proveniente de Pilar do Sul, SP, a diversos acaricidas. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 29, n. 8, p. 1187-1192, 1994.

STANGARLIN, J. **Plantas medicinais e controle alternativo de fitopatógenos**. *Biociência & Desenvolvimento*, n. 11, 1999, p. 16-21.

STARK, J.; BANKEN, J. Importance of population structure at the time of toxicant exposure. **Ecotoxicology and Environmental**, v. 42, p. 282-287, 1999.

STARK, J. *et al.* Reproductive potential: its influence on the susceptibility of a species to pesticides. **Ecotoxicology and Environmental**, v. 37, p. 273-279, 1997.

STASHENKO, E. *et al.* Changes in chemical composition of catalytically hydrogenated orange oil (*Citrus sinensis*). **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 752, n. 1, p. 217-222, 1996.

STUMPF, N.; NAUEN, R. Cross resistance, inheritance, and biochemistry of mitochondrial electron transport inhibitor-acaricide resistance in *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 94, p. 1577-1583, 2001.

STUMPF, N. *et al.* Resistance to organophosphates and biochemical genotyping of acetylcholinesterases in *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae). **Pesticide Biochemistry and Physiology**, v. 69, p. 131-142, 2001.

SU,S.; YE, B. **Modern Medical Entomology**. Beijing, High Education Press, 1996, p. 213–233.

SUDESH, J.; AMIN, C. ; RAM, S. Evaluation of some plant products against *Trogoderma granarium* everts in stored maize and their effects on nutritional composition and organoleptic characteristics of kernels. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 41, p. 1644-1648, 1993.

SUGISAWA, H. *et al.* Comparison of volatile components in peel oil from four species of navel orange. **Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi**, v. 36, n. 6, p. 455-62, 1989.

SUN, O. *et al.* Antifungal Activity of Five Plant Essential Oils as Fumigant Against Postharvest and Soilborne Plant Pathogenic Fungi. **Journal of Plant Pathology**, v. 23, n. 2, p. 97-102, 2007.

SYLVESTRE M. *et al.* Essential oil analysis and anticancer activity of leaf essential oil of *Croton flavens* L. from Guadeloupe. **Journal of Ethnopharmacology**, Lausanne, v. 103, p. 99-102, 2006.

TAPANES, R.; PEREZ, Z.; FANGHAAENEL, E. Analysis of the terpene fraction of the distilled essential oil from the lime (*Citrus aurantifolia*) produced in Cuba. **Revista CENIC, Ciencias Fisicas**, v. 3, n. 1, p. 99-110, 1971.

TAUFIQ-YAP, Y. *et al.* Chemical variability and some biological activities of leaf essential oils from five species of Malaysian Citrus. **Oriental Journal of Chemistry**, v. 17, n. 3, p. 387-390, 2001.

THALER, J. *et al.* Exogenous jasmonates simulate insect wounding in tomato plants (*Lycopersicon esculentum*) in the laboratory and field. **Journal of Chemical Ecology**, New York, v. 22, p. 1767-1781, 1996.

TRABOULSI, A. *et al.* Repellency and toxicity of aromatic plant extracts against the mosquito *Culex pipiens molestus* (Diptera: Culicidae). **Pest Management Science**, Sussex, v. 61, n. 6, p. 597-604, 2005.

TROZZI, A.; VERZERA, A.; STAGNO D'ALCONTRES, S. Constituents of the cold-pressed oil of faustrime, a trigeneric hybrid of *Microcitrus australasica*, *Fortunella* sp e *Citrus aurantifolia*. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 5, n. 1, p. 97-100, 1993.

TROZZI, A.; VERZERA, A.; LAMONICA, G. Essential oil composition of *Citrus sinensis* (L.) Osbeck cv. Maltese. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 11, n. 4, p. 482-488, 1999.

TUMANE, P. *et al.* Antibacterial activity of *citrus limon* fruit juice against clinical isolates of human pathogens. **Asian Journal of Microbiology, Biotechnology & Environmental Sciences**, v. 9, n. 1, p. 129-132, 2007.

TUZCU, O.; NEUBELLER, J.; BUCHLOH, G. Essential oil contents in the rinds of Eastern Mediterranean sour oranges (*Citrus aurantium* L.). **Tarim ve Ormancilik**, v. 9, n. 1, p. 34-9, 1985.

VAN DE BRAAK S.; LEIJTEN, G. Essential Oils and Oleoresins: A Survey in the Netherlands and other Major Markets in the European Union. **CBI, Centre for the Promotion of Imports from Developing Countries**, Rotterdam, p. 116, 1999.

VAN DEN DOOL, E.; KRATZ, P. A Generalization of the Retention Index System Including Linear Temperature Programmed Gas-Liquid Partition Chromatography. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 11, p. 463, 1963.

VARMA, J.; DUBEY, N. Insecticidal and insect repellent activity of some essential oils against *Tribolium castaneum*. **National Academy of Science Letters**, v. 20, n. 11, 1997.

VASECHKO, G. *et al.* Insecticidal properties of some components of essential oils. **Geologiya, Geofizika, Khimiya ta Biologiya**, v. 32, n. 3, p. 275-278, 1970.

VEKIARI, S. *et al.* Composition and Seasonal Variation of the Essential Oil from Leaves and Peel of a Cretan Lemon Variety. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 50, n. 1, p. 147-153, 2002.

VENKATESHWARLU, G.; SELVARAJ, Y. Changes in the peel oil composition of Kagzi lime (*Citrus aurantifolia* Swingle) during ripening. **Journal of Essential Oil Research**, Carol Stream, v. 12, n. 1, p. 50-52, 2000.

VILELA, E. **Produtos Naturais no Manejo de Pragas**. Anais. Jaguariúna: Embrapa/CNPDA, 1990. p.15-18.

VIUDA-MARTOS, M. *et al.* A. Antifungal activity of lemon (*Citrus lemon* L.), mandarin (*Citrus reticulata* L.), grapefruit (*Citrus paradisi* L.) and orange (*Citrus sinensis* L.) essential oils. **Food Control**, Guildford, v. 19, p. 1130–1138, 2008.

WEN, M. *et al.* Chemical components of the essential oil from leaves of the *Citrus limon* (L.) Burm. F. **Tianran Chanwu Yanjiu Yu Kaifa**, v. 1, n. 2, p. 18-22, 1989.

WILLIAMSON, E.; PRIESTLEY, C.; BURGESS, L. An investigation and comparison of the bioactivity of selected essential oils on human lice and house dust mites. **Fitoterapia**, Milano, v. 78, p. 521-525, 2007.

WOLBERT, A.; MORRISON, M.; CHISHOLM, M. Identification of Major Odorants in *Citrus reticulata* Blanco cv. Murcott (Honey Tangerine) Juice and Oil Using Gas Chromatography-Olfactometry (GC-O). **Abstracts, 32nd Northeast Regional Meeting of the American Chemical**

**Society**, October 31-November 3, 2004.

WON, I. *et al.* Toxicity of plant essential oils to *Trialeurodes vaporariorum* (Homoptera: Aleyrodidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 96, n. 5, p. 1479-1484, 2003.

WOR-SIK, C. *et al.* Fumigant toxicities of essential oils and monoterpenes against *Lycoriella mali* adults. **Crop. Protection**, Guildford, v. 25, p. 398-401, 2006.

XU, Y. Oil of lemon (cold pressed), Mexican type (*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle), obtained by mechanical means. **Xiangliao Xiangjing Huazhuangpin**, v. 3, p. 39-42, 2005.

YANEZ, R.; LUGO, M.; PARADA, P. Study of the essential oil of the sweet orange peel of *Citrus sinensis*, variety Valenciana grown in Labateca (North of Santander, Columbia). **Bistua**, v. 5, n. 1, p. 3-8, 2007.

YANG, X. *et al.* Host plant-induced changes in detoxification enzymes and susceptibility to pesticides in the twospotted mite (Acari:Tetranychidae). **Journal of Economic Entomology**, Lanham, v. 94, p. 381-387, 2001.

YAYLI, N. *et al.* Composition and antimicrobial activity of essential oil from *Centaurea sessilis* and *Centaurea armena*. **Phytochemistry**, Elmsford, v. 66, p. 1741-1745, 2005.

ZENNER L *et al.* In vitro effect of essential oils from *Cinnamomum aromaticum*, *Citrus limon* and *Allium sativum* on two intestinal flagellates of poultry, *Tetratrichomonas gallinarum* and *Histomonas meleagridis*. **Parasite**, Paris, v. 10, n. 2, p. 153-7, 2003.

ZHIBIAO, Y. *et al.* In vitro antioxidant and antimicrobial activities of the extract of Pericarpium *Citri Reticulatae* of a new Citrus cultivar and its main flavonoids. **LWT- Food Science and Technology**, v. 41, n. 4, p. 597-603, 2008.

ZUBKOFF, P. Natural products as biopesticides: Botanical oils. **Biopesticides and Pollution Prevention. Abstracts of Papers, 229<sup>th</sup> ACS National Meeting**, San Diego, 2005.