

INSTITUTO FEDERAL
GOIANO
Câmpus Rio Verde

BACHARELADO EM AGRONOMIA

**ALELOPATIA DO ÓLEO ESSENCIAL DE LARANJA-
KINKAN (*Fortunella margarita* (Lour.) Swingle) NA GERMINAÇÃO
DE GIRASSOL (*Helianthus annuus* L.) E CEVADA (*Hordeum vulgare*
L.)**

BARBARA MENDES CAVALHEIRO

Rio Verde-GO
2024

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO–CAMPUS RIO VERDE**

BACHARELADO EM AGRONOMIA

**ALELOPATIA DO ÓLEO ESSENCIAL DE LARANJA-
KINKAN (*Fortunella margarita* (Lour.) Swingle) NA GERMINAÇÃO
DE GIRASSOL (*Helianthus annuus* L.) E CEVADA (*Hordeum vulgare*
L.)**

BARBARA MENDES CAVALHEIRO

Trabalho de Curso apresentado ao Instituto Federal
Goiano – Câmpus Rio Verde, como requisito parcial
para a obtenção do Grau de Bacharel em Agronomia.

Orientador: Prof. Dr. Anísio Correa da Rocha.

Rio Verde – GO

2024

Sistema desenvolvido pelo ICMC/USP
Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema Integrado de Bibliotecas - Instituto Federal Goiano

C229a CAVALHEIRO, BARBARA
ALELOPATIA DO ÓLEO ESSENCIAL DE LARANJA-KINKAN
(Fortunella margarita (Lour.) Swingle) NA GERMINAÇÃO
DE GIRASSOL (Helianthus annuus L.) E CEVADA (Hordeum
vulgare L.) / BARBARA CAVALHEIRO; orientador ANÍSIO
CORREA DA ROCHA. -- Rio Verde, 2024.
39 p.

TCC (Graduação em Engenharia Agrônômica) --
Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde, 2024.

1. gênero Fortunella. 2. alelopatia. 3. girassol.
I. CORREA DA ROCHA, ANÍSIO, orient. II. Título.

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR PRODUÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DO IF GOIANO

Com base no disposto na Lei Federal nº 9.610, de 19 de fevereiro de 1998, AUTORIZO o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano a disponibilizar gratuitamente o documento em formato digital no Repositório Institucional do IF Goiano (RIIF Goiano), sem ressarcimento de direitos autorais, conforme permissão assinada abaixo, para fins de leitura, download e impressão, a título de divulgação da produção técnico-científica no IF Goiano.

IDENTIFICAÇÃO DA PRODUÇÃO TÉCNICO-CIENTÍFICA

- Tese (doutorado) Artigo científico
 Dissertação (mestrado) Capítulo de livro
 Monografia (especialização) Livro
 TCC (graduação) Trabalho apresentado em evento

Produto técnico e educacional - Tipo:

Nome completo do autor:

Barbara Mendes Cavalheiro

Matrícula:

2021.1022.0024.0547

Título do trabalho:

ALELOPATIA DO ÓLEO ESSENCIAL DE LARANJA-KINKAN (Fortulella margarita (Lour.) Single NA GERMINAÇÃO DE GIRASSOL (Helianthus annuus L.) e CEVADA (Hordeum vulgare L.)"

RESTRIÇÕES DE ACESSO AO DOCUMENTO

Documento confidencial: Não Sim, justifique:

Informe a data que poderá ser disponibilizado no RIIF Goiano:

O documento está sujeito a registro de patente? Sim Não

O documento pode vir a ser publicado como livro? Sim Não

DECLARAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO NÃO-EXCLUSIVA

O(a) referido(a) autor(a) declara:

- Que o documento é seu trabalho original, detém os direitos autorais da produção técnico-científica e não infringe os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade;
- Que obteve autorização de quaisquer materiais incluídos no documento do qual não detém os direitos de autoria, para conceder ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano os direitos requeridos e que este material cujos direitos autorais são de terceiros, estão claramente identificados e reconhecidos no texto ou conteúdo do documento entregue;
- Que cumpriu quaisquer obrigações exigidas por contrato ou acordo, caso o documento entregue seja baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano.

Documento assinado digitalmente
 **BARBARA MENDES CAVALHEIRO**
Data: 10/05/2024 11:26:56-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Rio Verde

Local

Data

Assinatura do autor e/ou detentor dos direitos autorais

Ciente e de acordo:

Assinatura do(a) orientador(a)

Documento assinado digitalmente



ANISIO CORREA DA ROCHA
Data: 09/05/2024 07:48:49-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO

Ata nº 24/2024 - GGRAD-RV/DE-RV/CMPRV/IFGOIANO

ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CURSO

Ao(s) 23 dia(s) do mês de abril de 2024, às 15 horas, reuniu-se a banca examinadora composta pelos docentes: Anísio Correa da Rocha (orientador), Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho (membro), Matheus Vinicius Abadia Ventura (membro), para examinar o Trabalho de Curso intitulado “ALELOPATIA DO ÓLEO ESSENCIAL DE LARANJA-KINKAN (*Fortulella margarita* (Lour.) Swingle NA GERMINAÇÃO DE GIRASSOL (*Heleanthes annuus* L.) e CEVADA (*hordeum vulgare* L.)” da estudante Barbara Mendes Cavaleiro, Matrícula nº 2021.1022.0024.0547 do Curso de Bacharelado em Agronomia do IF Goiano – Campus Rio Verde. A palavra foi concedida ao(a) estudante para a apresentação oral do TC, houve arguição da candidata pelos membros da banca examinadora. Após tal etapa, a banca examinadora decidiu pela APROVAÇÃO da estudante. Ao final da sessão pública de defesa foi lavrada a presente ata que segue assinada pelos membros da Banca Examinadora.

(Assinado Eletronicamente)

Anísio Correa da Rocha

Orientador

Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho

Membro

(Assinado Eletronicamente)

Matheus Vinicius Abadia Ventura

Membro

Observação: () O(a) estudante não compareceu à defesa do TC

Documento assinado eletronicamente por:

- Matheus Vinicius Abadia Ventura, 2022102344060002 - Discente, em 29/04/2024 13:54:41.
- Anisio Correa da Rocha, PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO, em 29/04/2024 13:49:08.

Este documento foi emitido pelo SUAP em 29/04/2024. Para comprovar sua autenticidade, faça a leitura do QRCode ao lado ou acesse <https://suap.ifgoiano.edu.br/autenticar-documento/> e forneça os dados abaixo:

Código Verificador: 596710
Código de Autenticação: 8253956c47



INSTITUTO FEDERAL GOIANO

Campus Rio Verde

Rodovia Sul Goiana, Km 01, Zona Rural, 01, Zona Rural, RIO VERDE / GO, CEP 75901-970

(64) 3624-1000

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha sincera gratidão ao meu marido Pedro Soares Palmeira Filho, que esteve ao meu lado durante toda essa jornada repleta de desafios sendo meu alicerce, minha âncora e minha fonte de proteção inabalável. Expresso minha profunda gratidão ao meu orientador, Anísio Correa da Rocha, que se tornou um grande amigo ao longo desse processo. À minha querida amiga, Lois Natie, cuja amizade não apenas começou nesta jornada, mas que sei que continuará ao meu lado mesmo além destas páginas acadêmicas. Agradeço também a todos que, de alguma forma, contribuíram para o meu caminho até aqui, seja por meio de palavras de apoio, gestos de incentivo ou simplesmente estando presentes nos momentos desafiadores.

RESUMO

CAVALHEIRO, Barbara Mendes. **Alelopatia do óleo essencial de laranja-kinkan (*Fortunella margarita* (Lour.) Swingle) na germinação de girassol (*Helianthus annuus* L.) e cevada (*Hordeum vulgare* L.).** 2024. 40 p. Monografia (Curso de Bacharelado de Agronomia). Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – Campus Rio Verde, Rio Verde-GO, 2024.

Fortunella margarita (Lour.) Swingle) conhecida por ‘laranja Kin-Kan’ é uma espécie cítrica cultivada na América do Sul com excelente adaptação a diferentes climas, em especial, tropical. Os frutos de *F. margarita* apresentam espetacular teor de óleo essencial. Esse estudo teve por objetivo, avaliar a ação alelopática do óleo essencial de frutos maduros de *F. margarita* em diferentes concentrações sobre duas grandes culturas, girassol (*Helianthus annuus* L.) e cevada (*Hordeum vulgare* L.) *in vitro*. Frutos maduros de *F. margarita* foram coletados em um pomar em Rio Verde, Goiás, Brasil em janeiro de 2024. A casca dos frutos foi retirada e triturada para obtenção do óleo essencial por Clevenger. O teor de óleo essencial obtido foi expresso em porcentagem (%). Para o perfil químico, foi utilizada cromatografia gasosa com espectrometria de massas sequencial (CG-EM). Para o ensaio alelopático, foram produzidas concentrações variadas de óleo essencial. A ação alelopática foi realizada em caixas de germinação de acrílico e mantidas em câmara de vegetação do tipo DBO Os resultados foram expressos em porcentagem de germinação $\mu\text{L mL}^{-1}$. O comprimento da radícula foi determinado utilizando paquímetro digital e expresso em centímetros (cm). Foram obtidos sete compostos voláteis majoritários (D-Limoneno 22%, γ -Felandreno 12%, γ -Pineno 11%, Germacreno D 9%, Bicclosexquifelandreno 8%, Trans-Arbuscoleno e γ -Guaieno ambos com 5%). O óleo essencial demonstrou forte atividade alelopática sobre as taxas de germinação para girassol em especial para as concentrações de 12,5-100 $\mu\text{L mL}^{-1}$, com a taxa de germinação variando entre 54,40% e 12,80%, respectivamente. Sementes de cevada apresentaram resistência e taxa superiores a 50% em maior concentração (100 $\mu\text{L mL}^{-1}$). O comprimento da radícula também apresentou diferença significativa ($P < 0,05$) em todas as concentrações de óleo essencial. Novamente, o girassol foi fortemente afetado apresentando médias de raízes primárias entre 0,98 e 0,11 cm e entre 2,77 e 0,11 cm para cevada. O óleo essencial dos frutos maduros de *F. margarita* apresenta ação alelopática sobre a germinação e efeito tóxico no desenvolvimento de raízes primárias em sementes de girassol e cevada.

Palavras-chave: gênero *Fortunella*, alelopatia, girassol, D-limoneno, efeitos biológicos, atraso na germinação.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	12
2.1	<i>Fortunella margarita</i>	12
2.2	Óleo Essencial	13
2.3	Compostos voláteis de óleos cítricos	15
2.4	Cultura de Girassol	16
2.5	Cultura de Cevada	17
2.6	Alelopatia e Aleloquímicos	18
3	MATERIAL E MÉTODOS	21
3.1	Reagentes químicos e equipamentos	21
3.2	Coleta e identificação de plantas	21
3.3	Extração e rendimento de óleo essencial	21
3.4	Perfil químico	22
3.5	Cultivares de girassol e cevada	22
3.6	Atividade alelopática	22
3.7	Análise estatística	23
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
5	CONCLUSÃO	30
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	30

1. INTRODUÇÃO

Os vegetais são fábricas naturais de metabólitos especiais com diversas atividades biológicas, dentre eles, temos o efeito alelopático. O uso de produtos químicos com grande número de moléculas sintéticas para controle de ervas daninhas é utilizado anualmente em lavouras de todo o mundo e não é diferente aqui nas áreas agrícolas do Brasil. Porém, diversas moléculas sintéticas têm efeito residual duradouro no solo e podem ser lixiviadas para áreas florestais, influenciando negativamente na germinação e desenvolvimento de plantas nativas e até mesmo em corpos d'água (Mathiassen et al., 2021; Ganghi et al., 2021).

Com isso, diversos estudos estão sendo realizados na tentativa de desenvolver um composto alelopático natural capaz de atuar como herbicida, principalmente sobre espécies de plantas daninhas que causam grandes danos a agricultores e pecuaristas em todo o mundo (Bitencourt et al., 2021). Alelopátia é um processo químico onde as plantas liberam naturalmente no ambiente compostos provenientes de seu metabolismo especial com a função de fornecer, inibir e também proporcionar a função de deslocamento no estabelecimento ou desenvolvimento de outras plantas em seu habitat (Barrales Cureño et al., 2022). O potencial alelopático de algumas espécies vegetais apresenta resultados encorajadores no controle da germinação, desenvolvimento e padrões de plantas defeituosas ou mesmo na inibição de outras espécies vegetais. Esse controle tem sido utilizado em favor do desenvolvimento agrícola na produção de grandes e pequenas culturas, onde o objetivo é controlar ervas daninhas capazes de prejudicar o estabelecimento de culturas para produção de alimentos para humanos e animais (Azirak; Karaman, 2008; Chu e outros, 2014).

De acordo com Barrales-Cureño et al. (2022), a alelopátia é um fenômeno existente em uma planta doadora que libera substâncias químicas no meio ambiente por uma determinada rota (por exemplo, lixiviação, decomposição de resíduos, entre outras), capaz de causar um efeito sinérgico ou antagônico na fisiologia da germinação, desenvolvimento vegetativo ou reprodutivo quando incorporado por uma planta receptora. No estudo dos efeitos causados pelas substâncias alelopáticas, temos dois tipos: a ecrisodinamia, (influência de metabólitos de organismos autotróficos), e a saprocrinodinamia (influência de metabólitos produzidos por organismos saprófitos).

A maioria dos compostos alelopáticos liberados pelas plantas são considerados metabólitos “secundários” produzidos por vias metabólicas primárias (Hadacek, 2002). Dependendo de sua ação fitotóxica, concentração, persistência e destino no ambiente em que são liberados, podem apresentar atividade alelopática (Inderjit, 2003). Segundo Inderjit & Olofsson (2002), o efeito alelopático produzido por um determinado vegetal é causado pela

ação conjunta de vários aleloquímicos, e não pela ação de apenas um único composto.

Vários estudos foram publicados mostrando a ação alelopática produzida pelo óleo essencial (OE), que é um dos produtos do metabolismo especial de diversos grupos de plantas (Chu et al., 2014; Kong et al., 2021; Zheljazkov et al., 2014; Kong et al., 2021; Zheljazkov et al., 2021). Os óleos essenciais possuem uma constituição química muito rica em compostos oxigenados, hidrocarbonetos e fenilpropanóides com faixa de massa molecular volátil (Oliveira et al., 2021). A localização da produção e secreção do OE varia muito, de acordo com cada família botânica. Assim, o OE pode ocorrer em tricomas glandulares, folhas, flores, raízes, resinas e cascas de frutos, esta última especialmente em citros (*Fortunella margarita*) (Figura 1). Os óleos essenciais de origem vegetal não são apenas valorizados pelo seu valor nutricional, mas também pelas suas propriedades funcionais e técnicas. Além disso devido à presença de compostos bioativos com ação antidiabética, antioxidante, antiinflamatório, analgésico, alelopatia e outras propriedades, a qualidade desses óleos essenciais de frutas é potencializada (Lakache et al., 2022; Soni et al., 2022).



Figura 1. *F. margarita* em frutificação (A) e (B) frutos maduros. Fonte: Autores, 2024.

Fortunella spp. pertence ao gênero *Citrus* e à família *Rutaceae*. As plantas *Fortunella*, incluindo *F. japonica*, *F. bawangica*, *F. margarita*, são frequentemente cultivadas na parte sul da China, Japão, Filipinas, Marrocos, Corfu e Córsega. No Brasil, a *F. margarita* é conhecida como ‘laranja kin-kan’, onde se adaptou bem a diversos climas, principalmente o tropical. Na culinária, a *F. margarita* é utilizada em doces, sucos e consumida naturalmente. A casca da fruta verde ou madura produz alto teor de OE. A análise química dos OEs de *F. margarita* revelou que o composto dominante era o D-limoneno (84,2-96,3%), seguido pelo mirceno (1,3-12,9%) e germacreno D (0,3-2,4%) (Fitsiou et al., 2016; Sutour et al., 2016; Mitropoulou et al.,

2022).

Estudos com a família Rutaceae demonstram resultados positivos com ação alelopática. Anaya et al. (2005) estudaram o efeito aleloquímico em *Stauranthus perforatus* da família Ruaceae, onde verificaram atividade alelopática em espécies de plantas daninhas. Ainda faltam estudos com *F. margarita* a respeito do efeito alelopático promovido pelo OE dos frutos. Nesse sentido, é possível extrair três características importantes do efeito alelopático: 1) a liberação no meio ambiente de um composto encarregado de transmitir um efeito, 2) sua absorção pelo organismo receptor e 3) um efeito no crescimento. Portanto, este estudo teve como objetivo avaliar o óleo essencial de *Fortunella margarita* quanto ao seu perfil químico e seu efeito alelopático em diferentes concentrações na germinação de sementes de girassol (*Helianthus annuus* L.) e cevada (*Hordeum vulgare* L.) *in vitro*.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 *Fortunella margarita*

As espécies cítricas do gênero *Citrus* e os *kunquats* possuem origem no continente asiático, em especial do sudoeste onde são nativas nas regiões da China e Índia, com ramos filogenéticos que se estendem do centro da China ao Japão, e do leste da Índia a Nova Guiné, Austrália e África Tropical (Donadio et al., 2005; Diniz; Oliveira, 2015), de onde irradiaram para todos os outros continentes, com princípios agroindustriais com expressiva produção de frutos principalmente para a indústria de sucos e doces (Menezes Filho; Castro, 2019).

Os citros pertencem a família Rutaceae, subfamília Aurantioideae e tem como gêneros de interesse econômico *Citrus*, *Poncirus* e *Fortunella*. Onde o primeiro gênero abrange a laranja (*Citrus sinensis* L.) Osbeck, a tangerina (*Citrus reticulata* Blanco), lima ácida (*Citrus latifolia* Tanaka), limão (*Citrus limon* L. Burn) e o pomelo (*Citrus paradisi* Macf). Sobressaem dos outros gêneros o trifoliata (*Poncirus trioliata* X.) como porta-enxerto e ‘kunquant ou kin-kan’ (*Fortunella* spp.) como planta ornamental e comestível (Souza et al., 2017).

Fortunella margarita, é uma espécie vegetal parente próximo de *Citrus*, de porte arbóreo, perene, frutífera e de pequeno tamanho. Popularmente é chamada de ‘kin-kan, kinkan, xinxim ou laranja de ouro’, onde floresce na primavera e verão e seus frutos aparecem principalmente no outono. É uma planta que pode ser cultivada para fins ornamentais em jardins e interiores e de interesse culinário e medicinal (Diniz; Oliveira, 2021).

Fortunella margarita apesar de pertencer ao gênero *Fortunella*, possui algumas

características de frutas cítricas, como aroma e sabor e composição química volátil sendo o D-Limoneno, o principal constituinte do OE extraído do epicarpo dos frutos e das folhas. No entanto, difere, pois contém menor quantidade de gomos e epicarpo mais fácil de digestão. Os frutos podem ser consumidos *in natura*, com exceção das sementes; o epicarpo dos frutos é macio, doce e tem aroma típico devido a presença de flavonoides e terpenóides. Pode ser usada na fabricação de caldas, molhos e compotas, adicionada a salada de frutas, preservadas inteiras por desidratação, em xaropes de açúcar, sorvetes ou usada como decoração (Kawaii et al., 1999; Schirra et al., 2008; Çakmakçı et al., 2016).

Quanto aos constituintes vitamínicos, *F. margarita* é rica em vitamina C, em nutrientes como Cálcio (Ca) e Potássio (K) e o óleo essencial apresenta forte ação antioxidante em diversos modelos químicos, em especial nas espécies reativas de oxigênio (EROs) (Davis; Fraga, 2015). *Fortunella* (folhas e frutos), são também utilizados na medicina popular chinesa onde diversos trabalhos apresentam potenciais atividades biológicas na promoção da saúde e recuperação de enfermos (Sadek et al., 2009).

2.2 Óleo Essencial

Óleos essenciais (OEs) são misturas complexas de compostos orgânicos voláteis na forma de metabólitos especiais ‘secundário’ de inúmeros grupos vegetais podendo conter entre 20-60 compostos em diferentes concentrações (León-Méndez et al., 2019). São particularmente extraídos por arraste a vapor, hidrolatos, esmagamento e por fluído supercrítico. O óleo essencial é muitas das vezes compostos principalmente por monoterpenos, sesquiterpenos e de fenilpropanóides, com número variado de cadeias carbônicas apresentando ou não Hidrogênio ou Oxigênio em sua composição, apresentando diferentes grupos funcionais como alcanos, álcoois, aldeídos, cetonas, ésteres e ácidos (Bizzo et al., 2009; Neiro et al., 2010).

São considerados voláteis, pois os OEs a temperatura ambiente volatilizam com muita facilidade. Os OEs são muitas das vezes extraídos de sementes, raízes, folhas, galhos, casca de frutos, flores e sementes. Os OEs desempenham papel fundamental na proteção de plantas com ação antibacteriana, antiviral, antifúngica, inseticida e contra herbívoros, reduzindo o apetite por esses vegetais (Bakkali et al., 2008).

Os OEs são também responsáveis pelo cheiro característico das plantas onde utilizam desse artifício para atrair insetos favorecendo a dispersão de pólen e sementes, ou repelir outros indesejáveis. São conhecidos mais de 3.000 EOs e 10% deles têm importância comercial nas indústrias de cosmética, alimentícia, farmacêutica e agrícola (Sacchetti et al., 2005). Portanto, são geralmente reconhecidos como seguros pela FDA (*Food and Drug Administration*). A sua

composição pode variar consideravelmente entre espécies de plantas e variedades aromáticas e dentro da mesma variedade de diferentes áreas geográficas (León-Méndez et al., 2019).

Existe um grande mercado nacional e internacional para OEs principalmente extraídos de rosas, eucalipto, canela, gengibre e laranja. Os OEs são utilizados na produção de perfumes, cosméticos, alimentos e como adjuvantes em medicamentos e recentemente na produção de bioherbicidas para o controle de plantas e ervas daninhas.

Alguns compostos isolados de OEs são comercializados em larga escala, em especial para o D-Limoneno, Citral, Citronelal, Engenol, Mentol e Safrol (Craveiro; Queiroz, 1993; Silva-Santos et al., 2006). Atualmente são comercializados de forma internacional 18 principais OEs (Tabela 1).

Tabela 1. Os 18 principais óleos essenciais no mercado nacional e internacional.

Óleo essencial	Espécie vegetal
Laranja	<i>Citrus sinensis</i> (L.) Osbeck
Menta japonesa	<i>Mentha arvensis</i> L. f. <i>piperascens</i> Malinv. ex Holmes
Eucalipto (Cineol)	<i>Eucalyptus globulus</i> Labill., <i>E. polybractea</i> R. T. Baker e <i>Eucalyptus</i> spp.
Citronela	<i>Cymbopogon winterianus</i> Jowitt e <i>C. nardus</i> (L.) Rendle
Hortelã-pimenta	<i>Mentha x piperita</i> L.
Limão	<i>Citrus limon</i> (L.) N. L. Burm.
Eucalipto (Citronela)	<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook.
Cravo-da-Índia	<i>Syzygium aromaticum</i> L. e L. M. Perry
Cedro	<i>Juniperus virginiana</i> L. e <i>J. ashei</i>
Lima destilada	<i>Citrus aurantifolia</i> (Christm. & Panz.) Swingle
Spearmint	<i>Mentha spicata</i> L.
Cedro	<i>Chamaecyparis funebris</i> (Endl.) Franco
Lavandim	<i>Lavandula intermedia</i> Emeric ex Loisel
Sassafrás	<i>Cinnamomum micranthum</i> (Hayata) Hayata
Cânfora	<i>Cinnamomum camphora</i> (L.) J. Presl.
Coentro	<i>Coriandrum sativum</i> L.
Grapefruit	<i>Citrus paradisi</i> Macfady
Patchouli	<i>Pogostemon cablin</i> (Blanco) Benth.

Fonte: Lawrance, 1993.

Diversos OEs apresentam inúmeras atividades biológicas como antioxidante, antifúngica, antibacteriana, citotóxica e bioherbicida no controle de plantas e ervas indesejáveis principalmente em áreas agricultáveis (Nascimento et al., 2007). Os terpenos isolados ou em conjunto em um OE podem ser tratados de forma semelhante, produzindo produtos que abrangem os setores de *commodities* e de produtos químicos finos no mundo, gerando todos os anos expressivas vendas que ganharam o mercado agrícola recentemente. Os EOs, oferecem acesso potencial a produtos de alto valor e baixa tonelagem (Malini et al., 2023).

Em especial, são abundantes nesses OEs o grupo dos fenilpropanóides, derivados do fenol funcionalizados que são difíceis de sintetizar, mas representam importantes substâncias químicas finas. Onde em alto potencial, apresentam alta capacidade antioxidante e na inibição de inúmeros tipos de células cancerígenas como demonstrados em estudos (Lummiss et al., 2012; Bhalla et al., 2013; Angelini et al., 2018).

2.3. Compostos voláteis de óleos cítricos

As frutas cítricas são cultivadas em todo mundo, no Brasil os cítricos foram bem adaptados aos diversos climas da região brasileira. A laranja é o principal cítrico cultivado no país e em segundo lugar, o limão. O OE nos citros pode ser extraído das folhas e do pericarpo dos frutos, sendo esse, um subproduto da indústria do suco. Os compostos voláteis do OE de laranja são utilizados principalmente na perfumaria e em cosméticos, no entanto, ganhou mercado de produtos de limpeza, balas, alimentos e na agricultura (Silva-Santos et al., 2006).

De acordo com Moraes (2009) os OEs de bergamota, limão, mandarina, tangerina e laranja estão entre as composições cítricas (blends) mais comercializadas no mundo para indústria de perfumaria, e o mercado brasileiro corresponde a 16% da participação do mercado brasileiro.

Os compostos voláteis de EOs cítricos são amplamente utilizados na obtenção de perfumes frutados naturais e como ingredientes aromatizantes em alimentos, produtos farmacêuticos e cosméticos (Othman et al., 2017). As cascas dos frutos apresentam uma alta concentração seguida das folhas de inúmeras espécies cítricas. Os compostos voláteis e semivoláteis representam entorno de 85-99% de toda a fração do OE (Sarrou et al., 2013). De acordo com González-Mas et al. (2019) hidrocarbonetos e mono e sesquiterpenos derivados são compostos mais frequentes no grupo dos cítricos, seguido de aldeídos não terpênicos C6-C12 alifáticos e olefínicos, álcoois, cetonas, ésteres e ácidos e o resíduo não volátil é compostos por flavonoides, cumarinas, diterpenóides esteróides e ácidos graxos.

A maioria dos estudos sobre a composição dos compostos voláteis e frações semivoláteis em *Citrus* ssp. mostraram dados de OEs do epicarpo (Dugo; Mondello, 2011). A extração de OEs de material vegetal cítrico (epicarpo, folhas e flores) baseia-se na destilação a vapor (Blanco Tirado et al., 1995), principalmente na hidrodestilação tipo Clevenger (Ben Hsouna et al., 2017). Recentemente, um equipamento do tipo Clevenger aprimorado, com um segundo condensador para evitar reações térmicas e consecutivamente reduzir a oxidação de alguns compostos monoterpênicos foi descrito por Chen et al. (2014).

Grupos voláteis de OEs obtidos de cascas de frutas cítricas também podem ser obtidos por extração por prensa a frio, enquanto esta técnica não deve ser aplicada para flores e folhas cítricas (Sun et al., 2014). O óleo de *Citrus aurantium* (Dugo et al., 2011), *Citrus aurantifolia* (Craske et al., 2005) e especialmente *Citrus bergamia* (Costa et al., 2010) obtidos das cascas por prensagem a frio ou solvente extração, contém furocumarinas fototóxicas do bergapteno e não pode ser usados nas indústrias farmacêutica e cosmética. Então, Belsito et al. (2007) descreveram um processo de destilação a vácuo que resultou em um OE de *C. bergamia* de alta qualidade e, portanto, apropriado para usos comerciais.

2.4 Cultura de Girassol

O girassol (*H. annuus* L.) é uma planta dicotiledônea pertencente à família Asteraceae e é uma importante grande cultura no cenário nacional e internacional, ocupando a quarta posição entre as maiores culturas agrícolas no mundo. Além disso, o girassol apresenta cultivares adaptadas a diversos ambientes onde apresentam bom estabelecimento em diferentes climas (quentes e frios), se adaptam bem ao estresse hídrico e a diversos tipos de fitopatologias (Costa et al., 2022). Apesar do alto potencial da cultura, o girassol é um componente de sistemas de produção mais diversificados e rentáveis, com cultivo que apresenta alta variabilidade de área cultivada, de uma safra para outra, nos diferentes estados brasileiros (Costa et al., 2022).

Todos os anos a pesquisa agrícola traz novos cultivares de *H. annuus* para o mercado nacional e internacional, onde essa grande variedade de genótipos apresenta divergências para diferentes áreas e climas, colocando assim, esse cultura entre uma das mais produzidas no mundo. Essa variabilidade apresenta tamanho, área foliar, parte aérea, comprimento radicular, tamanho do capítulo, resposta à adubação, resistência a pragas e doenças entre outras (Marchesini et al., 2018; Taha et al., 2018; Soares et al., 2020; Oliveira et al., 2022).

É uma cultura oleaginosa onde o óleo produzido a partir dos aquênios (sementes) é amplamente utilizado como óleo comestível, na produção de biodiesel e possui grande número de vitaminas principalmente vitamina E, e ácido linoléico (Castro et al., 2021). Além disso,

após o processo de esmagamento e extração do óleo, a torta e o farelo do girassol são usados na produção de alimentos (farinha) humana e como ração animal (Júnior et al., 2023). O girassol pode ser cultivado ao longo de todo o ano, devido a baixa sensibilidade fotoperiódica da planta, no entanto, cuidados devem ser destinados às limitações na disponibilidade de Fósforo (P) no início do ciclo vegetativo, que consecutivamente apresenta efeito negativo sobre todo o ciclo do vegetal (Grant et al., 2001).

No Brasil a área cultivada de girassol a safra de 2022/23 foi de 41 mil hectares, com produção média de 58,9 mil toneladas e produtividade de 1437 kg ha⁻¹, apresentando aumento substancial quando comparada a área cultivada da safra anterior 2021/2022 (Ferreira et al., 2023).

Além dos produtos que a cultura de girassol oferece, esse vegetal oleífero possui estudos que apresentam atividades biológicas como ação alelopática para os extratos foliar e do capítulo floral de *H. annuus* sobre a germinação, o que foi defendido por Alves et al. (2020) onde avaliaram a taxa de germinação de capim-amargoso (*Digitaria insularis*), onde verificaram que os extratos desse vegetal possui forte ação alelopática. Jatou et al. (2022) também descrevem ação alelopática do extrato aquoso de girassol como bioherbicida na cultura de trigo onde apresenta bons resultados como meio alternativo sustentável e ecologicamente correto.

2.5 Cultura de Cevada

Cevada (*H. vulgare* L.) monocotiledônea pertencente à família Poaceae apresenta raiz fasciculada, apresenta uma média entre 11-13% de proteína, e seu cultivo é realizado com a espécie *H. vulgare* sendo classificada em duas subespécies, *H. vulgare* sp. *vulgare* e *H. vulgare* sp. *spontaneum* esta última onde estão incluídas apenas cevadas selvagens (Minella, 2016; Mwando et al., 2020). As características de *H. vulgare* são do tipo planta diploide, autógama, monoica, herbácea e anual (Tunes et al., 2008; Zheljzakov et al., 2021), sendo a principal característica morfológica a inflorescência em forma de espiga (Nilan; Ullrich, 1993).

A cevada é originária da região onde está localizado o Oriente Médio, que hoje compreende parte dos territórios da Jordânia, Síria, Turquia e Irã (Stanca et al., 2016; Ullah et al., 2022). O grão de cevada, é utilizado na alimentação animal como ração, ou como pastagem, feno e silagem. No uso industrial o grão é utilizado na preparação do malte para a produção de cervejas, uísque e na produção de farinha para panificação (Agrolink, 2010).

Sua classificação pode ser feita em função da utilização, da época da semeadura e do posicionamento das sementes na espiga (Zcschoerper, 2009), sendo classificada como cervejeira

ou forrageira. Para uso na indústria de bebidas são estabelecidos padrões químicos, físicos e biológicos de qualidade visando à produção malte de alta qualidade. Já para forrageira, a cevada que não se enquadra nestes padrões de qualidade cervejeiro, é prontamente destinada para uso na alimentação animal (Rani; Bhardwaj, 2021).

A época de semeadura pode ser classificada como cevada de inverno ou de verão, sendo que no Brasil apenas a cevada de inverno é cultivada (Kunze, 1999; Zcschoerper, 2009). Além disso, a produção de cevada é amplamente distribuída em todo o mundo e é considerada o cereal mais adaptável, podendo ser produzido em locais onde outros cereais, como o milho, soja, trigo e arroz, não se desenvolvem bem (Zhou, 2010).

Devido a isso e aos seus inúmeros usos, as práticas de manejo na cultura da cevada são variáveis, sendo as práticas de produção da cevada destinada a produção de malte as mais rigorosas, devendo atender especificações de germinação, quantidade de proteínas e tamanho de grãos (Horsley; Hochhalter, 2016). Conforme Bressan (2018), da produção mundial, 65,8% é destinada para alimentação animal, 18,9% para o processamento industrial, 6,9% para sementes, 4,7% para a alimentação humana e 0,4% para outros usos.

2.6 Alelopatia e Aleloquímicos

Alelopatia é definida como a interação entre fitomoléculas produzidas pelo metabolismo especial de vegetais que são liberadas no ambiente, onde promove geralmente, efeitos deletérios no desenvolvimento de outra planta (Lessa et al., 2019). Outra definição por Pires & Oliveira (2011) é que substâncias alelopáticas, fitotoxinas, aleloquímicos ou produtos secundários, são denominações usuais dadas aos compostos químicos liberados pelos organismos no ambiente, que afetam outros componentes da comunidade vegetal.

Conforme Muller (1966) e Whittaker (1970) nos estudos de alelopatia em vegetais, a principal discussão é sobre os aleloquímicos envolvidos se eles são produtos do metabolismo celular ou se são sintetizados pelo vegetal com função específica. Visto que, EOs são produzidos pelo vegetal para promover a polinização e também com efeito na inibição de germinação e desenvolvimento de outros vegetais.

Os compostos aleloquímicos são produzidos em diversas partes de um vegetal como raízes, galhos, flores, frutos, sementes, sendo liberados por tecidos vivos ou em decomposição. Quanto aos efeitos potencialmente nocivos para outra espécie vegetal, esses aleloquímicos devem apresentar variável intensidade desse, ou de um conjunto de moléculas capazes de agir inibindo a germinação e desenvolvimento de outro vegetal (Sousa Filho, 2014; Campos et al., 2020).

De acordo com Campos et al. (2020) o efeito alelopático pode ocorrer pela ação de uma erva daninha que libera por secreção conjuntos de substâncias prejudiciais ao desenvolvimento de outros indivíduos da mesma espécie e de espécies de diferentes grupos botânicos.

Os produtores rurais todos os anos sofrem com diversos fatores bióticos e abióticos que comprometem o sucesso de suas lavouras, onde muitas das vezes a competição entre espécies agrícola e plantas daninhas dificultam ou mesmo diminuem as taxas de produção. O efeito alelopático é um dos empecilhos que tira o sono do produtor rural, onde diversas plantas daninhas apresentam em seu metabolismo especial, moléculas capazes de agir negativamente sobre a germinação da cultura de interesse agrícola (Uhlmann et al., 2018).

Aleloquímicos são um ou mais compostos químicos naturais produzidos por plantas daninhas capazes de impactar sobre a taxa de germinação, enraizamento, agem sobre a fase de estabelecimento e de reprodução nas culturas, onde muitas das vezes, produzem compostos que levam as sementes a morte onde consecutivamente causará sérios problemas de produção ao pequeno, médio e grande produtor.

Dentre as espécies de ervas daninhas conhecidas que apresentam difícil controle estão o capim-arroz (*Echinochloa crusgalli*), capim-colchão (*Digitaria horizontalis*), e capim-raposa (*Setaria faberil*) (Gonçalves et al., 2015).

Diversas espécies agrícolas também apresentam ação alelopática capazes de inibirem o desenvolvimento de plantas daninhas. O sorgo (*Sorghum bicolor*) apresenta potencial alelopático, onde um de seus compostos produzidos pelo metabolismo secundário a sorgoleona uma benzoquinona lipídica produzida na parte aérea e radicular é fitotóxica para diversas espécies de plantas (Dayan et al., 2009). O capim-azedo (*Digitaria insularis*) também possui princípios alelopáticos interferindo principalmente no desenvolvimento da cultura do milho (*Zea mays* L.) (Moreira; Mandrick, 2012). E para o capim-annoni (*Eragrostis plana*) Ferreira & Aquila (2000) encontraram ação alelopática sobre o crescimento de azevém, cornichão (*Lotus corniculatus*) e trevo-branco (*Trifolium repens*).

No estudo de Ferreira & Aquila (2000), os pesquisadores viram indícios de que a ervilhaca (*Vicia sativa*) inibe a germinação e desenvolvimento radicular em *Lactuca sativa*. Martin et al. (1990) também discutem sobre a ação alelopática de palha de azevém (*Lolium multiflorum*) inibindo o sistema radicular de milho em até 34% demonstram não ser uma opção de espécie indicada para anteceder o cultivo dessa grande cultura.

Os OEs são uma fonte essencial capaz de propor certa atividade alelopática como potente inibidor de atividades de germinação e desenvolvimento de diferentes espécies de plantas (Romagni et al., 2000; Dicke et al., 2000). Estudos anteriores e posteriores a esse,

demonstram que OEs podem interferir em diversas rotas metabólicas em sementes e em plântulas em desenvolvimento sendo assim um excelente bioherbicida (Kwak et al., 1999; Duke et al., 2002; Sousa Filho et al., 2009).

A atividade biológica de um aleloquímicos é influenciado pela concentração, bem como, do limite da resposta da espécie afetada. O limite de inibição para um composto ou grupo de compostos aleloquímicos não são constantes, no entanto, está intimamente ligado à sensibilidade da espécie receptora, aos processos metabólicos da planta e às condições ambientais (efeitos bióticos e abióticos). Além disso, An et al. (1993) consideram que um composto aleloquímicos possui dois atributos: inibitório e estimulatório. No estudo de Rice (1984), o pesquisador descreve que um composto aleloquímicos em baixa concentração pode não ser inibitório para dada espécie receptora, podendo ocorrer efeitos estimulatório em determinados casos.

Os OEs carregam ainda muitas dúvidas sobre sua ação alelopática, sobre a germinação de sementes e no desenvolvimento vegetativo ou mesmo reprodutivo de inúmeros vegetais. Pois o OE é uma mistura rica em compostos voláteis em proporções variadas, e é frequentemente desconhecido sobre como esses compostos interagem ou não entre si e promovem seus efeitos sobre outros organismos, em especial os vegetais.

Por se tratar de um produto natural capaz de sofrer alterações naturais entre a concentração dos compostos, a variação dos constituintes químicos sofrem principalmente alterações devido a processos bióticos, como sazonalidade, efeito da água, adubação, tipo de solo, radiação solar entre outros. Langenhein (1994) ressalta a importância dos teores dos constituintes químicos voláteis em OEs extraídos de plantas e relaciona essa característica à alta ou baixa ação alelopática.

O grupo dos sesquiterpenos é sim amplamente estudados em conjunto ou isolados quanto a ação bioherbicida. Nesse mesmo sentido, Komai et al. (1991) estudaram diferentes espécies de *Cyperus* e verificaram que os OEs produzidos por esse gênero botânico que espécies incluídas nesse Clado que apresentavam alta capacidade alelopática era ricamente constituídos por compostos sesquiterpênicos que continham os grupos químicos orgânicos cetona e hidroxila. Ainda nesse estudo, OEs que apresentam altos teores de grupos de compostos dos grupos acetato ou somente hidrocarbonados a ação alelopática era inferior. Nesse sentido molecular, Weidenhamer et al. (1993) discutem sobre o efeito fitotóxico dos grupos de compostos monoterpênicos hidrocarbonados e monoterpênicos oxigenados como agentes alelopáticos.

Podemos citar alguns mecanismos de liberação de aleloquímicos no ambiente como:

a) Volatilização: onde os aleloquímicos são liberados na forma volátil sendo de difícil detecção, identificação e quantificação. No entanto é possível obter frações desses produtos (óleo essencial) (Putnam, 1987).

b) Lixiviação: onde uma variedade de compostos químicos pode ser lixiviado da parte aérea dos vegetais, pela chuva ou orvalho, e carregados até o solo como ácidos orgânicos, carboidratos, substâncias pépticas, ácido giberélico, terpenóides, alcaloides e compostos fenólicos (Putnam, 1987).

c) Exsudação radicular: onde as plantas exudam pelas raízes inúmeros produtos químicos, onde alguns desses compostos apresentam ação alelopática (Almeida, 1990). Yu & Matsui (1997) demonstraram que o exsudado radicular de pepino (*Cucumis sativus*) apresenta aleloquímicos, como o ácido cinâmico, que tem por característica a inibição sobre a absorção de íons por plântulas intactas de pepino.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Reagentes químicos

Foram utilizados a solução padrão de alcano C1-C40 (Sigma-Aldrich, EUA), sulfato de sódio anidro (FMaia, Brasil), diclorometano (Hexis Científica, Brasil), dimetilsulfóxido (DMSO) (Synth, Brasil), diclorometano grau GC-MS (Merck, EUA).

3.2 Coleta e identificação de plantas

Frutos maduros (5 kg) de *F. margarita* foram coletados em janeiro de 2024 em área rural (Fazenda Antônio Menezes & Filhos) localizada no município de Rio Verde, Goiás, Brasil. A espécie foi identificada pelo PhD. Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho e uma exsicata foi depositada no Herbário do IF Goiano, Campus Rio Verde, Laboratório de Sistemática Vegetal, Departamento de Biologia com Voucher HRV: 14091.

3.3 Extração e rendimento de óleo essencial

Os frutos foram lavados em água destilada e a casca retirada com auxílio de faca de aço inoxidável. A casca (100 g) foi triturada em liquidificador com 250 mL de água destilada por 5 min. A solução foi então transferida para um balão de fundo redondo de 1 L. O óleo essencial foi extraído em sistema tipo Clevenger por 2 h. Após este tempo, o hidrolato foi recolhido e dissolvido em 30 mL de diclorometano. A solução foi homogeneizada em funil de separação e deixada em repouso por 1 min, a fase orgânica foi coletada e seca com sulfato de sódio anidro.

A fração EO obtida teve sua massa determinada em percentual (%) conforme descrito por Menezes Filho & Castro (2019). O óleo foi armazenado em frasco âmbar e mantido refrigerado a -12 °C até a análise.

3.4 Perfil químico

O perfil químico (10 µL) do OE de *F. margarita* foi determinado por cromatografia gasosa com espectrometria de massa (GC-MS) (Shimadzu GC Mod. QP 5000), coluna capilar de sílica fundida (Optima®, 5-0, 25 µm (30 mx 0,25 mm)), com espectrômetro de massa de ionização por impacto de elétrons (IE) (70 eV). O tempo de execução cromatográfica foi de 60 min. Diclorometano de grau GC-MS foi utilizado como solvente. A identificação dos compostos químicos do óleo essencial foi baseada no Índice de Kovats, utilizando uma série de n-alcenos (C-1 a C-40). A comparação do tempo de retenção foi realizada utilizando a biblioteca espectroscópica Nist 11 e a literatura Adams (2007).

3.5 Cultivares de girassol e cevada

As sementes de girassol cultivar Multissol foram adquiridas da empresa Sementes Caiçara, Brasil. Sementes de cevada cultivar KWS Irina foram coletadas em área de produção no Estado do Paraná, Brasil, safra 2022/2023.

3.6 Atividade alelopática

O OE de *F. margarita* foi diluído em dimetilsulfóxido (DMSO) nas seguintes concentrações (100; 50; 25; 12,5 e 6,25 µL mL⁻¹) e o controle negativo foi água destilada. O teste de germinação foi realizado com cinco repetições contendo 25 sementes de cada espécie (girassol e cevada), as quais foram semeadas em caixas de germinação cujo substrato foram três folhas de papel de germinação umedecidas com volume de água destilada equivalente a três vezes do volume seco da massa de papel. Logo após a semeadura de *H. annuus* e *H. vulgare*, foram distribuídos 3 mL da solução de OE em cada concentração sobre papel germitest, colocado na tampa da caixa de germinação, ou seja, na parte superior, evitando o contato direto das sementes com OE. Em seguida, as caixas de germinação foram mantidas em câmara de germinação tipo BDO com temperatura programada para 25°C e fotoperíodo de 12 h de luz, sob intensidade luminosa de 25 µmol m⁻² s⁻¹ conforme descrito por Rosado et al. (2009) adaptado.

A avaliação do potencial alelopático do óleo essencial foi realizada através da determinação da porcentagem de germinação (%) e comprimento de raiz (cm) de mudas de

girassol e cevada. A avaliação dos resultados foi realizada no primeiro dia em que as plantas iniciaram a germinação (protrusão da radícula) e esta ocorrência foi observada no segundo dia (girassol) e terceiro dia (cevada) após a sementeira. O experimento foi avaliado durante dez dias consecutivos onde foram obtidos diariamente o número de sementes germinadas (%), com emissão de radícula de no mínimo (2 mm) de comprimento.

O experimento para determinação do comprimento das radículas foi conduzido de forma semelhante à germinação. Após 48 h, foram selecionadas 60 mudas (cinco repetições de 15) com comprimento de radícula de 0,5 cm. Em seguida, essas mudas foram transferidas para Petri placas contendo as soluções de OE por tratamento e devolvidas ao BDO. Após quatro dias de incubação, foi medido o comprimento da radícula de cada plântula e os resultados médios expressos em centímetros (cm) por plântula conforme descrito por Alves et al. (2004) modificado.

3.7 Análise estatística

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, com 5 repetições, 5 tratamentos e duas culturas, utilizando DMSO como controle negativo. Os valores obtidos foram submetidos à análise de variância, teste F, e quando os efeitos dos tratamentos apresentaram diferença significativa ($P < 0,05$), as médias foram comparadas pelo teste de regressão. O programa estatístico utilizado foi o SISVAR (Ferreira, 2019).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O perfil químico dos OE de frutos maduros (Tabela 2) apresentou 27 compostos com um total de 7 compostos majoritários com (%) de área acima de 5%, com destaque para os compostos γ -Pino com 11%, D-Limoneno com 22%, γ -Felandreno com 12%, Germacreno D com 9%, Bicyclosesquifelandreno com 8% e Trans-Arbusculona e γ -Guaieno com 5% cada. Em outro estudo avaliando a composição química volátil do óleo essencial de frutos verdes e maduros de *F. margarita*. Menezes Filho & Castro (2019) identificaram um total de 33 e 35 compostos respectivamente, em relação aos compostos majoritários, nossos resultados corroboram este estudo com γ -Pino 20,19 e 11,42%, D-limoneno com 15,12 e 20,76%, γ -phellandreno com 11,81 e 12,30%, γ -guaieno com 6,14 e 5,88%, Germacreno D com 4,31 e 9,00% e Bicyclosiandrinandreno com 6,2 e 9,00% e Bicyclosiandreno.

Outros estudos demonstram resultados aproximados quanto ao perfil químico do OE de

F. margarita, Lakache et al. (2022) analisaram o perfil químico de frutos de *F. margarita* colhidos no Norte da Argélia em 2021 onde D-Limoneno apresentou resultado de 86,31% pertencente à classe dos monoterpenohidrocarbonetos e Germacreno D com 4,67% à classe dos sesquiterpenohidrocarbonetos. Ainda neste estudo, 96,79% das moléculas voláteis pertencem a compostos não oxigenados e 2,30% a compostos oxigenados. Mitropoulou et al. (2022), avaliaram frutos de *F. margarita* coletados entre janeiro e março na Ilha de Corfu, Grécia, onde na análise química o teor de D-Limoneno foi de 93,78%. Vale ressaltar que o perfil químico de uma espécie apresenta variação na constituição química dos compostos voláteis, isso se deve à região, época e época de coleta, tempo de maturação dos frutos, influência do período chuvoso, nutrição do solo e até mesmo quimiotipos dentro de uma espécie vegetal. Porém, nossos resultados corroboram a literatura para o OE de *F. margarita* (Sharifi-Rad et al., 2017; Paw et al., 2020; Chambre et al., 2020).

Tabela 2. Perfil químico por cromatografia gasosa com espectrometria de massas (GC-MS) do óleo essencial de frutos maduros de *Fortunella margarita* .

Compostos	RI*	%
α -Pinene	936	0,28
β -Pinene	981	11,64
β -Myrcene	985	1,15
D-Limoneno	1032	22,08
γ -Terpinene	1042	2,11
<i>Trans</i> -Arbusculone	1073	5,34
Humulan-1,6-dien-3-ol	1115	0,57
<i>Cis</i> -Ocimenol	1131	0,20
σ -3-Carene	1151	0,66
<i>Trans</i> - β -Ocimene	1154	0,15
α -Terpineol	1183	0,93
β -Phellandrene	1616	12,01
Isoledene	1365	2,48
α -Copaene	1371	0,03
Geranyl oleate	1377	0,35
Longifolene	1408	0,79
β -Panasinsene	1411	0,04
α -Guaiene	1430	5,80
Aromadendrene	1439	2,05
Germacrene D	1477	9,56

Epizonarene	1509	0,35
Globulol	1581	1,67
Myrtenyl angelate	1608	0,21
10- <i>Epi</i> - γ -Eudesmol	1616	2,98
γ -Muurolene	1680	3,46
Bicyclosquiphellandrene	1726	8,53
Seline-3,7(11)-diene	1792	0,84
Total (%)		96,26

Nota: IR* = Índice de Retenção Literária (Adams, 2007). FV** = Fruta Verde e FM** = Fruta Madura, em percentagem de pico de retenção.

Conforme Tabela 3 e Figura 2 (A), todos os dados de germinação foram significativos. A porcentagem de germinação clássica foi de 98% e 96% para girassol e cevada, respectivamente. Dias et al. (2022) encontraram taxa de germinação de 94%, corroborando nossos achados para a mesma cultivar Multissol. Em outros estudos, com diferentes cultivares de girassol, Rossetto et al. (2021) encontraram taxas de germinação de 98; 77 e 83% para as cultivares Catissol 01, Embrapa 122 e IAC Iaramã; e Morais et al. (2021) para a cultivar Hélio 253 taxa de germinação de 95-91 em dois lotes de sementes de girassol avaliados. Na Tabela 3 e Figura 2 (B) para cevada, Pessenti et al. (2021) encontraram taxa de germinação de 70% para a cultivar BRS Cauê. Nosso resultado para outra cultivar KWS Irina foi superior ao observado neste estudo de Pessenti e colaboradores (2021). Quanto a Ullah et al. (2022) utilizando a cultivar de cevada AJJ obtiveram taxa de germinação de 95% próxima à de nossa pesquisa.

Tabela 3. Taxa de germinação por análise de variância obtida em ensaios alelopáticos em diferentes concentrações de óleo essencial de *Fortunella margarita*

FC	Germinação (%)	FC	Germinação (%)
Girassol	316.89*	Cevada	101.44*
CV %	8.51	CV %	4.73

Nota: FC = F Calculado. *Significativo. CV% = Coeficiente de variação. Fonte: Autores, 2024.

Dados sobre ação alelopática em sementes de girassol e cevada mostraram uma tendência linear significativa à medida que a dose de OE aumentou e a taxa de germinação diminuiu (Figura 2, A e B), respectivamente ($P < 0,05$). Observou-se que as sementes de girassol demonstraram baixa tolerância à presença de OE de *F. margarita*, onde em baixas doses

as taxas de germinação caíram drasticamente de 86 (6,25 $\mu\text{L mL}^{-1}$) para 12% (100 $\mu\text{L mL}^{-1}$) quando comparado o testemunho com 100%. Para os valores de germinação da cevada é possível verificar que a cevada apresenta maior tolerância na presença do OE de *F. margarita* onde na menor dose de 6,25 $\mu\text{L mL}^{-1}$ houve uma ligeira redução na germinação de 99%. Na maior dose de 100 $\mu\text{L mL}^{-1}$ isso é facilmente observado onde houve redução de até 52% de sementes germinadas, demonstrando que esta cultivar KWS Irina é resistente ao complexo EO de moléculas voláteis ($P < 0,05$).

No estudo de Kaya et al. (2013), pesquisadores avaliaram cultivares de cevada cv. Aydanhanim, de trigo cv. Tosunbey, lentilha cv. Meyveci-2001 e girassol Sanbro MR sobre a ação alelopática das partes OE (caule e capítulo) do girassol. Quanto à taxa de germinação para dosagens de 2,5; foram obtidos valores de 5 e 10% de 99,0; 98,0 e 97,0% para haste OE e 99,0 para capítulo OE; 97,5 e 97,0% para cevada. Para o trigo, o OE do caule nas mesmas doses proporcionou taxas de germinação de 100; 99,5 e 99,6 e para capítulo 98,5%. Para lentilhas, o OE do caule proporcionou germinação de 99,0; 98,0 e 84,8%. Finalmente, caule e capítulo apresentou os seguintes resultados 92,5; 86,0 e 37,0 e 98,0; 96,0 e 96,5% para sementes de girassol. O efeito alelopático foi observado apenas no experimento utilizando sementes de girassol como modelo de teste.

Além dos compostos voláteis, os extratos vegetais também apresentam potencial efeito alelopático, isso é discutido nos estudos de Silva & Carvalho (2009) onde verificaram ação alelopática em sementes e mudas de girassol cultivar Embrapa 122, avaliando doses de extratos de *Baccharis trimera* e *Symphytum officinale*. O extrato aquoso de *S. officinale* não demonstrou atividade alelopática sobre a porcentagem de emergência de plântulas quando comparado ao controle. Quanto aos resultados de germinação, o extrato demonstrou diferença significativa com aumento no número de plântulas normais até a dosagem de 200 g L^{-1} (82%), porém, inferior ao controle com 84%. Os pesquisadores observaram que esse extrato vegetal também proporcionou estímulo ao crescimento e maior massa de palha. Para o extrato aquoso de *B. trimera*, dosagens superiores a 100 g L^{-1} mostrou um efeito estimulante da germinação *In vitro*, o extrato de *B. trimera* na dosagem de 150 g L^{-1} causou efeitos tóxicos com alto índice de plântulas anormais após o teste de germinação.

Para a taxa de germinação de sementes de cevada, Santiago et al. (2002) avaliaram a ação do extrato de *Impatiens walleriana* nas concentrações de 0,46 e 0,23 mg mL^{-1} em duas cultivares CEV 95033 e Embrapa 127 com germinação de 63,3; 46,6 e 66,6; 60,0%, respectivamente. Neste estudo é possível observar que as dosagens de *Impatiens walleriana*, o

extrato de folhas proporcionou ação promotora, aumentando assim a taxa de germinação. Neste caso, não foi observado efeito alelopático nas duas cultivares de cevada avaliadas.

Comparando nossos resultados de germinação com outras culturas, conforme descrito por Oliveira et al. (2021), onde avaliaram o OE de *Blepharocalyx salicifolius* sobre a ação alelopática em sementes de *Sorghum bicolor* onde não houve diferença significativa entre as doses e os controles positivo e negativo. Já as sementes de *Lactuca sativa* demonstraram diferença significativa entre os tratamentos com OE nas doses 5,0 e 7,5% em relação ao controle. Na maior concentração de OE 7,5% com apenas 80% de sementes germinadas. Este trabalho corrobora Oliveira et al. (2021) e Duke et al. (2002) que os OEs são possíveis bioherbicidas naturais e podem ser eficazes na inibição da germinação e desenvolvimento de ervas daninhas, como observado neste e em outros estudos aqui apresentados.

Compostos voláteis isolados com alto percentual em um OE, como o eucaliptol, têm ação na inibição da brotação de tubérculos de *Solanum tuberosum* e também estão envolvidos na inibição da síntese ou ação de giberelinas. As giberelinas estão envolvidas na regulação do crescimento, alongamento do caule, germinação, floração, brotação de folhas, frutos e senescência celular (Taiz; Zeiger, 2004; Suttle et al., 2016). O γ -Pineno, δ -Pineno, γ -Fellandreno, δ -Fellandreno, γ -3-Careno, Acetato de Bornil, Citronelal, Cânfora, 1,8-Cineol, Timol, Geraniol, Mentol, Borneol, γ -Terpineol e Terpi- O nen-4-ol também são considerados compostos tóxicos encontrados em vários OEs onde apresentam atividade alelopática, inibindo a germinação de sementes em inúmeras espécies de plantas, incluindo aquelas de interesse agrícola (Abraham et al., 2000; Zahed et al., 2010; Kennedy et al., 2010; al., 2011). Conforme observado em nossos resultados de perfil químico de OE (Tabela 2), o D-Limoneno como um dos principais compostos na casca dos frutos maduros de *F. margarita* também é relatado por Zhao et al. (2016), como inibidor do desenvolvimento celular e redutor fotossintético avaliado em algas *Chlorella vulgaris*. Outros compostos como Trans-Verbenol com 11,89%, Kaurene com 10,88%, Benzofuran com 13,65% e Calarene com 9,35% em óleo essencial de girassol (caule) demonstraram inibição da germinação em sementes de girassol.

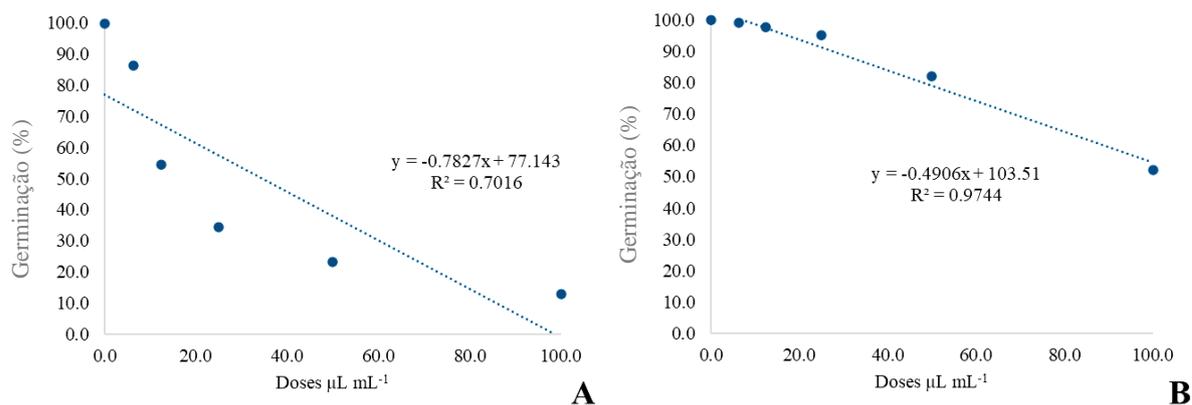


Figura 2. Porcentagem de germinação de girassol (A) e cevada (B) submetidas a diferentes concentrações de óleo essencial de *F. margarita*. Fonte: Autores, 2024.

O óleo essencial de *F. margarita* apresentou ação alelopática nas raízes primárias de girassol e cevada quando comparado com os controles. Houve diferença significativa com ($P < 0,05$) (Tabela 4). Dosagens entre 6,25 e 100 $\mu\text{L mL}^{-1}$ de óleo demonstraram redução drástica no comprimento das raízes, principalmente para o girassol com médias entre 1,0 e 0,1 cm quando comparado ao controle com 2,9 cm. Para a cevada a variação média ficou entre 2,77 e 0,12 cm em comparação ao controle com 3,40 cm (Figura 3).

Kaya et al.(2013) avaliaram a ação alelopática do óleo essencial de girassol (caule e capítulo no desenvolvimento radicular primário de cevada e girassol com resultados de 3,84; 2,61 e 2,18 e 3,49; 3,04 e 2,60 cm, e entre 6,15; 1,87 e 1,72 e 4,89; 1,85 e 1,0 cm respectivamente para doses de 2,5, 5 e 10%. Os autores apresentam como teoria sobre o efeito alelopático, os compostos majoritários voláteis dos óleos essenciais de girassol que, como discutido anteriormente, os compostos majoritários dos óleos apresentam estudos alelopáticos sobre o desenvolvimento de vegetais. Nos estudos de Yoshimura et al. (2011) pesquisadores discutem a ação do composto eucaliptol presente como principal composto isolado no OE, onde apresentou atividade no controle da proliferação e alongamento de células em plantas de tabaco, detectando sua inibição. Outro estudo que discuti sobre o alelopático, e a atividade tóxica de compostos voláteis foi desenvolvida por Sánchez-Muñoz et al. (2012) onde descobriram que o γ -cariofileno tem ação alelopática na inibição do alongamento radicular em plantas. Esses pesquisadores estudaram essa atividade avaliando esse composto volátil isolado em plantas de *Physalis ixocarpa* e *Echinochloa crus-galli* entre concentrações de 50 e 150 $\mu\text{g mL}^{-1}$.

Extratos vegetais também apresentam resultados interessantes no desenvolvimento radicular. Silva & Carvalho (2009) encontraram efeito tóxico no sistema radicular primário em

sementes de girassol Embrapa 122, utilizando extrato aquoso de *S. officinale*. Foi obtido elevado número de mudas sem raízes primárias em dosagens superiores a 100 g L⁻¹. Para a anormalidade, ausência de raízes secundárias, hipocótilo enrolado, sementes duras, mortas e dormentes, os autores não encontraram significância estatística quando comparado ao controle. O extrato de *B. trimera* na dosagem de 50 g L⁻¹ apresentou menor número de plântulas na raiz primária. Em relação ao comprimento da raiz, Oliveira et al. (2021) não observaram redução significativa do sistema radicular em *L. sativa* nas doses de OE de *B. salicifolius*, embora para *S. bicolor* o OE tenha apresentado efeito positivo com ação alelopática para comprimento da planta e sistema radicular em todas as doses 2,5 a 7,5%. É possível argumentar que os compostos do OE de *B. salicifolius* não apresentam interação positiva com potencial de reduzir o desenvolvimento radicular ao longo do processo germinativo.

Tabela 4. Comprimento da raiz por análise de variância obtida a partir de ensaios alelopáticos em diferentes concentrações de óleo essencial de *Fortunella margarita*.

FC	Root length (cm)	FC	Root length (cm)
Girassol	260.81*	Cevada	330.56*
CV %	24.44	CV %	11.51

Nota: FC = F Calculado. *Significativo. CV% = Coeficiente de variação. Fonte: Autores, 2024.

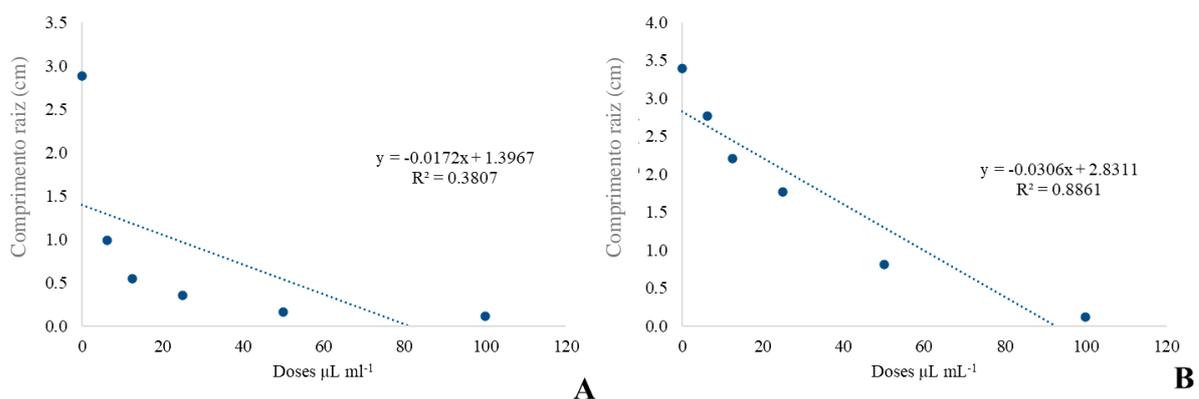


Figura 3. Parâmetro radicular (comprimento radicular) sobre o efeito alelopático do óleo essencial do fruto de *F. margarita* em (A) sementes de girassol e (B) sementes de cevada em diferentes concentrações. Fonte: Autores, 2024.

5. CONCLUSÃO

O óleo essencial dos frutos maduros de *F. margarita* apresentou rica quantidade de compostos voláteis oxigenados e hidrocarbonetos. Quanto à ação alelopática, principalmente as diferentes doses (12,5-100 $\mu\text{L mL}^{-1}$) demonstraram elevada atividade alelopática na taxa de germinação, sendo as sementes de girassol altamente suscetíveis à ação dos compostos voláteis do óleo. O mesmo é observado para o comprimento da radícula onde o óleo essencial de *F. margarita* demonstrou ser tóxico com efeito inibitório na propagação celular da raiz primária.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABRAHIM, D., BRAGUINI, W. L., KELMER-BRACHT, A., & ISHII-IWAMOTO, E. L. (2000). Effects of four monoterpenes on germination, primary root growth, and mitochondrial respiration of maize. *Journal of Chemical Ecology*, 26, 611-624.
- Agrolink. (2010). Cereais de Inverno – Cevada. Disponível em: <<https://www.agrolink.com.br/cereaisdeinverno/InformacoesTecnicasCevada.aspx> Acesso em 10 abr. 2024.
- ALMEIDA, F. S. (1990). Alelopatia: a defesa das plantas. *Ciência Hoje*, 11, 38-54.
- ALVES, L. S., BARBOSA, C. S., RAPOSO, V. C. A., MAUAD, M., & SANTOS, A. M. (2020). Potencial alelopático de folhas e capítulos de girassol sobre a germinação de *Digitaria insularis*. *Revista Multidisciplinar de Educação e Meio Ambiente*, 1(1), 1.
- ALVES, M. C. S., FILHO, S. M., INNECCO, R., & TORRES, S. B. (2004). Alelopatia de extratos voláteis na germinação de sementes e no comprimento da raiz de alface. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 39(11), 1083-1086.
- AMJAD, R., MUBEEN, B., ALI, S. S., IMAM, S. S., ALSHEHRI, S., GHONEIM, M. M., ALZAREA, S. I., RASOOL, R., ULLAH, I., NADEEM, M. S., & KASMI, I. (2021). Green synthesis and characterization of copper nanoparticles using *Fortunella margarita* leaves. *Polymers*, 13, 4364.
- AN, M., JOHNSON, I. R., & LOVETTE, J. V. (1993). Mathematical modeling of allelopathy: biological response to allelochemical and its interpretation. *Journal of Chemical Ecology*, 19(10), 2379-2389.
- ANAYA, A. L., MACÍAS-RUBALCAVA, M., CRUZ-ORTEGA, R., GARCÍA-SANTANA, C., SÁNCHEZ-MONTEERRUBIO, P. N., HERNÁNDEZ-BAUTISTA, B. E., & MATA, R. (2005). Allelochemicals from *Stauranthus perforatus*, a rutaceous tree of the Yucatan Peninsula, Mexico. *Phytochemistry*, 66(4), 487-494.
- ANGELINI, P., TIRILLINI, B., AKHTAR, M. S., DIMITRIU, L., BRICHI, E., BERTUZZI, G., & VENANZONI, R. (2018). Essential oil with anticancer activity: An overview. In: *Anticancer Plants: Natural Products and Biotechnological Implements*, Chapter, 207-231 p.

- AZIRAK, S., & KARAMAN, S. (2008). Allelopathic effect of some essential oils and components on germination of weed species. *Acta Agriculturae Scandinavica, Section B – Soil & Plant Science*, 58(1), 88-92.
- BAKKALI, F., AVERBECK, S., AVERBECK, D., & IDAOMAR, M. (2008). Biological effects of essential oils. A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446-475.
- BARRALES-CUREÑO, H. J., HERRERA-CABRERA, B. E., MONTIEL-MONTOYA, J., LÓPEZ-VALDEZ, L. G., SLGADO-GARCIGLIA, R., OCAÑO-HIGUERA, V. M., SÁNCHEZ-HERRERA, L. M., LUCHO-CONSTANTINO, G. G., & ZARAGOZA-MARTÍNEZ, F. (2022). Metabolomics studies of allelopathy: a review. *Revista Colombiana de Ciencias Químico-Farmacéuticas*, 51(1), 243-274.
- BELSITO, E. L., CARBONE, C., DI GIOIA, M. L., LEGGIO, A., LIGUORI, A., & PERRI, F. (2007). Comparison of the volatile constituents in cold-pressed bergamot oil and a volatile oil isolated by vacuum distillation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(19), 7847-7851.
- BEN HSOUNA, A., BEN HALIMA, N., SMAOUI, S., & HAMDI, N. (2017). Citrus lemon essential oil: chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities with its preservative effect against *Listeria monocytogenes* inoculated in minced beef meat. *Lipids in Health and Disease*, 16, 146.
- BHALLA, Y., GUPTA, V. K., & JAITAK, V. (2013). Anticancer activity of essential oils: a review. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(15), 3643-3653.
- BITENCOURT, G. A., GONÇALVES, C. C. M., ROSA, A. G., ZANELLA, D. F. P., & MATIAS, R. (2021). Fitoquímica e alelopatia de Aroeira-vermelha (*Schinus terebinthifolius* Raddi) na germinação de sementes. *Ensaio e Ciência*, 25(1), 02-08.
- BIZZO, H. R., HOVELL, A. M. C., & REZENDE, C. M. (2009). Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. *Química Nova*, 32(3), 588-594.
- BLANCO TIRADO, C., STASHENKO, E. E., COMBARIZA, M. Y., & MARTINEZ, J. R. (1995). Comparative study of Colombian citrus oils by high-resolution gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 697, 501-513.
- BRESSAN, P. T. (2018). Qualidade das sementes de cevada em função da maturidade fisiológica: parâmetro fisiológico e expressão gênica diferencial de enzimas associadas à germinação. Dissertação de Mestrado em Agronomia, pela Universidade Estadual de Ponta Grossa, Paraná, Brasil, 72 f.
- ÇAKMAKÇI, S., TOPDAŞ, E. F., ÇAKIR, Y., & KALIN, P. (2016). Functionality of kumquat (*Fortunella margarita*) in the production of fruity ice cream. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96(5), 1451-1458.
- CAMPOS, T. S., SOUSA, A. G. V., JÚNIOR, J. S. R., SOUSA, W. S., BENETT, C. G. S., & ARRUDA, N. (2020). Allelopathic effect of *Sorghum bicolor* and *Digitaria insularis* on germination and initial development of canola. *Revista de Agricultura Neotropical*, 7(4), 65-72.

- CASTRO, V. R., FURTADO, M. C. S., BERMÚDEZ, V. M. S., SILVA, E. F., & NASCIMENTO, V. L. V. (2021). Avaliação da qualidade oleoquímica das sementes de gergelim (*Sesamum indicum*) e girassol (*Helianthus annuus*). *Research, Society and Development*, 10(7), e3510716226.
- CHAMBRE, D. R., MOISA, C., LUPITU, A., COPOLOVICI, L., POP, G., & COPOLOVICI, D-M. (2020). Chemical composition, antioxidant capacity, and thermal behavior of *Satureja hortensis* essential oil. *Scientific Reports*, 10.
- CHEN, Y., WU, J., XU, Y., FU, M., & XIAO, G. (2014). Effect of second cooling on the chemical components of essential oils from orange peel (*Citrus sinensis*). *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 62, 8786-8790.
- CHU, C., MORTIMER, P. E., WANG, H., WANG, Y., LIU, X., & YU, S. (2014). Allelopathic effects of Eucalyptus on native and introduced tree species. *Forest Ecology and Management*, 323, 79-84.
- COSTA, R. P., PEREIRA, C. E., KIKUTI, A. L. P., & KIKUTI, H. (2022). Monoamônio fosfato revestido com polímero na cultura do girassol. *Scientia Plena*, 18(7), 1-6.
- COSTA, R., DUGO, P., NAVARRA, M., RAYMO, V., DUGO, G., & MONDELLO, L. (2010). Study on the chemical composition variability of some processed bergamot (*Citrus bergamia*) essential oil. *Flavour Fragrance Journal*, 25(1), 4-12.
- CRASKE, J. D., SURYADI, N., & WOOTON, M. (2005). 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*, 85(3), 522-525.
- CRAVEIRO, A. A., & QUEIROZ, D. C. (1993). Óleos essenciais e química fina. *Química Nova*, 16(3), 224-228.
- DAVIS, M., & FRAGA, O. (2015). A pequenina laranjinha kinkan. *Revista Casa e Jardim*.
- DAYAN, F. E., HOWELL, J., & WEIDENHAMER, J. D. (2009). Dynamic root exudation of sorgoleone and its in plant mechanism of action. *Journal of Experimental Botany*, 60(7), 2107-2117.
- DIAS, G. M. G., FERREIRA, D. G. B., ANJOS, D. C., MENDES, I. P. B., & GUIMARÃES, M. A. (2022). Silicon accumulation in bioenergetic sunflower germination. *Scientia Agraria Paranaensis*, 21(2), 151-157.
- DINIZ, A. B., & OLIVEIRA, D. R. (2015). Composição química da laranja kinkan e de frutas cítricas. *Demetria*, 10(4), 835-844.
- DONADIO, L. C., MOURÃO-FILHO, F. A. A., & MOREIRA, C. S. (2005). Centros de origem, distribuição geográfica das plantas cítricas e histórico na citricultura no Brasil. *Citros*, 2-18.

- DUGO, G., BONACCORSI, I., SCIARRONE, D., COSTA, R., DUGO, P., & MONDELLO, L. (2011). Characterization of oils from the fruits, leaves and flowers of the bitter orange tree. *Journal of Essential Oil Research*, 23(2), 45-59.
- FAROOQ, M., JABRAN, K., CHEENA, Z. A., WAHID, A., & SIDDIQUE, K. H. M. (2011). The role of allelopathy in agricultural pest management. *Pest Management Science*, 67, 494-506.
- FERREIRA, A. G., & AQUILA, M. E. A. (2000). Alelopatia: uma área emergente da ecofisiologia. *Revista Brasileira de Fisiologia Vegetal*, 175-204.
- FERREIRA, B. G. C., KIKUTI, H., KIKUTI, A. L. P., & PEREIRA, C. E. (2023). Desempenho agrônômico de variedades de girassol em função de populações de plantas. *Revista de Ciências Agroveterinárias*, 22(3), 378-384.
- FERREIRA, D. F. (2019). SISVAR: A computer analysis system to fixed effects split plot type designs. *Brazilian Journal of Biometrics*, 37(4), 529-535.
- FITSIOU, E., MITROPOULOU, G., SPYRIDOPOULOU, K., TIPIRI-KOURPETI, A., VAMVAKIAS, M., BARDOUKI, H., PANAYIOTIDIS, M. I., GALANIS, A., KOURKOUTAS, Y., CHLICHLIA, K., & PAPPA, A. (2016). Phytochemical profile and evaluation of the biological activities of essential oils derived from the Greek aromatic plant species *Ocimum basilicum*, *Mentha spicata*, *Pimpinella anisum* and *Fortunella margarita*. *Molecules*, 21(8), 1069.
- GANGHI, K., KHAN, S., PATRIKAR, M., MARKAD, A., KUMAR, N., CHOUDHARI, A., SAGAR, P., & INDURKAR, S. (2021). Exposure risk and environmental impacts of glyphosate: Highlights on the toxicity of herbicide co-formulants. *Environment Challenges*, 4, 100149.
- GONÇALVES, A. L. Z., TONET, A. P., & STOFELL, A. V. S. (2015). Potencial alelopático das plantas daninhas sobre o desenvolvimento de plântulas de soja (*Glycine max* L.). *Revista Eletrônica da Faculdade de Ciências Exatas e da Terra Produção/Construção e Tecnologia*, 4(7), 52-59.
- GONZÁLEZ-MAS, M. C., RAMBLA, J. L., LÓPEZ-GRESA, M. P., BLÁZQUEZ, M. A., & GRANELL, A. Volatile compounds in Citrus essential oils: A comprehensive review. *Frontiers in Plant Science*, 10, 12.
- GRANT, C. A., PLATEN, D. N., TOMAZIEWICZ, D. J., & SHEPPARD, S. C. (2001). A importância do fósforo no desenvolvimento inicial da planta. *Informações Agrônomicas*, 95(5), 1-5.
- HADDACEK, F. (2002). Secondary metabolites as plant traits: current assessment and future perspectives. *Critical Review in Plant Sciences*, 21, 273-322.
- HELM, C. V., & FRANCISCO, A. (2004). Chemical characterization of brazilian hullless barley varieties, flour fraction, and protein concentration. *Scientia Agricola*, 61(6), 593-597.

- HORSLEY, R. D., & HOCHHALTER, M. (2016). Barley: Agronomy. In: Encyclopedia of Food Grains, Second Edition. USA.
- INDERJIT, D. (2003). Ecophysiological aspects of allelopathy. *Planta*, 217, 529-539.
- INDERJIT, S. J. C., & OLOFSDOTTER, M. (2002). Joint action of phenolic acid mixtures and its significance in allelopathy research. *Physiologia plantarum*, 114, 422-428.
- JATOI, M. T., AHMED, S. R., LAHORI, A. H., SYDORENKO, V., AFZAL, A., KANDHRO, M. N., JANVERI, S. H., JATIO, H. B., JATOI, Z. A., PANHWAR, S. A., & PRUSKYI, A. (2022). Allelopathic effects of sunflower water extract integrated with affinity herbicide on weed control and wheat yield. *Ecological Questions*, 33(4), 51-59.
- JÚNIOR, C. H., SILVA, A. K., LEÃO, E. U., MARTINS, A. L. L., ADORIAN, G. C., & SILVA, R. Z. (2023). Influência de extratos vegetais na germinação, vigor e sanidade de sementes de girassol. *Revista Agri-Environmental Sciences*, 9, e023038, 1-9.
- KAWAII, S., TOMONO, Y., KATASE, E., OGAWA, K., & YANO, M. (1999). Quantitation of flavonoid constituents in Citrus fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(9), 3565-3571.
- KAYA, M. D., OZCAN, F., DAY, S., BAYRAMIN, S., AKDOĞAN, G., & IPEK, A. (2013). Allelopathic role of essential oils in sunflower stubble on germination and seedling growth of the subsequent crop. *International Journal of Agriculture & Biology*, 15, 337-341.
- KENNEDY, J. E., DAVÉ, P. C., HARBIN, L. N., & SETZER, W. N. (2011). Allelopathic potential of *Sassafras albidum* and *Pinus taeda* essential oil. *Allelopathy Journal*, 27(1), 111.
- KOMAI, K., TANG, C. S., & NISHIMOTO, R. K. (1991). Chemotypes of *Cyperus rotundus* in pacific rim and basin: Distribution and inhibitory activities of their essential oils. *Journal of Chemical Ecology*, 17(1), 1-11.
- KONG, Q., ZHOU, L., WANG, X., LUO, S., LI, J., XIAO, H., ZHANG, X., XIANG, T., FENG, S., CHEN, T., YUAN, M., & DING, C. (2021). Chemical composition and allelopathic effect of essential oil of *Litsea pungens*. *Agronomy*, 11(6), 1115.
- KUNZE, W. (1999). Technology brewing and malting. 2. Ed. Berlin: VLB Berlin, 726 p.
- LAKACHE, Z., HACIB, H., ALIBOUDHAR, H., TOUMI, M., MAHDID, M., LAMRANI, N., TOUNSI, H., & KAMELI, A. (2022). Chemical composition, antidiabetic, anti-inflammatory, antioxidant and toxicity activities, of the essential oil of *Fortunella margarita* peels. *Journal of Biological Research*, 95(2), 10641.
- LAWRENCE, B. M. (1993). New crops. In: Janick, J., Simon, J. E., (eds.), Wiley: New York, 620 p.
- LEÓN-MÉNDEZ, G., PÁJARO-CASTRO, N., PÁJARO-CASTRO, E., TORRENEGRA-ALARCON, M., & HERRERA-BARROS, A. (2019). Essential oils as a source of bioactive molecules. *Revista Colombiana de Ciencias Químico-Farmacéuticas*, 48(1).

LESSA, B. F. T., ANDRADE, M. N., ANTUNES, M. R., REGES, A. M., MEDRADO, E. S., & OLIVEIRA, I. S. (2019). Efeito alelopático de *Pityrocarpa moniliformis* na germinação do sorgo sacarino e plantas daninhas. *Cultura Agronômica*, 28(1), 50-64.

LUMMISS, J. A. M., OLIVEIRA, K. C., PRANCKEVICIUS, A. M. T., SANTOS, A. G., SANTOS, E. N., & FOOG, D. E. (2012). Chemical plants: High-value molecules from essential oils. *Journal of the American Chemical Society*, 134, 18889-18891.

MALINI, H., PURBIYANTI, E., & SYAIFUL, F. (2023). The marketing channels and marketing margins of citronella oil in Ogan Ilir district. *JIA – Jurnal Iimiah Agribisnis*, 8(3), 220-229.

MARCHESINI, M. J., HIOLANDA, R., CARVALHO, C. G. P., & DALCHIAVON, F. C. (2018). Desempenho de genótipos de girassol cultivados em segunda safra. *Profiscientia*, 11, 46-57.

MARTIN, V. L., MCCOY, E. L., & DICK, W. A. (1990). Allelopathy of crop residues influences corn seed germination and early growth. *Agronomy Journal*, 82(4), 555-560.

MATHIASSEN, S. K., BOUTIN, C., STRANDBERG, B., CARPENTER, D., & DAMGAARD, C. (2021). Effect of low doses of herbicides on different endpoints in the life cycle of nontarget terrestrial plants. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 40(5), 1389-1404.

MENEZES FILHO, A. C. P., & CASTRO, C. F. S. (2019). Caracterização química e atividade antifúngica dos óleos essenciais de laranja-kinkan (*Fortunella margarita*). *Folia Amazônica*, 28(2), 185-198.

MINELLA, E. (2016). Mais de 90% da área de cevada é cultivada com variedades da Embrapa. *Successful Farming Brasil. SF Agro*. Disponível em: <https://sfagro.uol.com.br/cevada-variedades-embrapa/>. Acesso em: 11 abr. de 2024.

MITROLOULOU, G., BARDOUKI, H., VAMVAKIAS, M., PANAS, P., PARASKEVAS, P., & KOURKOUTAS, Y. (2022). Assessment of antimicrobial efficiency of *Pistacia lentiscus* and *Fortunella margarita* essential oil against spoilage and pathogenic microbes in ice cream and fruit juices. *Microbiology Research*, 13(3), 667-680.

MONDELLO, L., CASILLI, A., TRANCHIDA, P. Q., CICERO, L., DUGO, P., & DUGO, G. (2003). Comparison of fast and conventional GC analysis for Citrus essential oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(19), 5602-5606.

MORAIS, L. A. S. (2009). Óleos essenciais no controle fitossanitário. In: Bettiol, W., Morandi, M. A. B. (eds.), Cap. 9, *Biocontrole de doenças de plantas: uso e perspectivas*, 139-152 p.

MORAIS, T. C., DIAS, D. C. F. S., PINHEIRO, D. T., GAMA, G. F. V., & SILVA, L. J. (2021). Physiological quality and antioxidant enzymatic action in sunflower seeds exposed to deterioration. *Revista Caatinga*, 34(3), 570-579.

- MOREIRA, G. C., & MANDRICK, C. (2012). Alelopatia de extrato de capim-amargoso sobre a germinação de sementes de soja e milho. *Cultivando o Saber*, 5(1), 129-137.
- MWANDO, E., ANGESSA, T. T., HAN, Y., & LI, C. (2020). Salinity tolerance in barley during germination – homologs and potential genes. *Journal of Zhejiang University – Science B*, 21, 93-121.
- NASCIMENTO, P. F. C., NASCIMENTO, A. C., RODRIGUES, C. S., ANTONIOLLI, Â. R., SANTOS, P. O., JÚNIOR, A. M. B., & TRINDADE, R. C. (2007). Atividade antimicrobiana dos óleos essenciais: uma abordagem multifatorial dos métodos. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 17(1), 108-113.
- NEIRO, L., OLIVERO, J., & STASHENKO, E. (2010). Repellent activity of essential oils: A review. *Bioresource Technology*, 101(1), 372-378.
- NILAN, R. A., & ULLRICH, S. E. (1994). Barley: taxonomy, origin, distribution, production, genetics, and breeding. In: Macgregor, A. W., Bhatt, R. S. (Ed.) *Barley: Chemistry and Technology*, St. Paul: AACC, 1-5 p.
- OLIVEIRA, A. K. S., SOARES, E. B., SANTOS, M. G., LINS, H. A., SOUZA, M. F., COELHO, E. S., SILVEIRA, L. M., MENDONÇA, V., JÚNIOR, A. P. B., & LOPES, W. A. R. (2022). Efficiency of phosphorus use in sunflower. *Agronomy*, 12(7), 1558.
- OLIVEIRA, B. S., PINHEIRO, C. G., BIANCHINI, N. H., BATISTA, B. F., PAVLACK, A. S., & HEINZMANN, B. M. (2021). Caracterização química e atividade alelopática do óleo essencial de folhas de *Blepharocalyx salicifolius*. *Pesquisa Florestal Brasileira*, 41, e201902042, 1-7.
- OTHMAN, S. N. A. M., HASSAN, M. A., NAHAR, L., BASAR, N., JAMIL, S., & SARKER, S. D. (2017). Essential oils from the Malaysian Citrus (Rutaceae) medicinal plants. *Medicines*, 3, 13.
- PAW, M., BEGUM, T., GOGOI, R., PANDEY, S. K., & LAL, M. (2020). Chemical composition of *Citrus limon* L. Burmf peel essential oil from East India. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 23(2), 337-344.
- PENG, L-W., SHEU, M-J., LIN, L-Y., WU, C-T., CHIANG, H-M., LIN, W-H., LEE, M-C., & CHEN, H-C. (2013). Effect of heat treatments on the essential oils of kumquat (*Fortunella margarita* Swingle). *Food Chemistry*, 136, 532-537.
- PESSIENTI, I. L., TORRES, A. L., MARTINS, W. S., & MACOSKI, N. (2021). Manejo nutricional com micronutrientes e seus efeitos sobre os componentes de produtividade na cevada. *Research, Society and Development*, 10(3), e30910313225.
- PIRES, N. M., & OLIVEIRA, V. R. (2011). Alelopatia. In: *Biologia e manejo de plantas daninhas*, Cap. 5, 95-124 p.
- PUTNAM, A. R. (1987). Weed allelopathy. In: Duke, S. O. (Ed.), *Weed Physiology*. Boca Raton, EUA, CRC Press, 131-155.

- RANI, H., & BHARDWAJ, R. D. (2021). Quality attributes for barley malt: “The backbone of beer”. *Journal of Food Science*, 86(8), 3322-3340.
- RICE, E. L. (1984). *Allelopathy*. New York: Academic Press, 422 p.
- ROSADO, L. D. S., RODRIGUES, H. C. A., PINTO, J. E. B. P., CUSTÓDIO, T. N., PINTO, L. B. B., & BERTOLUCCI, S. K. V. (2009). Alelopatia do extrato e do óleo essencial de folhas do manjeriço “maria bonita” na germinação de alface, tomate e melissa. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 11(4), 422-428.
- ROSSETTO, C. A. V., MEDICI, L. O., MORAIS, C. S. B., MARTINS, R. C. F., & CARVALHO, D. F. (2021). Seed germination and performance of sunflower seedlings submitted to produced water. *Ciência e Agrotecnologia*, 45, e010521.
- SACCHETTI, G., MAIETTI, S., MUZZOLI, M., SCAGLIANTI, M., MANFREDINI, S., RADICE, M., & BRUNI, R. (2005). Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. *Food Chemistry*, 91(4), 621-632.
- SADEK, E., MAKRIS, D. P., & KEFALAS, P. (2009). Polyphenolic composition and antioxidant characteristics of kumquat (*Fortunella margarita*) peel fractions. *Plant Foods for Human Nutrition*, 64, 297-302.
- SÁNCHEZ-MUÑOZ, B. A. S., AGUILAR, M. I., KING-DÍAZ, B., RIVERO, J. F., & LOTINA-HENNSEN, B. (2012). The sesquiterpenes β -caryophyllene and caryophyllene oxide isolated from *Senecio salignus* act as phyto-growth and photosynthesis inhibitors. *Molecules*, 17, 1437-1447.
- SANTIAGO, S. A., SILVA, A. A. O., RODRIGUES, E., ANTONIAZZI, N., & BACH, E. E. (2002). Efeito alelopático do extrato de *Impatiens walleriana* sobre sementes de cevada. *ConScientiae*, 1, 17-20.
- SCHIRRA, M., PALMA, A., D’AQUINO, S., ANGIONI, A., MINELLO, E. V., & MELIS, M. (2008). Influence of postharvest hot water treatment on nutritional and functional properties of kumquat (*Fortunella japonica* Lour. Swingle cv. ovale). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56(2), 455-460
- SHARIF-RAD, J., SUREDA, A., TENORE, G. C., DAGLIA, M., SHARIFI-RAD, M., VALUSSI, M., TUNDIS, R., SHARIFI-RAD, M., LOIZZO, M. R., ADEMILUYI, A. O., SHARIFI-RAD, R., AYATOLLAHI, S. A., & IRITI, M. (2017). Biological activities of essential oils: from plant chemoecology to traditional healing systems. *Molecules*, 22(1), 1-55.
- SICARI, V., & POIANA, M. (2017). Comparison of the volatile component of the essential oil of kumquat (*Fortunella margarita* Swingle) extracted by supercritical carbon dioxide, hydrodistillation and conventional solvent extraction. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 20(1), 87-94.
- SILVA, A. G., & CARVALHO, R. I. N. (2009). Efeito alelopático de extratos de carqueja (*Baccharis trimera*) e confrei (*Symphytum officinale*) em sementes e plântulas de girassol. *Revista Acadêmica, Ciências Animal*, 7(1), 23-32.

- SILVA-SANTOS, A., ANTUNES, A. M. S., BIZZO, H. R., & D'ÁVILA, L. A. (2006). A proteção patentária na utilização de óleos essenciais e compostos terpênicos para o desenvolvimento tecnológico e industrial. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 8(4), 14-22.
- SOARES, E. B., JÚNIOR, A. P. B., ALBUQUERQUE, J. R. T., SANTOS, M. G., LINS, H. A., & NETO, F. B. (2020). Sunflower performance as a function of phosphate fertilization in semiarid conditions. *Acta Scientiarum, Agronomy*, 42, e42960.
- SONI, S., PAREKH, M. Y., JACOB, J. A., MACK, J. P., & LOBO, D. E. (2022). Kumquat essential oil decreases proliferation and activates JNK signaling and apoptosis in HT-1080 fibrosarcoma cells. *Molecular and Cellular Biochemistry*, 477, 445-453.
- SOUSA FILHO, A. P. S., BAYMA, J. C., GUILHON, G. M. S. P., & ZOGHBI, M. G. B. (2009). Atividade potencialmente alelopática do óleo essencial de *Ocimum americanum*. *Planta Daninha*, 27(3), 499-505.
- SOUZA FILHO, A. P. S. (2014). Alelopatia: princípios básicos e mecanismos de interferências. In: Monquero, P. A., (Ed.). Aspectos da biologia e manejo das plantas daninhas. Embrapa Amazônia Oriental, São Carlos, p. 83-101.
- SOUZA, R. C. S., PASSOS, O. S., SASAKI, F. F. C., & RODRIGUES, V. S. (2017). Caracterização de espécies afins e relativas do gênero *Citrus*. In: 11ª Jornada Científica – Embrapa Mandioca e Fruticultura, 1 p.
- STANCA, A. M., GIANINETTI, A., RIZZA, F., & TERZI, F. (2016). Barley: an overview of a versatile cereal grain with many food and feed uses. *Encyclopedia of Food Grains (Second Edition)*, 1, 147-152.
- SUN, H., NI, H., YANG, Y., WU, L., CAI, H.-N., & XIAO, A.-F. (2014b). Investigation of sunlight-induced deterioration of aroma of pummelo (*Citrus maxima*) essential oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(49), 11818-11830.
- SUTOUR, S., LURO, F., BRADESI, P., CASANOVA, J., & TOMI, F. (2016). Chemical composition of the fruit oils of five *Fortunella* species grown in the same pedoclimatic conditions in Corsica (France). *Natural Products Communication*, 11, 259-262.
- SUTTLE, J. C., OLSON, L. L., & LULAI, E. C. (2016). The involvement of gibberellins in 1,8-cineole-mediated inhibition of sprout growth in russet burbank tubers. *American Journal of Potato Research*, 93, 72-79.
- TAHA, M. M., MAHMOUD, A. F., HASSAN, M. A., MAHMOUD, A. M., & SALLAM, M. A. (2018). Potential resistance of certain sunflower cultivars and inbred lines against charcoal rot disease caused by *Macrophomina phaseolina* (Tassi) Goid. *Journal of Phytopathology and Pest Management*, 5(3), 55-66.
- TAIZ, L., & ZEIGER, E. (2004). Fisiologia vegetal. Porto Alegre: Artmed, 719 p.

- TUNES, L. M., BARROS, A. C. S. A., BADINELLI, P. G., & OLIVO, F. (2008). Testes de vigor em função de diferentes épocas de colheita de sementes de cevada (*Hordeum vulgare* L.). *Revista Brasileira de Ciências Agrárias*, 3(4), 321-326.
- UHLMANN, L. A. C., OLIVEIRA, R. J., & SANTOS, M. G. (2018). Allelopathic effects of plant extracts of *Hancornia speciosa* Gomes on germination of *Lactuca sativa* L. *Revista Fitos*, 12(2), 147-160.
- ULLAH, A., SAFAD, S., ULLAH, S., ALSHAYA, H., OKLA, M. K., ALWASEL, Y. A., & TARIQ, A. (2022). Using halothermal time model to describe barley (*Hordeum vulgare* L.) seed germination response to water potential and temperature. *Life*, 12(2), 209.
- WEIDENHAMER, J. D., MACIAS, F. A., FISCHER, N. H., & BRUCE WILLIAMSON, G. (1993). Just how insoluble are monoterpenes? *Journal of Chemical Ecology*, 19(8), 1799-1807.
- YOSHIMURA, H., SAWAI, Y., TAMOTSU, S., & SAKAI, A. (2011). 1,8-Cineole inhibits both proliferation and elongation of BY-2 cultured tobacco cells. *Journal of Chemical Ecology*, 37, 320-328.
- YU, J. Q., & MATSUI, Y. (1997). Effects of root exudate of cucumber (*Cucumis sativus*) and allelochemical on ion uptake by cucumber seedlings. *Journal of Chemical Ecology*, 23, 817-827.
- ZAHED, N., HOSNI, K., BRAHIM, N. B., KALLEL, M., & SEBEI, H. (2010). Allelopathic effect of *Schinus molle* essential oils on wheat germination. *Acta Physiologiae Plantarum*, 32, 1221-1227.
- ZCSHOERPER, O. P. (2009). Apostila curso cervejeiro e malteador. Porto Alegre, AMBEV, 79 p.
- ZHELJAZKOV, V. D., JELIASKOVA, E. A., & ASTATKIE, T. (2021). Allelopathic effects of essential oils on seed germination of barley and wheat. *Plants*, 10(12), 2728.
- ZHOU, M. X. (2009). Barley production and consumption. In: Genetics and Improvement of Barley Malt Quality, Chapter, Springer, Berlin, Heidelberg, 1-17 p.