UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIAS PARA SUSTENTABILIDADE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM PLANEJAMENTO E USO DE RECURSOS RENOVÁVEIS

Adriel Rodrigues Vaz

ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO NA OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Melaleuca alternifolia* (Maiden e Betche) Cheel

Sorocaba
2025

Adriel Rodrigues Vaz

ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO NA OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Melaleuca alternifolia* (Maiden e Betche) Cheel

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Planejamento e Uso de Recursos Renováveis (PPGPUR) como pré-requisito para obtenção do título de Mestre em Planejamento e Uso de Recursos Renováveis da Universidade Federal de São Carlos.

Orientação: Prof. ª Dr.ª Franciane Andrade de Pádua

Financiamento: Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Sorocaba

2025

FICHA CATALOGRÁFICA

Vaz, Adriel Rodrigues

ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO NA OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE Melaleuca alternifolia (Maiden e Betche) Cheel / Adriel Rodrigues Vaz -- 2025.
69f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São Carlos, campus Sorocaba, Sorocaba
Orientador (a): Franciane Andrade de Pádua
Banca Examinadora: Franciane Andrade de Pádua, Mariana Pires Franco, Luciana Camargo de Oliveira, Aparecido Junior de Menezes
Bibliografia

1. Óleos essenciais. 2. Melaleuca alternifolia. 3. Extração assistida de ultrassom. I. Vaz, Adriel Rodrigues. II. Título.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências e Tecnologias Para a Sustentabilidade
Programa de Pós-Graduação em Planejamento e Uso de Recursos Renováveis

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Adriel Rodrigues Vaz, realizada em 04/04/2025.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Franciane Andrade de Pádua (UFSCar)

Profa. Dra. Mariana Pires Franco (UNESP)

Profa. Dra. Luciana Camargo de Oliveira (UFSCar)

Prof. Dr. Aparecido Junior de Menezes (UFSCar)

Dedico este trabalho aos meus pais:

Paulo e Zilmara.

AGRADECIMENTO

Agradeço primeiramente a Deus, o doador da vida, por ter morrido por um pecador como eu;

Aos meus pais, por todo apoio e compreensão e principalmente amor. Sem o incentivo deles, eu não teria a coragem de perseguir esse sonho;

Aos meus familiares, que são muitos, por todo apoio e carinho;

Às minhas queridas amigas Atny, Clara, Marcia, Maria e Mônica. Nossos momentos de descontração, conversas e passeios tornaram essa jornada mais suave e agradável;

Aos amigos e benfeitores Carlos Augusto Martins e a Ana Videla Martins, que foram fundamentais em minha trajetória no ensino médio e agora na pós-graduação;

À minha orientadora, Profª. Drª. Franciane Andrade de Pádua, por todo apoio, incentivo e confiança, desde minha iniciação científica;

À minha coorientadora, Drª Roberta Ranielle, por sua contribuição imprescindível na construção deste trabalho;

Ao Prof. Dr. Fábio Minoru Yamaji por seu suporte em disponibilizar os equipamentos necessários para a execução deste projeto;

À CAPES, pela bolsa de estudos. Sem ela esse projeto não teria saído do papel.

Ao Rommel, do Sítio das Melaleucas, por doar o principal material necessário para este projeto;

À todos que contribuíram de alguma forma na realização deste trabalho, do campo ao laboratório.

“Mestre não é quem sempre ensina, mas quem de repente aprende.” - Guimarães Rosa

RESUMO

VAZ, Adriel Rodrigues. Ultrassom como pré-tratamento na obtenção do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* (Maiden e Betche) Cheel. 2025. Dissertação (Mestrado em Planejamento e Uso de Recursos Renováveis) – Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2025.

O mercado de óleos essenciais têm apresentado crescimento contínuo nos últimos anos, com um aumento significativo após a pandemia de COVID-19. Em 2022, o mercado global atingiu 8,8 bilhões de dólares, com projeções de alcançar 15,3 bilhões até 2027, impulsionado pela maior conscientização sobre a saúde preventiva e pela crescente preferência por alternativas naturais. Entre as plantas com potencial para a extração de óleos essenciais, a *Melaleuca alternifolia* (Tea Tree) destaca-se por sua ampla gama de aplicações. No entanto, no Brasil, as pesquisas têm se concentrado majoritariamente nas propriedades farmacológicas da espécie, havendo lacunas no estudo da otimização de seu cultivo e extração. Este estudo avaliou a aplicação do pré-tratamento ultrassônico como estratégia para potencializar o rendimento da extração de óleo essencial de *M. alternifolia*, alinhada aos princípios sustentáveis da Química Verde. Foram investigados os efeitos de três parâmetros operacionais durante o pré-tratamento: tempo de sonicação (0, 10, 20, 30 e 40 minutos), temperatura do banho ultrassônico (25 °C, 40 °C e 60 °C) e razão líquido/sólido (RLS) (10, 15 e 20 mL g^{-1}). As extrações subsequentes ao pré-tratamento foram realizadas por hidrodestilação em aparelho Clevenger. A otimização dos parâmetros foi conduzida utilizando Modelos Lineares Mistos (LME). A composição química dos óleos extraídos foi avaliada utilizando a espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e comparada a uma amostra comercial, a fim de identificar possíveis alterações estruturais decorrentes do pré-tratamento ultrassônico. Os resultados demonstraram que o aumento da temperatura do banho ultrassônico durante o pré-tratamento reduziu o rendimento da extração, enquanto o prolongamento do tempo de sonicação promoveu o aumento do rendimento, embora de maneira não linear. Para a RLS, proporções moderadas que garantam total submersão do material, como 15 mL g^{-1}, apresentaram melhor desempenho. A análise espectroscópica indicou que o pré-tratamento ultrassônico não provocou alterações significativas na composição química do óleo essencial. Conclui-se que o uso do ultrassom como pré-tratamento é uma abordagem eficiente para otimizar a extração de óleo essencial de *M. alternifolia*, possibilitando um aumento de até 48% no rendimento em comparação à hidrodestilação convencional sem pré-tratamento ultrassônico.

Palavras-chave: extração sustentável, *tea tree*, otimização de rendimento, química verde.

ABSTRACT

Vaz, Adriel Rodrigues. Ultrasound as a pre-treatment in *Melaleuca alternifolia* (Maiden & Betche) Cheel essential oil extraction. 2025. Thesis (Masters) in Planning and Use of Renewable Resources – Federal University of São Carlos, Sorocaba, 2025.

The essential oils market has shown continuous growth in recent years, with a significant increase after the COVID-19 pandemic. In 2022, the global market reached USD 8.8 billion, with projections to reach USD 15.3 billion by 2027, driven by greater awareness of preventive health and a growing preference for natural alternatives. Among plants with potential for essential oil extraction, Melaleuca alternifolia (Tea Tree) stands out for its wide range of applications. However, in Brazil, research has focused primarily on the pharmacological properties of the species, with gaps in studies on the optimization of its cultivation and extraction. This study evaluated the application of ultrasound pretreatment as a strategy to enhance the yield of essential oil extraction from M. alternifolia, aligned with the sustainable principles of Green Chemistry. The effects of three operational parameters during the pretreatment were investigated: sonication time (0, 10, 20, 30, and 40 minutes), ultrasonic bath temperature (25 °C, 40 °C, and 60 °C), and liquid-to-solid ratio (LSR) (10, 15, and 20 mL g^{-1}). The extractions following the pretreatment were performed by hydrodistillation using a Clevenger apparatus. Parameter optimization was conducted using Linear Mixed Models (LMM). The chemical composition of the extracted oils was evaluated using Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy and compared to a commercial sample to identify potential structural alterations due to the ultrasound pretreatment. The results demonstrated that increasing the ultrasonic bath temperature during the pretreatment reduced the extraction yield, while prolonging sonication time increased the yield, though in a nonlinear fashion. For the LSR, moderate proportions ensuring full immersion of the material, such as 15 mL g^{-1}, showed the best performance. Spectroscopic analysis indicated that the ultrasound pretreatment did not cause significant changes in the chemical composition of the essential oil. It is concluded that the use of ultrasound as a pretreatment is an efficient approach to optimize the extraction of essential oil from M. alternifolia, enabling an increase of up to 48% in yield compared to conventional hydrodistillation without ultrasound pretreatment.

Keywords: sustainable extraction, tea tree, yield optimization, green chemistry.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Mapa de ocorrência do gênero *Melaleuca*.....16
Figura 2 – Distribuição da espécie *Melaleuca alternifolia*.....17
Figura 3 – Indivíduo adulto da espécie *Melaleuca alternifolia* (A), tronco (B) e ramos (C)... 18
Figura 4 – Importação e exportação de óleos essenciais no Brasil nos últimos 24 anos em Dólares (US$)..... 19
Figura 5 – Série histórica de artigos publicados sobre "*Melaleuca alternifolia*".....20
Figura 6 – Métodos de extração de óleos essenciais. A – Hidrodestilação. B – Destilação por arraste a vapor.....23
Figura 7 – Tipos de equipamento para sonificação. A) Sonicador tipo Sonda; B) Banho ultrassônico..... 25
Figura 8 – Dinâmica de formação da Cavitação ultrassônica.....26
Figura 9 – Propriedades do 4-terpineol.....28
Figura 10 – Perfil cromatográfico esperado para a caracterização do óleo essencial de melaleuca, definido pela ISO 4730:2017.....29
Figura 11 – Fluxograma do processo de revisão sistemática realizado..... 30
Figura 12 – Plantio de *Melaleuca alternifolia*, Sítio das Melaleucas, Ibiúna - SP..... 31
Figura 13 – Material coletado em campo.....32
Figura 14 – Processo de beneficiamento dos ramos terminais *M. alternifolia*. A- ramos terminais com folhas; B- Folhas beneficiadas; C- ramos terminais desfolhados.....33
Figura 15 – Folhas de *M. alternifolia* em processo de sonicação em cuba ultrassônica (pré-tratamento).....34
Figura 16 – Aparelho de destilação Clevenger para extração de óleos essenciais.....35
Figura 17- Processo de seleção de artigos para a revisão..... 39
Figura 18 – Rendimento médio de óleo essencial de *M. alternifolia* obtidas pela extração assistida por ultrassom pelo efeito da Temperatura (A), Tempo de sonicação (B) e Razão Líquido Sólido (C)..... 42
Figura 19 – Gráfico Boxplot para o efeito do tempo de sonicação, em 0 (controle), 10, 20, 30 e 40 minutos.....45
Figura 20 – Ganho em rendimento em comparação ao tratamento anterior.....47
Figura 21 – Gráfico Boxplot para o efeito da temperatura do pré-tratamento ultrassônico, em 25, 40 e 60 °C.....48
Figura 22 – Gráfico Boxplot para o efeito das diferentes razões líquido/sólido utilizadas no pré-tratamento ultrassônico.....51
Figura 23 – Folhas de *M. alternifolia* em submersão parcial no tratamento com proporção líquido/sólido de 10 mL g^{-1}..... 53
Figura 24 – Espectro infravermelho do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* extraído pela UAE..... 55
Figura 25 – Espectro infravermelho do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* submetido à hidrodestilação assistida de ultrassom (UAE) e obtido comercialmente.....57
Figura 26 – Comparação entre a extração convencional e a extração assistida por ultrassom (UAE) com parâmetros otimizados.....59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais técnicas e métodos para a extração de óleos essenciais..... 21
Tabela 2 – Requisitos estipulados pela ISO 4730:2017 para a categorização do óleo essencial de melaleuca produzido por destilação por arraste à vapor..... 27
Tabela 3 - Tratamentos testados na UAE..... 32
Tabela 4 – Trabalhos selecionados sobre a aplicação do ultrassom como pré-tratamento na extração de óleos essenciais..... 40
Tabela 5 – Parâmetros estimados para os desvios-padrão residuais..... 43
Tabela 6 – Coeficientes do modelo (LME) ajustado..... 44
Tabela 7 – Rendimento médio de óleo essencial de *M. alternifolia*, obtido pela extração assistida por ultrassom (UAE) com diferentes tempos de sonicação..... 46
Tabela 8 – Rendimento da extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* obtido pela extração assistida por ultrassom (UAE) realizada em diferentes temperaturas (Controle, 25 °C, 40 °C e 60 °C)..... 49
Tabela 9 – Rendimento da extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* obtido pela extração assistida por ultrassom (UAE) em diferentes RLS..... 52
Tabela 10 – Atribuições das bandas principais no espectro FTIR do óleo essencial de Melaleuca alternifolia (TTO)..... 56
Tabela 11 – Parâmetros dos tratamentos e cálculo de eficiência energética..... 58

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO....13
2. REVISÃO DE LITERATURA....16
2.1. ESPÉCIE DE INTERESSE....16
2.2. INTERESSE ECONÔMICO....18
2.3. INTERESSE ACADÊMICO....19
2.4. EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS....21
2.5. EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE MELALEUCA....22
2.6. EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM (UAE)....24
2.7. CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE MELALEUCA....27
3. METODOLOGIA....30
3.1. ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO PARA A OBTENÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS: UMA REVISÃO SISTEMÁTICA DE LITERATURA....30
3.2. MATERIAL FRESCO....31
3.3. OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO ASSISTIDA DE ULTRASSOM (UAE)....32
3.3.1. Preparo das Amostras....33
3.3.2. Pré-tratamento com Ultrassom....33
3.3.3. Hidrodestilação com Aparato de Clevenger....34
3.4. DETERMINAÇÃO DO RENDIMENTO DO ÓLEO ESSENCIAL....35
3.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA E OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO....36
3.6. ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA - ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)....37
3.7. ANÁLISE ECONÔMICA....38
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO....39
4.1. ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO PARA A OBTENÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS....39
4.2. OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO ASSISTIDA DE ULTRASSOM (UAE)....41
4.2.1. Efeito do Tempo de Sonicação no Rendimento da Extração....45
4.2.2. Efeito da Temperatura no Rendimento da Extração....48
4.2.3. Efeito da Razão Sólido/Líquido no Rendimento da Extração....50
4.3. ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)....54
4.4. ANÁLISE ECONÔMICA....58
5. CONCLUSÕES....60
REFERÊNCIAS....61

1.INTRODUÇÃO

Os óleos essenciais têm despertado interesse há décadas devido ao seu elevado potencial econômico, impulsionado por suas múltiplas aplicações, que abrangem desde práticas religiosas até usos industriais e farmacológicos, destacando-se por suas propriedades antibacterianas, antifúngicas, antioxidantes, conservantes alimentares, entre outras (Falleh *et al*., 2020; Tariq *et al*., 2018).

Compostos aromáticos voláteis de baixa densidade, os óleos essenciais apresentam uma complexa mistura de hidrocarbonetos, álcoois e outros constituintes. Esses metabólitos secundários são os principais responsáveis pelas propriedades organolépticas distintas, como aroma e sabor (Araújo, 1999; Sartor, 2009).

Em 2017, a produção mundial de óleos essenciais atingiu 150.000 toneladas, representando o triplo do volume registrado em 1990 (Barbieri e Borsotto, 2018). As projeções indicam que o mercado global desses compostos deve crescer de 8,8 bilhões de dólares em 2022 para 15,3 bilhões até 2027, com uma taxa anual de crescimento de 11,8%, sendo a Europa responsável por 38% desse avanço (Markets e Markets, 2024).

O aumento da conscientização global sobre a importância da saúde preventiva, devido a pandemia do Covid-19, bem como o aumento da demanda por terapias complementares e alternativas naturais como a aromaterapia, são alguns dos fatores que estão impulsionando o crescimento do mercado de óleos essenciais (Markets e Markets, 2024).

Os maiores produtores de óleos essenciais no cenário global são, respectivamente, a Índia, Estados Unidos, França e China. O Brasil, embora ocupe a quinta posição em termos de valor das exportações, mantém-se como o maior exportador mundial em volume há mais de duas décadas, consolidando sua relevância no setor (Bizzo e Rezende, 2022). O destaque nacional neste mercado se dá pela extração de óleos cítricos obtidos, principalmente, a partir da biomassa residual da indústria de sucos (Bieski *et al*., 2022).

Entre as diversas plantas com potencial para extração de óleos essenciais, a Melaleuca (*Melaleuca alternifolia* Chell), conhecida popularmente como *Tea Tree*, desempenha um papel importante na produção desses compostos devido a múltiplas vantagens, como alto rendimento de extração de óleos essenciais (1~3% da massa *in natura*), facilidade de cultivo e ampla aplicação de seus óleos essenciais (Bayler, 1979; Castelo *et al*., 2013; Davies *et al*., 2016; Doran *et al.*, 2006; Pereira *et al*., 2014; Shepherd *et al*., 2015).

Um estudo bibliométrico realizado por Tomeleri (2023) revelou que o interesse de pesquisa por espécies do gênero *Melaleuca* é crescente e voltado especialmente às suas

propriedades farmacológicas e antimicrobianas. No Brasil, de forma geral, áreas como Agronomia, Microbiologia e Farmacologia possuem a maior representatividade nas pesquisas desenvolvidas em detrimento daquelas com o objetivo de expandir o cultivo e aumentar a produtividade. Considerando as amplas aplicações do óleo essencial de melaleuca (*Tea Tree Oil* – TTO), seu elevado valor de mercado e a escassez de estudos voltados ao aprimoramento das técnicas de extração visando ao aumento do rendimento e da eficiência do processo, tornam-se estratégicas as pesquisas que abordem tais metodologias. Esses estudos podem subsidiar de forma significativa o desenvolvimento da silvicultura da espécie no Brasil, contribuindo para a consolidação da cadeia produtiva voltada à extração de óleos essenciais de melaleuca.

A extração assistida por ultrassom (UAE), que utiliza ondas ultrassônicas como pré-tratamento ou etapa adicional, tem se mostrado uma técnica promissora para aumentar a eficiência na obtenção de óleos essenciais e compostos bioativos de plantas. Essa técnica de extração apresenta diversas vantagens em relação às metodologias convencionais e com grande apelo sustentável, uma vez que a UAE possibilita o emprego de solventes verdes em substituição aos solventes orgânicos tóxicos tradicionais, redução do tempo de extração e do consumo energético associado ao processo (Wang e Weller, 2006; Sanjaya *et al*., 2022; Thilakarathna *et al*., 2023).

Neste contexto, a presente pesquisa pretende contribuir para a expansão do cenário da exploração sustentável de plantas medicinais, com enfoque nos óleos essenciais, especialmente da Melaleuca (*Tea Tree*), alinhando-se aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) propostos pela Organização das Nações Unidas (ONU), especialmente o ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), ao propor uma alternativa tecnológica mais eficiente para a extração de óleos essenciais; o ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis), ao otimizar o uso de recursos e minimizar desperdícios no processo produtivo; e o ODS 15 (Vida Terrestre), ao incentivar práticas mais sustentáveis na exploração da *Melaleuca alternifolia*, promovendo o manejo racional da espécie.

O trabalho tem como objetivo avaliar a viabilidade técnica e econômica da utilização do ultrassom como pré-tratamento auxiliar no processo de extração do óleo essencial de *M. alternifolia*. Por este estudo, utilizando a experimentação em diferentes condições e comparação de diversos cenários com e sem a aplicação do pré-tratamento com ultrassom, busca-se não apenas compreender o impacto do ultrassom no tempo da extração e rendimento do óleo essencial de *M. alternifolia*, mas também otimizar as variáveis operacionais como

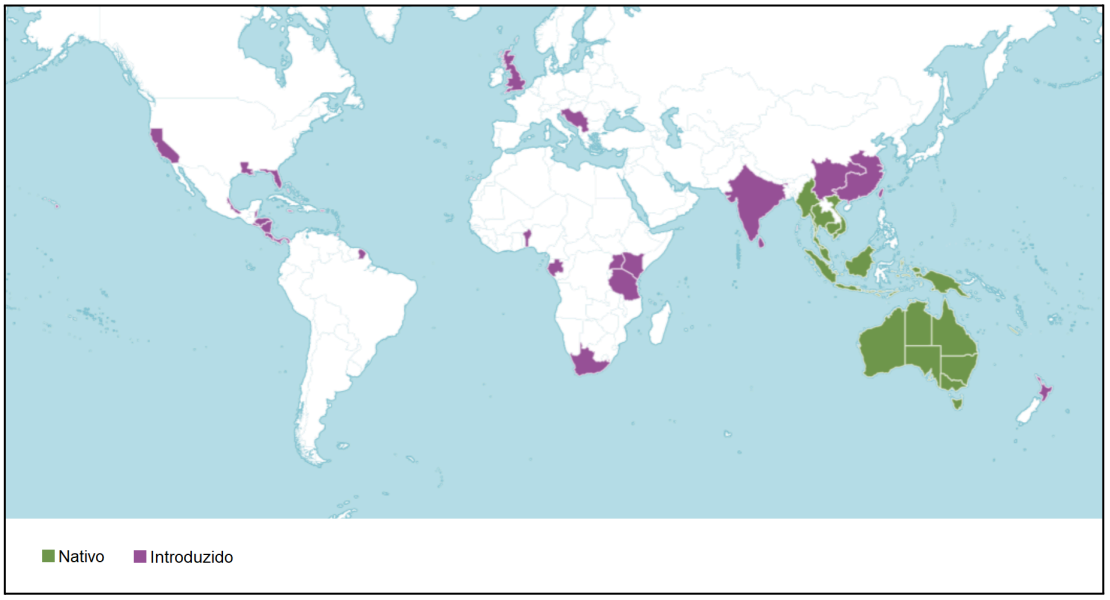
tempo de sonicação e temperatura, promovendo assim a inovação tecnológica e a eficiência ambientalmente sustentável no setor.

2.REVISÃO DE LITERATURA

2.1. ESPÉCIE DE INTERESSE

O gênero *Melaleuca* foi descrito originalmente por Lineu (Carl von Linné) em 1767. É pertencente à família botânica Myrtaceae e conta atualmente com 382 espécies catalogadas e aceitas, com distribuição em países como Austrália, Camboja, Malásia, Mianmar, Tailândia e Vietnã (Figura 1) (POWO, 2024).

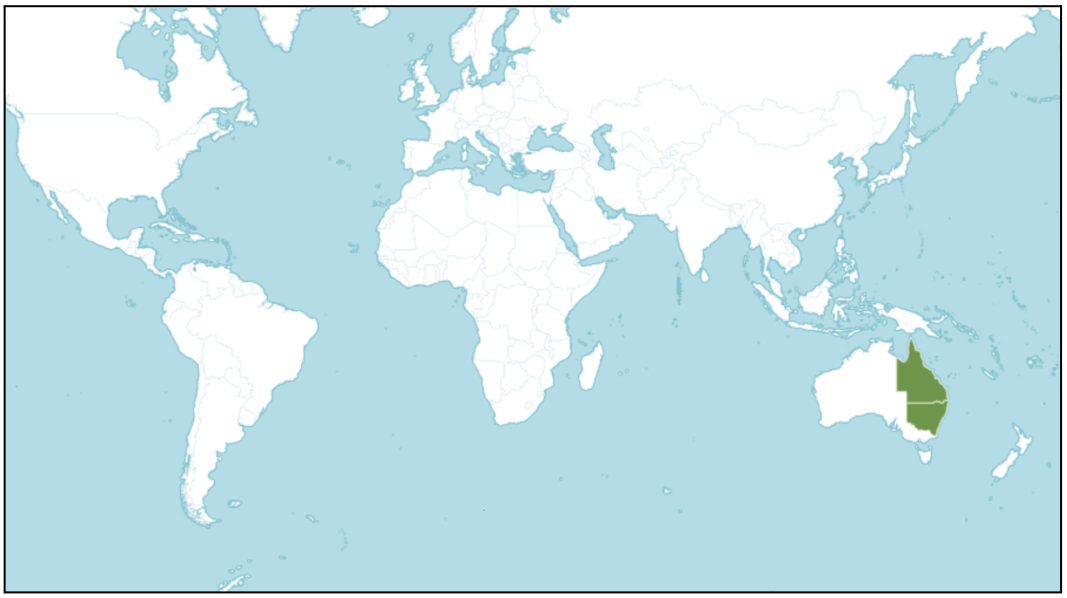
Figura 1 – Mapa de ocorrência do gênero *Melaleuca*



Fonte: Plants of the World Online (POWO), Kew Royal Botanic Gardens, 2024.

Dentro do gênero *Melaleuca*, a espécie mais conhecida e de maior importância econômica é a *Melaleuca alternifolia* (Maiden e Betche) Cheel, comumente chamada de *Tea Tree* (árvore do chá). O nome *Tea Tree* foi dado em 1770 quando o Capitão James Cook utilizou as folhas da melaleuca como substituto no preparo de chá, durante sua expedição na Austrália, país de onde esta espécie é nativa (Bar, 2021). A ocorrência natural da *M. alternifolia*, se dá na porção oriental do país, especificamente nos estados de Nova Gales do Sul e Queensland (Figura 2).

Figura 2 – Distribuição da espécie *Melaleuca alternifolia*



Fonte: Plants of the World Online (POWO), Kew Royal Botanic Gardens, 2024.

O porte dos indivíduos de *Melaleuca alternifolia* pode variar de arbustivo à pequena árvore, podendo atingir de 4 a 7 m de altura. Sua casca é macia e distribuída no tronco em camadas, semelhantes a papel, o que também a faz ser conhecida como Papeleira (*Paperbark Tree*) (Bar, 2021; POWO, 2024). A espécie é descrita como pioneira rústica por possuir baixas exigências da condição do solo, resistências moderadas à queimadas, salinidade, acidez e a solos encharcados (Doran e Turnbull, 1997).

Suas folhas são alternas, lineares, variando de 1 a 3,5 cm de comprimento, geralmente com menos de 1 cm de largura. (Figura 3). A espécie possui inflorescências axilares, em espigas cilíndricas, com grande número de estames. Sua coloração varia de branca a amarelada. Seus frutos são agrupados em cápsulas globosas, com numerosas sementes diminutas, com massa de 0,11g por 1.000 sementes (Lorenzi *et al*., 2003; POWO, 2024).

Figura 3 – Indivíduo adulto da espécie *Melaleuca alternifolia* (A), tronco (B) e ramos (C)

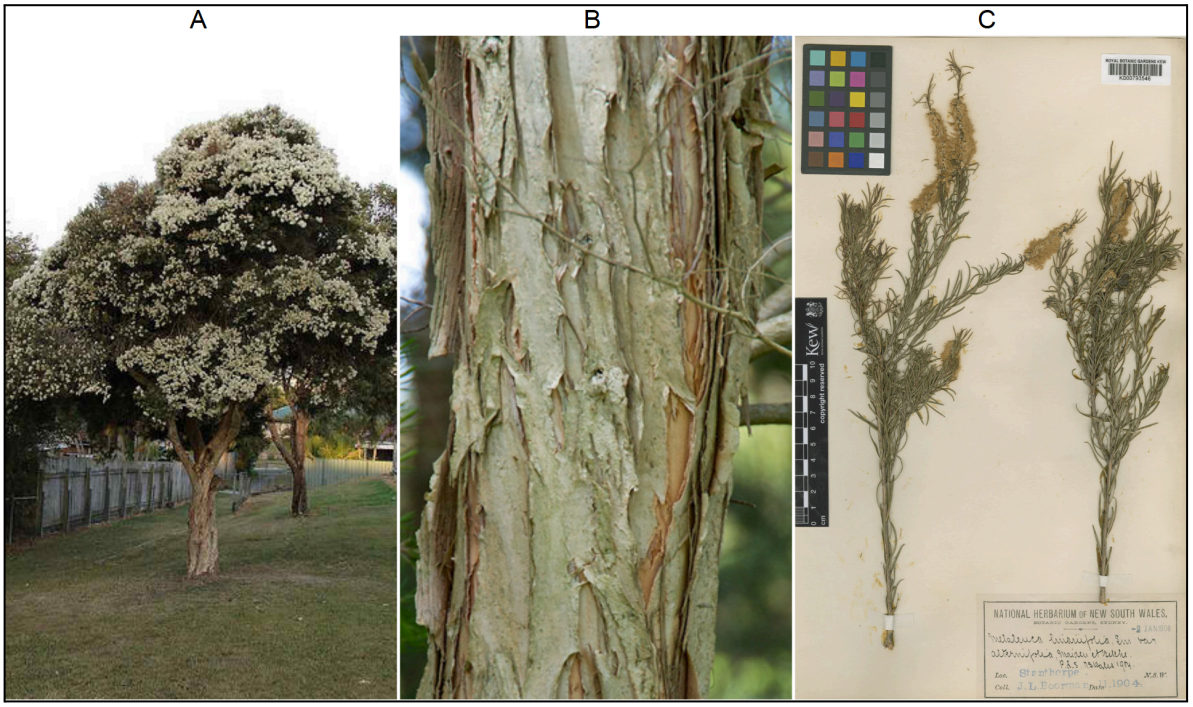


Foto: A e B: Dierberger Plantas. C: Kew Royal Botanic Gardens.

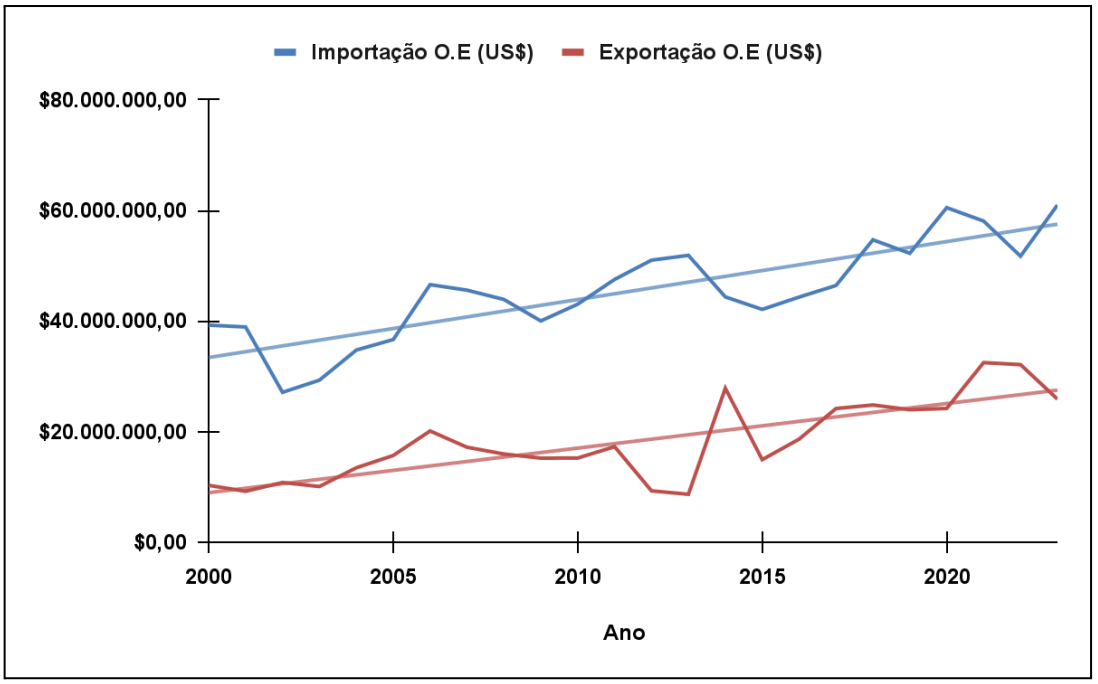
O principal interesse na *M. alternifolia* está no óleo essencial extraído de suas folhas, utilizado principalmente pela indústria farmacêutica devido às suas amplas propriedades medicinais. Dentre suas propriedades medicinais, destacam-se as ações antifúngicas, bactericidas, antiprotozoárias e anti-inflamatórias. Também é utilizada na aromaterapia devido aos seus efeitos imunoestimulantes e cicatrizantes (Carson, 2006; Da Silva, 2019).

2.2. INTERESSE ECONÔMICO

Acompanhando a tendência do mercado global de óleos essenciais, o mercado do óleo essencial de *Tea Tree* está em pleno desenvolvimento, atingindo o valor de 51 milhões de dólares em 2023 e com expectativa de atingir 91 milhões de dólares até 2030, sendo a Ásia responsável pela maior parte desse crescimento (Brainy Insights, 2022; IMARC 2023).

Para o mercado interno brasileiro, os dados históricos de importação e exportação de óleos essenciais podem ser acessados por meio do Comex Stat, o Portal de Acesso Gratuito às Estatísticas de Comércio Exterior do Brasil. As consultas são realizadas utilizando o código NCM (Nomenclatura Comum do Mercosul). De acordo com os dados extraídos do Comex Stat (Figura 4), é possível observar que, apesar de oscilações, há uma tendência de aumento tanto na importação quanto na exportação dos óleos essenciais pelo Brasil, reforçando o potencial de crescimento deste mercado.

Figura 4 – Importação e exportação de óleos essenciais no Brasil nos últimos 24 anos em Dólares (US$)



Fonte: Dados obtidos pelo Comex Stat, 2024.

Diversos óleos essenciais, como os de eucalipto, hortelã, menta, vetiver e bergamota, possuem códigos NCM específicos, o que facilita o rastreamento e a análise dos dados comerciais relacionados a esses produtos. No total, existem 22 códigos para óleos essenciais específicos, além de um código geral que agrupa os demais óleos essenciais. No entanto, para o óleo essencial de melaleuca, assim como para outras espécies, nativas e exóticas, não existem especificações pré-definidas, bem como um código NCM específico, o que dificulta o acesso aos dados comerciais da espécie no Brasil. Esse cenário representa um dos principais desafios para produtores e indústrias nacionais interessados na utilização desses óleos essenciais (Bizzo; Rezende, 2022).

2.3. INTERESSE ACADÊMICO

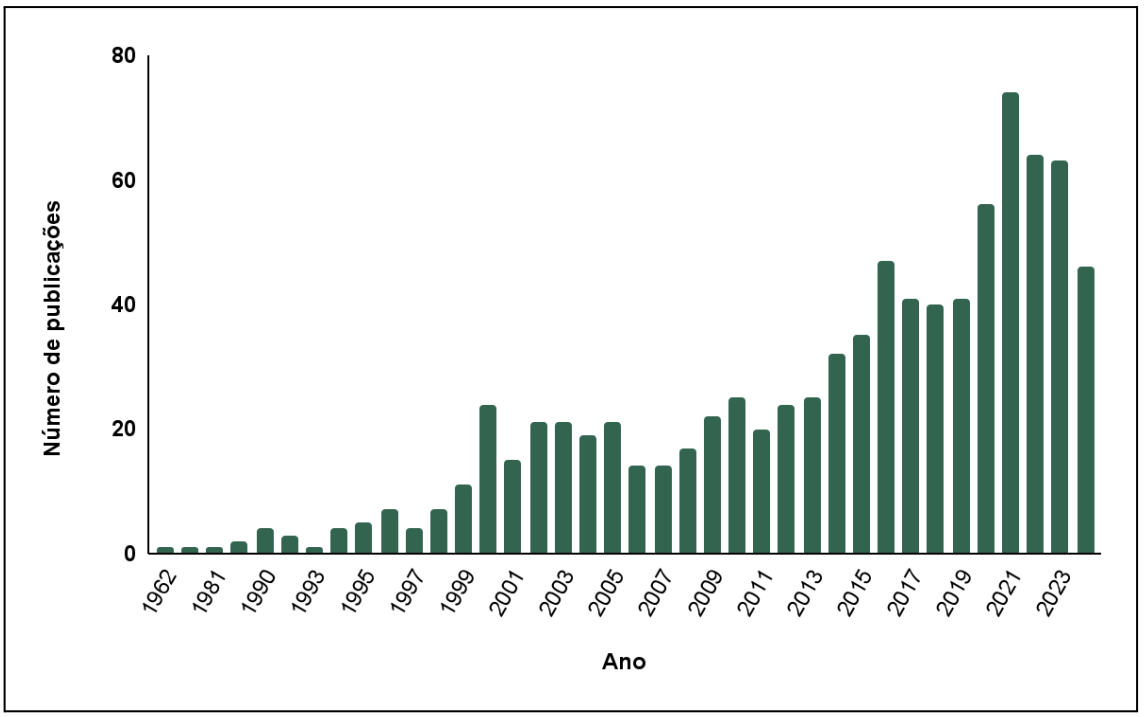
A *Melaleuca alternifolia* tem despertado crescente interesse da comunidade científica, sobretudo em virtude das propriedades biológicas atribuídas ao seu óleo essencial, conhecido internacionalmente como Tea Tree Oil (TTO). Entre os compostos de destaque presentes no TTO estão os monoterpenos 4-terpinenol e γ-terpineno, com reconhecida atividade antimicrobiana, antifúngica e antiviral (Hart *et al*., 2000; Brophy, Craven e Doran, 2013, Deen *et al*., 2023).

Nas últimas décadas, o número de publicações relacionadas à espécie tem aumentado progressivamente, impulsionado por aplicações nas áreas de farmacologia, cosméticos, conservação de alimentos e, mais recentemente, por seu potencial antiviral frente a patógenos respiratórios como SARS-CoV-2. Pesquisas recentes têm investigado os mecanismos de ação do óleo essencial de melaleuca contra vírus envelopados, reforçando seu potencial como agente complementar em formulações com propriedades antivirais (My *et al*., 2020; Romeo *et al*., 2022; Ferreira *et al*., 2023).

Esse panorama demonstra não apenas a versatilidade da espécie para diferentes finalidades, como também a relevância do seu estudo dentro da área de produtos naturais e tecnologias de extração de óleos essenciais.

Com o objetivo de contextualizar o interesse científico recente pela espécie *Melaleuca alternifolia*, foi realizado um levantamento do número de publicações indexadas na base Web of Science. Embora não se trate de uma análise bibliométrica formal, essa abordagem permite visualizar a relevância crescente do tema na literatura acadêmica.

Figura 5 – Série histórica de artigos publicados sobre "*Melaleuca alternifolia*"



Fonte: Core Collection of Web of Science, 2024. Elaboração própria.

Na base da Web of Science, a palavra-chave "*Melaleuca alternifolia*" retorna 1.011 resultados, sendo 878 artigos, sendo a Austrália (23%) e o Brasil (18%) os países com mais publicações referentes ao tema.

2.4. EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS

Existem diversas técnicas para a extração de óleos essenciais. Os mais comuns são a destilação por arraste à vapor e a hidrodestilação. Os óleos essenciais também podem ser extraídos por outras técnicas que utilizam menor quantidade de biomassa vegetal e tempos de extração mais curtos, como a extração assistida por ultrassom (UAE), onde há a inclusão de uma etapa de pré-tratamento com ultrassom, e a extração com fluido supercrítico (Soares *et al*., 1988, Schaneberg e Khan, 2002). A Tabela 1 apresenta as principais metodologias para a obtenção de óleos essenciais e suas características.

Tabela 1 – Principais técnicas e métodos para a extração de óleos essenciais

Tipo	Características	Referência
Hidrodestilação (HD)	Método mais simples e antigo para extração. O material vegetal é diretamente submerso em água e então levado à fervura. Tem algumas desvantagens como o longo tempo de extração e alteração de compostos sensíveis ao calor.	ASBAHANI, A. El *et al*., 2015.
Destilação por arraste à vapor (SD)	O vapor d'água passa pelo material vegetal, carregando os compostos voláteis para um condensador, onde são resfriados e separados do hidrolato. Método amplamente utilizado para óleos essenciais, com menor degradação térmica e tempo de extração em comparação à hidrodestilação.	MASANGO, Phineas. 2001.
Extração com solvente orgânico	Usa solventes como hexano, etanol ou metanol para extrair compostos lipofílicos do material vegetal. É eficiente para obter altos rendimentos, mas pode deixar resíduos de solventes e requer etapas adicionais de purificação.	QUEIROZ, Sonia. 2001.
Prensagem a frio	Método mecânico tradicional usado principalmente para óleos essenciais cítricos. O material vegetal é prensado para liberar o óleo, sem uso de calor ou solventes. Mantém o perfil aromático, porém é menos eficiente para materiais com baixa umidade.	ASBAHANI, A. El *et al*., 2015.
Extração por fluido supercrítico (SFE)	Utiliza fluidos em estado supercrítico, como o CO_2, para extrair compostos bioativos. É uma técnica "verde" que evita o uso de solventes orgânicos, produz extratos de alta qualidade, com melhor atividade funcional e biológica comparado a métodos tradicionais, como hidrodestilação, mas requer equipamentos especializados e pode ser dispendiosa.	ASBAHANI, A. El *et al*., 2015.

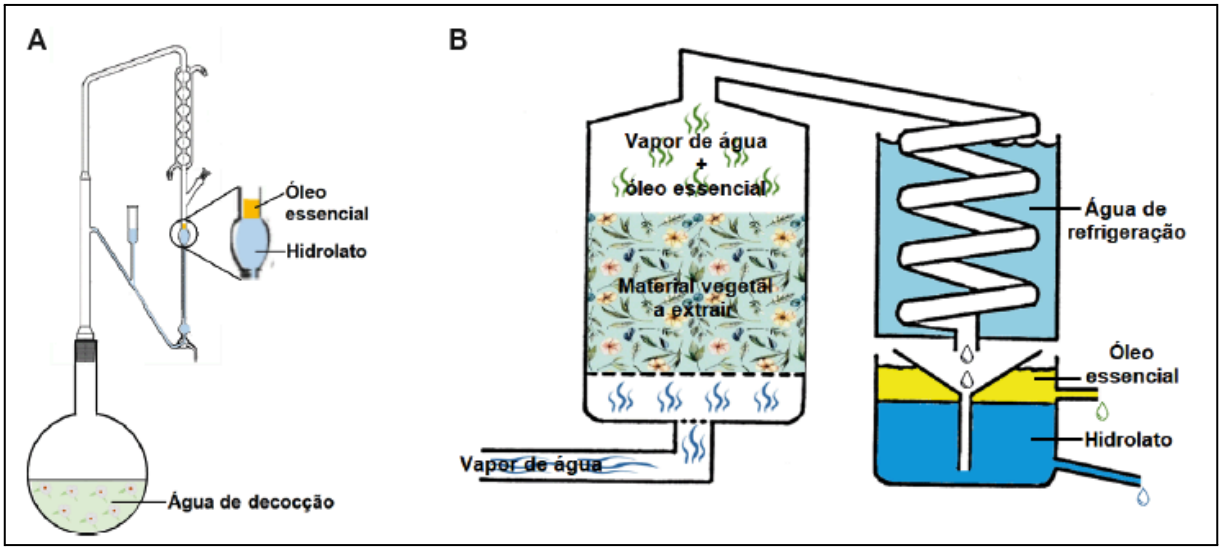
Extração com CO2 subcrítico	Variante do SFE, utilizando CO_2 em condições subcríticas para extrair compostos sensíveis ao calor. Tem menor eficiência de extração que o SFE, mas preserva melhor os compostos voláteis.	ASBAHANI, A. El *et al*., 2015.
Extração assistida de ultrassom (UAE)	Técnica emergente que utiliza ondas ultrassônicas para causar cavitação no solvente, causando danos ao tecido vegetal e facilitando a liberação de compostos bioativos. Reduz o tempo de extração e o consumo de solvente, mantendo a integridade dos compostos. O ultrassom pode ser aplicado como pré-tratamento ou simultaneamente à extração.	SANTOS, Tacila. 2022.
Extração assistida de micro-ondas (MAE)	As micro-ondas aquecem a água dentro das células vegetais, facilitando a liberação dos compostos. Oferece tempos de extração mais curtos e maior eficiência, mas pode causar degradação térmica em compostos sensíveis.	SANTOS, Tacila. 2022.
Extração por micro-ondas livre de solvente (SFMAE)	É uma combinação de aquecimento por micro-ondas e destilação a seco, realizada à pressão atmosférica sem a adição de solventes ou água. A isolação e concentração dos compostos voláteis são realizadas em uma única etapa. É altamente seletiva, não deixa resíduos tóxicos e preserva compostos termossensíveis, mas exige alto custo operacional.	LUCCHESI, Marie. 2004.
Hidrodifusão e Gravidade por micro-ondas	Técnica que combina o uso do micro-ondas e tira vantagem da gravidade para facilitar a liberação e separação dos compostos extraídos das plantas, que passam por um condensador na parte inferior do extrator. Reduz significativamente o tempo de extração e melhora a eficiência.	CHEMAT, Farid *et al*. 2006.
Extração enzimática	Utiliza enzimas como celulase, pectinase e hemicelulase para degradar a parede celular das plantas, aumentando a liberação de compostos bioativos. É um método eficiente para preservar a integridade dos compostos extraídos, mas tem alto custo e aplicação limitada em escala industrial devido à sensibilidade das enzimas às condições ambientais.	CHENG, Xian *et al*. 2015.
Campo elétrico pulsado (PEF)	Método não térmico que aplica pulsos elétricos de alta intensidade ao material vegetal, aumentando a permeabilidade das membranas celulares e facilitando a liberação de compostos. Preserva a qualidade dos compostos, mas ainda está em fase de pesquisa para aplicações em larga escala.	SANTOS, Tacila. 2022.

Fonte: Elaboração própria.

2.5. EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE MELALEUCA

Segundo a norma ISO 4730:2017, o óleo essencial comercial de Melaleuca deve ser obtido pela destilação por arraste à vapor (Figura 6 – B). Também existem as diretrizes da Farmacopeia Brasileira (6 ed), em que é descrito que o óleo essencial de melaleuca é volátil e obtido a partir da hidrodestilação (Figura 6 – A) de folhas e ramos terminais de *Melaleuca alternifolia* (Maiden & Betche) Cheel, contendo, no mínimo, 30,0% de terpinen-4-ol.

Figura 6 – Métodos de extração de óleos essenciais. A – Hidrodestilação. B – Destilação por arraste a vapor



Fonte: Adaptado de PEDRO, Luís. 2018.

A destilação por arraste a vapor (steam distillation ou SD) e a hidrodestilação (HD) são os processos mais utilizados para obtenção dos óleos essenciais pelas indústrias, uma vez que se constituem como metodologias simples e econômicas e por não utilizar solventes químicos. Estes métodos apresentam capacidades de recuperação significativas dos óleos essenciais e utilizam o vapor d'água como agente extrator (Pheko-Ofitlhile e Makhzoum, 2024; Prado *et al*., 2015; Silveira e Da Costa, 2015).

A destilação a vapor (SD) (Figura 6 - B) é utilizada para a extração de óleos essenciais de plantas sensíveis à temperatura. Este método consiste em expor o material vegetal ao vapor, resultando na coleta de compostos voláteis. A SD apresenta vantagens em relação à hidrodestilação, uma vez que as temperaturas mais baixas empregadas durante o processo reduzem a decomposição de compostos sensíveis ao calor presentes nas plantas (Pheko-Ofitlhile e Makhzoum, 2024).

Por outro lado, a hidrodestilação (HD) (Figura 6 - A) é uma variação da destilação a vapor, em que o material vegetal fica imerso em água e esta mistura de água e material sofre aquecimento, permitindo que os compostos voláteis sejam carregados pelo vapor, condensados e, em seguida, separados. No entanto, o aquecimento do material vegetal em

contato com a água pode levar à hidrólise de ésteres, à polimerização de aldeídos ou à decomposição de outros compostos mais sensíveis (Pheko-Ofitlhile e Makhzoum, 2024).

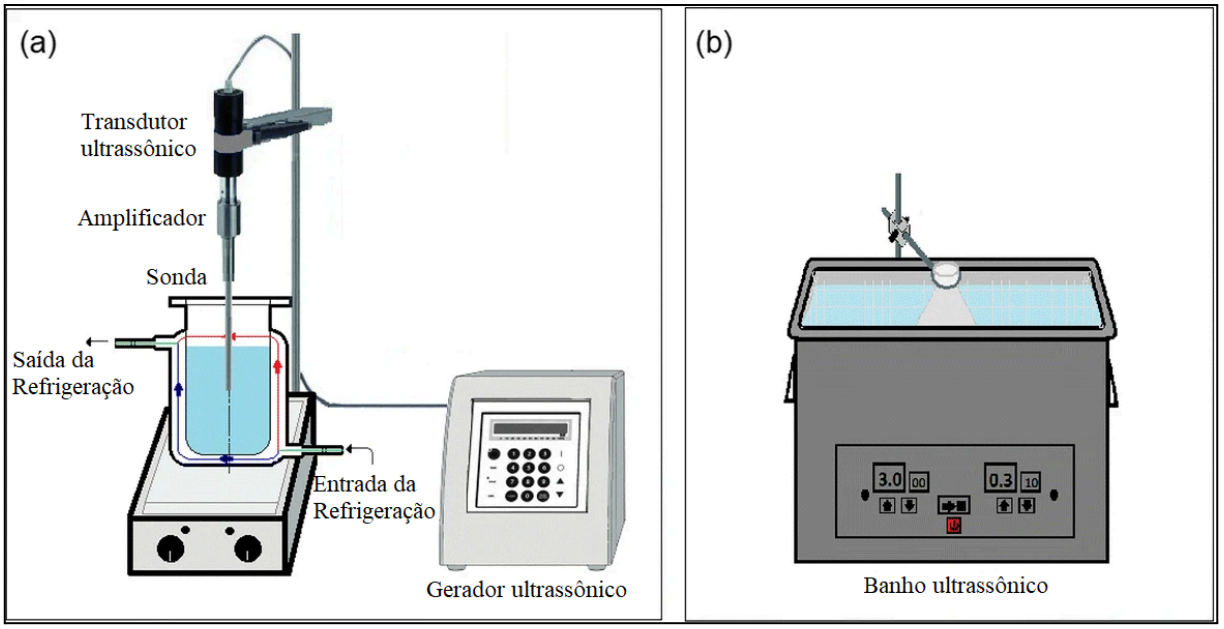
2.6. EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM (UAE)

A Extração Assistida por Ultrassom (UAE - Ultrasound-Assisted Extraction) é uma técnica que utiliza ondas ultrassônicas para aumentar a eficiência da extração de compostos bioativos de materiais vegetais, animais ou outros substratos. A UAE é considerada uma técnica ambientalmente amigável, alinhada aos princípios da "Química Verde" (Ferreira *et al*., 2020).

A UAE pode ser aplicada de formas distintas, atuando tanto como uma técnica de extração propriamente dita, quanto como parte de métodos híbridos. Nessa segunda abordagem, a UAE é empregada como uma etapa complementar, por exemplo, como pré-tratamento, e integrada a técnicas convencionais de extração, com o objetivo de otimizar o rendimento e a eficiência do processo (Chemat *et al*., 2017; Shen *et al.*, 2023). No presente estudo, a abordagem adotada corresponde ao uso do ultrassom como pré-tratamento, com o objetivo de potencializar o rendimento da hidrodestilação subsequente.

Para a realização do pré-tratamento ultrassônico, existem dois principais tipos de equipamentos: o sistema de contato direto (Figura 7 - A) e o sistema de contato indireto (Figura 7 - B). O sistema direto é composto por uma sonda ultrassônica inserida diretamente no recipiente contendo o material a ser sonicado, enquanto o sistema indireto, mais comumente chamado de banho ultrassônico, consiste na imersão do recipiente contendo o material em uma cuba ultrassônica preenchida com água (Sanjaya *et al*., 2022; Shen *et al.*, 2023).

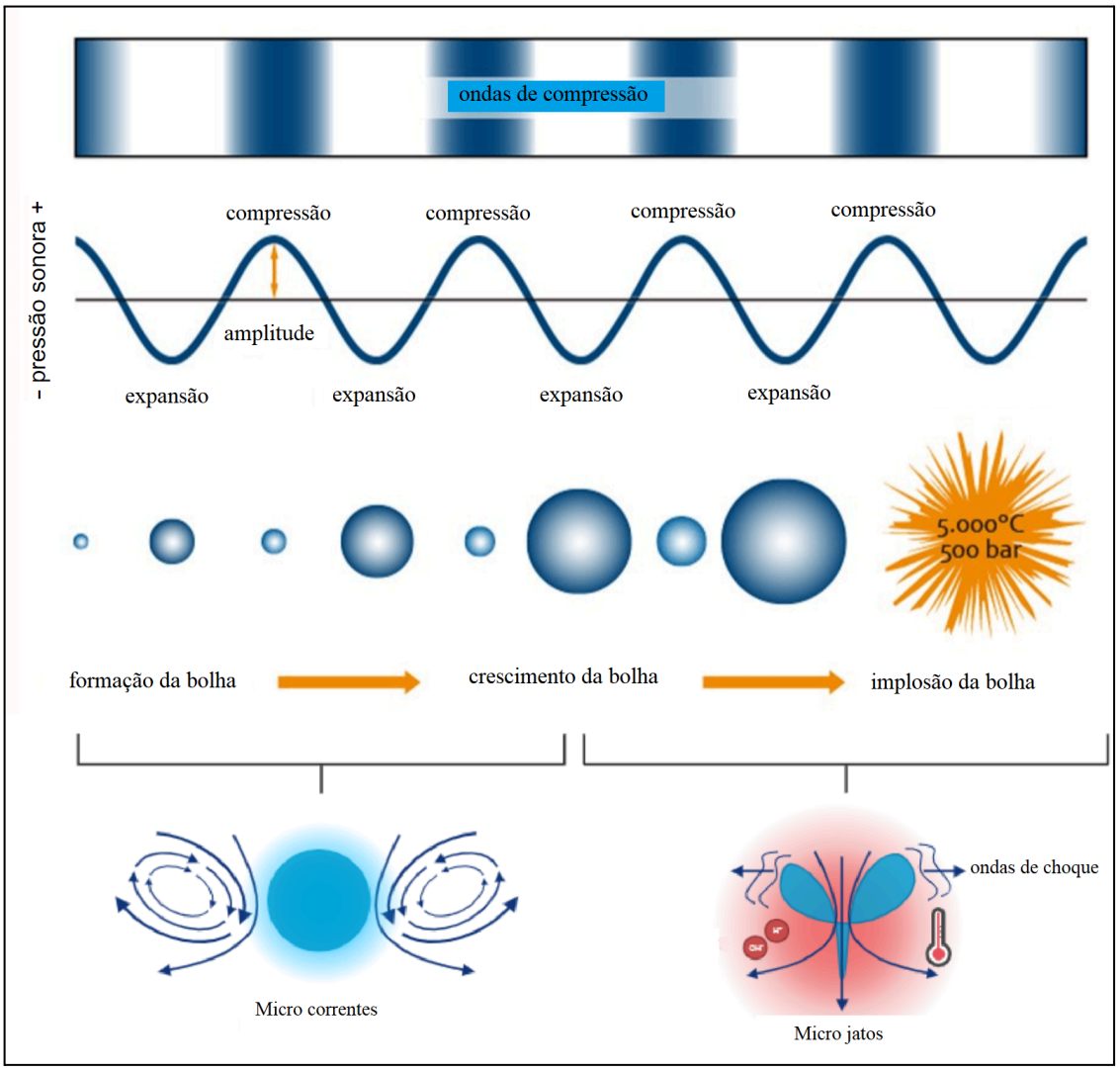
Figura 7 – Tipos de equipamento para sonificação. A) Sonicador tipo Sonda; B) Banho ultrassônico



Fonte: Adaptado de ILERI e SANLIYUKSEL, 2020.

O princípio fundamental da UAE é a utilização da cavitação ultrassônica, um fenômeno que envolve a formação e colapso de bolhas de vácuo induzidas pelas ondas ultrassônicas em um meio líquido (Figura 8), usualmente entre as frequências de 20 e 40 kHz. Este colapso gera microjatos que podem atingir de a velocidade de 200 a 700 m s^{-1}, que rompem os tecidos vegetais, facilitando a liberação de compostos como polifenóis, carotenóides, compostos aromáticos e polissacarídeos (Tzanakis *et al.*, 2014). A eficiência da UAE é influenciada por variáveis como temperatura, frequência e amplitude das ondas ultrassônicas, tipo de solvente, tempo de extração e características da matriz vegetal (Vinatoru *et al*. 1999; Yang e Zhang, 2008; Samaram *et al*., 2014; Ferreira *et al.*, 2020; Sanjaya *et al*., 2022).

Figura 8 – Dinâmica de formação da Cavitação ultrassônica



Fonte: Adaptado de GENGADEVI e MADAVAN, 2024.

A cavitação induzida pelo ultrassom facilita a liberação de óleo das matrizes celulares, permitindo que a extração ocorra sob condições mais brandas, o que resulta na preservação da qualidade do óleo extraído. A eficiência da cavitação ultrassônica pode ser influenciada pelas características do solvente utilizado, como viscosidade, tensão superficial e pressão de vapor de saturação. Recentes abordagens combinam o ultrassom com outras tecnologias, como a utilização de enzimas, extrações utilizando micro-ondas e extração supercrítica, para maximizar o rendimento e otimizar as propriedades físico-químicas dos óleos (Chemat; Zill-e-Huma; Khan, 2011; Sanjaya *et al*., 2022; Thilakarathna *et al*., 2023).

Embora a hidrodestilação seja amplamente utilizada na extração de óleos essenciais, essa técnica geralmente requer longos tempos de processamento. A extração assistida por ultrassom (UAE), ao incluir uma etapa de pré-tratamento do material vegetal antes da

destilação, pode reduzir o tempo de extração em até 85%, ao mesmo tempo em que aumenta a eficiência na extração de compostos bioativos, potencializando as atividades antioxidantes e antimicrobianas dos óleos essenciais (Morsy, 2015; Nora e Borges. 2017).

2.7. CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE MELALEUCA

O óleo essencial de melaleuca ou *Tea Tree Essential Oil* (TTO), é padronizado pela norma ISO 4730 de 2017. Segundo a norma, o óleo essencial de melaleuca (tipo terpinen-4-ol) pode ser obtido de duas espécies, a *Melaleuca alternifolia* ou *Melaleuca linariifolia*. Inicialmente, a *M. alternifolia* foi descrita como variante da *M. linariifolia*. Posteriormente as espécies foram classificadas como distintas, com a principal diferença apontada na inserção das folhas: opostas na *M. linariifolia* e alternadas na *M. alternifolia*. Os constituintes dos seus óleos essenciais das duas espécies do gênero *Melaleuca* destacadas acima são similares, havendo uma variação na proporção de seus compostos (Southwell e Stiff 1990; POWO, 2024).

As exigências mínimas estipuladas pela ISO 4730:2017 para categorização do óleo de melaleuca podem ser verificadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Requisitos estipulados pela ISO 4730:2017 para a categorização do óleo essencial de melaleuca produzido por destilação por arraste à vapor

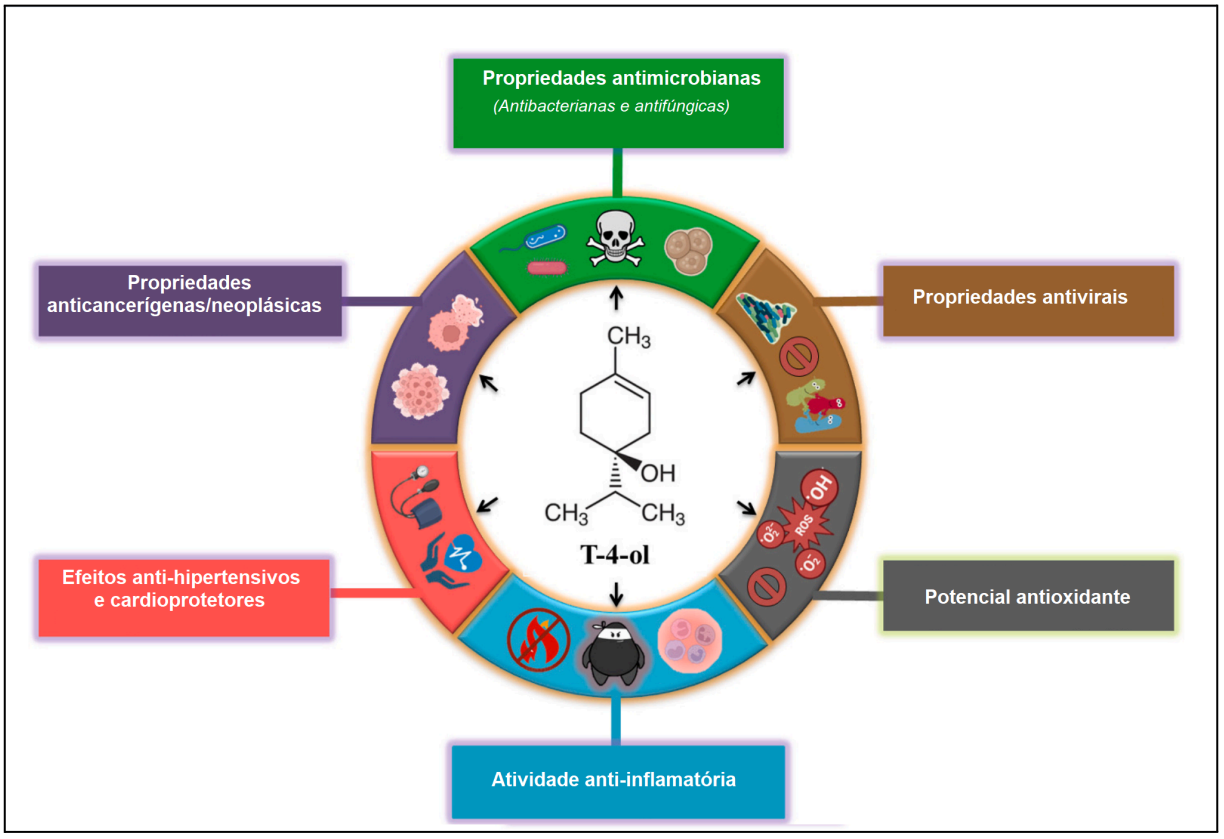
Característica	Exigências	Norma para teste
Aparência	Líquido claro e móvel	-
Coloração	Incolor a amarelo pálido	-
Odor	Característico	-
Densidade relativa a 20 °C	0,885 a 0,906	ISO 279
Índice de refração a 20 °C	1,475 a 1,482	ISO 280
Rotação óptica	Entre +7° a +12°	ISO 592
Miscibilidade em etanol 85% a 20 °C	Não deve ser necessário utilizar mais de 2 volumes de etanol 85% para obter uma solução límpida com 1 volume de óleo essencial	ISO 875

Fonte: ISO 4730:2017.

O óleo de *Melaleuca alternifolia*, presente em concentrações que variam de 1 a 3% da massa úmida da folha (Bayler, 1979; Doran *et al.*, 2006), é composto de hidrocarbonetos terpenóides, principalmente monoterpenos, sesquiterpenos e seus álcoois associados (Oliveira *et al.*, 2020). Apresenta quinze diferentes compostos químicos distintos produzidos pelo metabolismo secundário da planta, sendo os três principais o cineol, o terpinoleno e o 4-terpineol, sendo este último o mais importante (Johns, Johns e Rudolph, 1992; Keszlei, Hassan e Foley, 2010; Brophy, Craven e Doran, 2013; Silva, 2019).

Dentre os diversos compostos do óleo essencial de melaleuca (TTO), o 4-terpineol (Figura 9) é o componente de maior interesse, pois se destaca por possuir melhores qualidades terapêuticas dentre os demais. Apesar de ser encontrado em outras espécies, o 4-terpineol é geralmente um dos vários componentes minoritários, enquanto no TTO sua concentração pode ultrapassar 45% (Hart *et al.*, 2000; Bakkali *et al.*, 2008; Brophy, Craven e Doran, 2013; Silva, 2019).

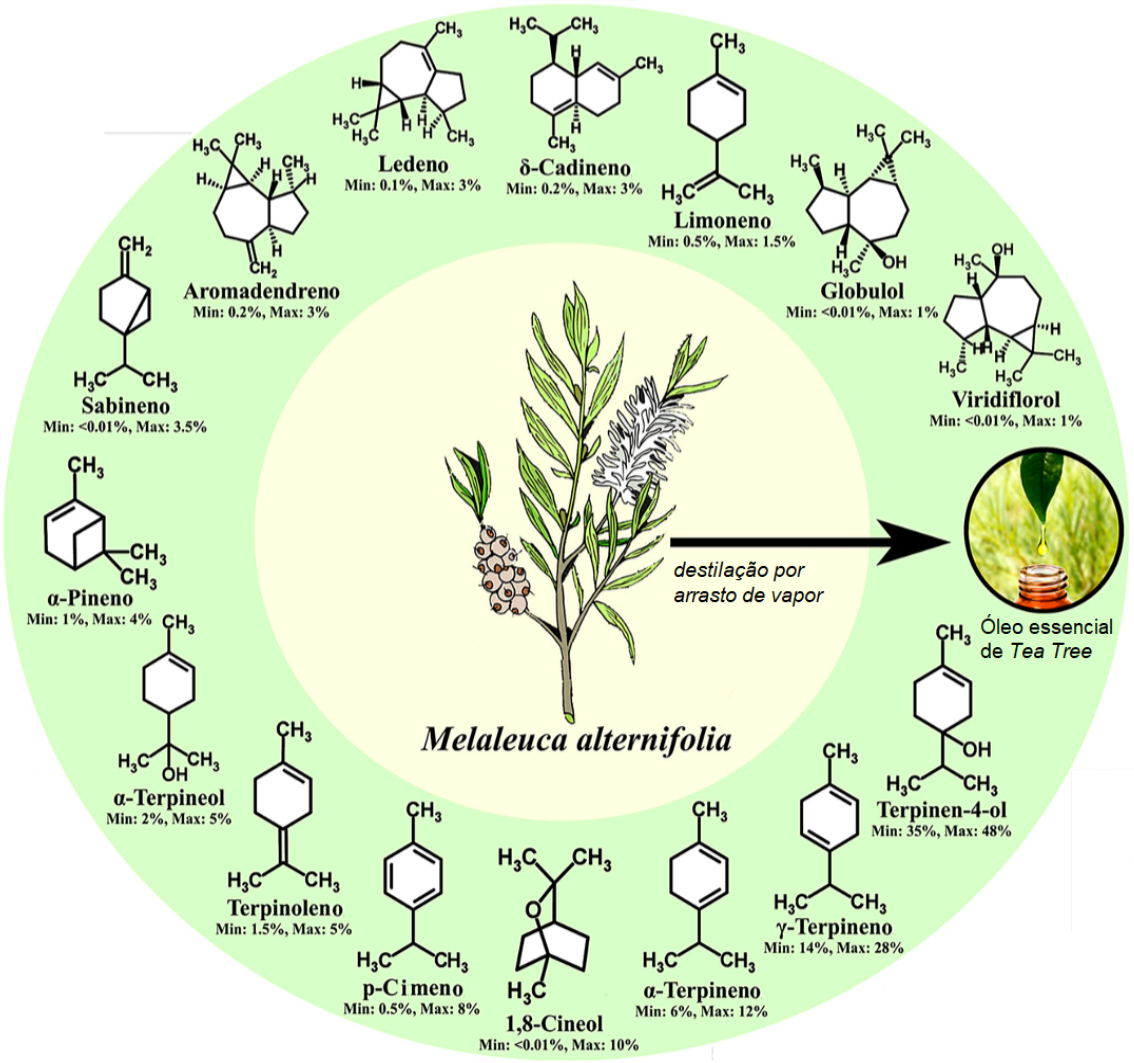
Figura 9 – Propriedades do 4-terpineol



Fonte: adaptado de Prerna *et al.*, 2024.

A norma ISO 4730:2017 também define as proporções esperadas para os principais compostos químicos presentes no óleo essencial de melaleuca (Figura 10).

Figura 10 – Perfil cromatográfico esperado para a caracterização do óleo essencial de melaleuca, definido pela ISO 4730:2017



Fonte: Adaptado de LAM *et al*, 2020.

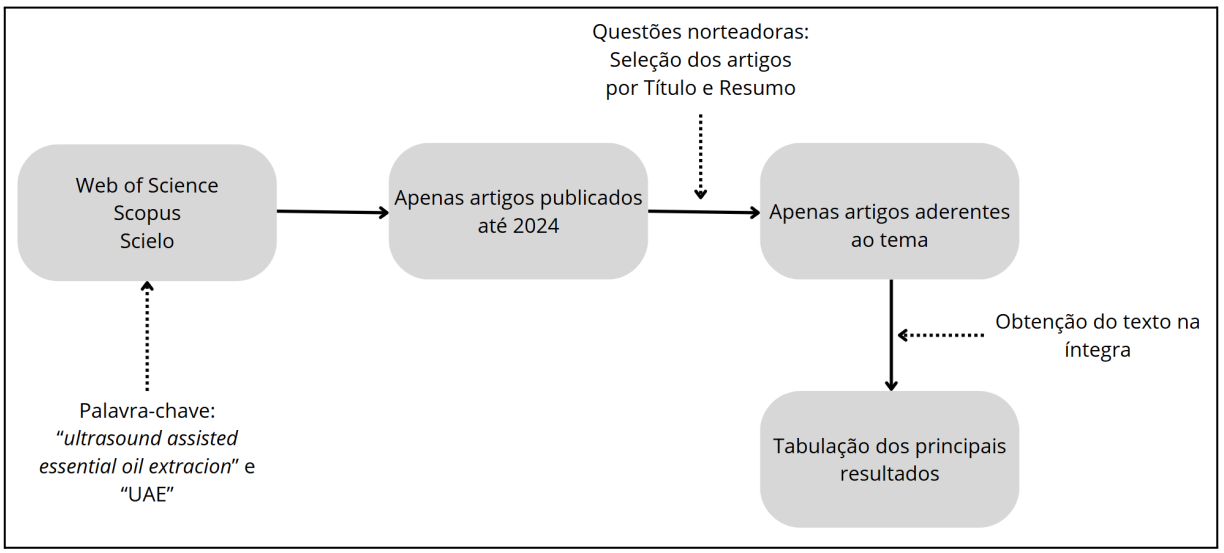
3. METODOLOGIA

3.1. ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO PARA A OBTENÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS: UMA REVISÃO SISTEMÁTICA DE LITERATURA

Com o objetivo de identificar o estado da arte e os avanços recentes no uso do ultrassom como pré-tratamento na extração de óleos essenciais, realizou-se uma busca sistemática na literatura científica. A pesquisa foi conduzida em três bases de dados reconhecidas: SciELO, Scopus e Web of Science. A definição das palavras-chave, bem como os critérios de inclusão e exclusão dos estudos, foram orientados por três perguntas norteadoras: (a) o ultrassom foi empregado como pré-tratamento na extração de óleos essenciais? (b) quais tipos de sistemas ultrassônicos foram utilizados? e (c) quais variáveis foram investigadas e quais foram os principais resultados obtidos? Com base nessas questões, adotou-se as palavras-chave "*ultrasound-assisted extraction*" e "*Essential oils*". Como critério de exclusão, foram considerados apenas artigos científicos, sem restrição quanto ao idioma, limitados ao ano de publicação até 2024.

A triagem dos estudos foi realizada de forma independente, inicialmente com a análise dos títulos e da aderência ao tema proposto. Em seguida, os resumos foram avaliados para confirmar a relevância dos trabalhos. Por fim, os artigos selecionados foram obtidos na íntegra para uma avaliação mais aprofundada e a subsequente tabulação dos dados (Figura 11).

Figura 11 – Fluxograma do processo de revisão sistemática realizado



Fonte: Autoria própria.

3.2. MATERIAL FRESCO

Foram coletados aproximadamente 15 kg de folhas e ramos terminais de *Melaleuca alternifolia* em um plantio comercial, no Sítio das Melaleucas, localizado a 875 metros do nível do mar, nas coordenadas 23°38'53.47" Sul, 47°18'56.50" Oeste, no município de Ibiúna, estado de São Paulo. A classificação climática (*Köppen*) do município é Cwa - Clima subtropical de inverno seco e verão quente, precipitação média anual de 1.400 mm e solo predominantemente latossolo vermelho-amarelo (Oliveira, 1999; Andreoti, 2012).

O plantio (Figura 12) está em seu quinto ciclo de corte, que ocorre de forma anual, quando os indivíduos estão entre 2 a 2,5 metros de altura.

Figura 12 – Plantio de *Melaleuca alternifolia*, Sítio das Melaleucas, Ibiúna - SP



Fonte: Autoria própria, 2024.

Após a coleta, o material passou por separação manual de seus ramos terminais (Figura 13) que foram então acondicionados em sacos plásticos para transporte, posteriormente foram armazenados sob refrigeração a 2 °C.

Figura 13 – Material coletado em campo



Fonte: Autoria própria, 2024.

3.3. OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO ASSISTIDA DE ULTRASSOM (UAE)

Foram testadas a influência de três variáveis no rendimento da extração do óleo essencial (Tabela 3): i) tempo de sonicação; ii) temperatura do banho ultrassônico e, iii) razão entre a quantidade de solvente (água) e sólido. Estas variáveis e seus diferentes níveis foram selecionados tendo como base os parâmetros utilizados por Li *et al.* (2018, p. 3).

Tabela 3 - Tratamentos testados na UAE

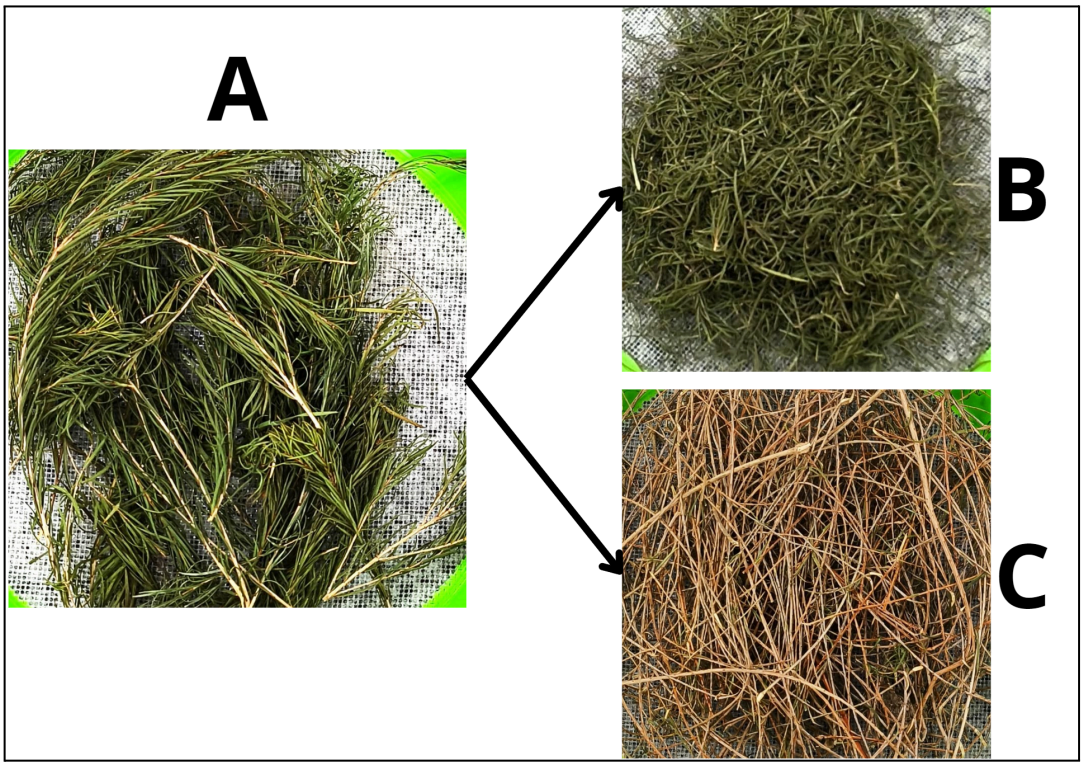
Variável	**Níveis**
Tempo de sonicação	10, 20, 30 e 40 minutos
Temperatura do banho ultrassônico	25 °C, 45 °C e 60 °C
Razão líquido/sólido (RLS)	10, 15 e 20 mL g^{-1}

Para verificar o efeito do tempo de sonicação no rendimento das extrações do óleo essencial de melaleuca, foram realizados ensaios variando o tempo em banho ultrassônico de 0 (controle, sem sonicação), 10, 20, 30 e 40 minutos. As temperaturas usadas para extração foram de 25 °C (ambiente), 40 °C e 60 °C. O aquecimento do banho ultrassônico foi realizado pelo próprio equipamento, e para acompanhar a temperatura em tempo real foi utilizado termômetro digital. Para avaliar a influência da quantidade de solvente no rendimento da extração, foram testadas as Razões Líquido/Sólido (RLS) nas proporções de 10, 15 e 20 ml g^{-1}. O tratamento controle foi realizado sem a utilização da sonicação, em temperatura ambiente (25 °C) e RLS de 10 ml g^{-1}. Todos os ensaios foram realizados em triplicata.

3.3.1.**Preparo das Amostras**

Para o preparo das amostras o material foi retirado previamente da refrigeração até atingir a temperatura ambiente e submetido novamente à separação manual, a fim de se obter somente as folhas, as quais foram separadas em porções com 20 g de massa fresca (Figura 14).

Figura 14 – Processo de beneficiamento dos ramos terminais *M. alternifolia*. A- ramos terminais com folhas; B- Folhas beneficiadas; C- ramos terminais desfolhados



Fonte: autoria própria, 2024.

3.3.2.**Pré-tratamento com Ultrassom**

O pré-tratamento com ultrassom foi conduzido utilizando aparelho banho de ultrassom da marca CO-Z, com capacidade para até 10 L, potência de ultrassom de 240 watts nominais (intensidade ultrassônica de 0,32 w cm^{-2})e 300 watts de potência de aquecimento (Figura 15). Para cada ensaio foram utilizadas 20 g de folhas de *M. alternifolia* e diferentes volumes de água, obedecendo o design experimental (RLS 10, 15 e 20 mL g^{-1}), adicionados a um balão de fundo redondo com capacidade para 1.000 mL. Com o auxílio de suporte universal e uma garra simples, o balão de fundo redondo foi inserido e fixado de forma segura dentro da cuba de ultrassom para a sonicação, que foi preenchida com 7 litros de água, com o tempo de sonicação variando de 10 à 40 minutos e a temperatura do banho variando de 25 °C à 60 °C.

Figura 15 – Folhas de *M. alternifolia* em processo de sonicação em cuba ultrassônica (pré-tratamento)



Fonte: Autoria própria.

3.3.3. **Hidrodestilação com Aparato de Clevenger**

Após o pré-tratamento com ultrassom, a extração do óleo essencial de Melaleuca foi realizada pelo método de hidrodestilação, utilizando aparelho de destilação Clevenger, que permite o reaproveitamento do solvente (água) pelo refluxo e também possibilita a leitura precisa de volumes de óleo essencial de até 0,05 mL.

Com o auxílio de um suporte universal e duas garras, o aparelho foi acoplado em um balão de fundo redondo de 1.000 mL e a um condensador em sua parte superior (Figura 16). Como fonte de calor, foi utilizada uma manta de aquecimento Fisatom modelo 102E, com capacidade para balões de 1.000 mL e 330 W de potência de aquecimento, operando à temperatura de 98 °C. As extrações foram feitas utilizando 20 g de material vegetal fresco previamente sonicados. As leituras do volume de óleo essencial foram realizadas em intervalos

de 10 minutos e o tempo de extração utilizado foi de 120 minutos após a primeira gota de condensação ser formada ou até o volume de óleo extraído permanecer inalterado por mais de 30 minutos.

Figura 16 – Aparelho de destilação Clevenger para extração de óleos essenciais



Fonte: Autoria própria.

3.4. DETERMINAÇÃO DO RENDIMENTO DO ÓLEO ESSENCIAL

O cálculo do rendimento das extrações foi realizado com base nos volumes de óleo essencial obtido para a massa de material vegetal utilizada no início de cada um dos ensaios. O rendimento foi calculado de acordo com a Equação 1 (Jafari; Zandi; Ganjloo, 2023):

$$= \frac{Vf}{Mi} x100 \qquad \text{Equação (1)}$$

Em que:

TO = Teor de óleo (mL de óleo essencial em 100 g de biomassa) ou rendimento de extração (%);

Vf = Volume de óleo extraído (mL);

Mi= Massa inicial da biomassa (g).

3.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA E OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO

A análise estatística foi utilizada para avaliar a existência de diferenças significativas entre as variáveis e entre seus diferentes níveis. As análises estatísticas foram realizadas utilizando o Ambiente Estatístico *R* versão 4.0.2 (R CORE TEAM, 2020), um nível de significância de 5%. Todos os experimentos foram realizados em triplicata, resultando em 108 ensaios, totalizando 111 quando somados ao experimento controle.

O delineamento experimental deste trabalho conta com 3 fatores em diferentes níveis, sendo eles:

- Temperatura do banho ultrassônico: 3 níveis (25 °C, 40 °C, 60 °C);
- Tempo de ultrassom: 4 níveis (10, 20, 30 e 40 minutos);
- Razão líquido (solvente) para sólido: 3 níveis (10, 15 e 20 mL g^{-1});

O delineamento fatorial completo resultante é:
3 (temperaturas) x 4 (tempo) x 3 (razões) = 36 tratamentos.

Para a análise dos dados de rendimento do óleo essencial obtidos nos experimentos, foi utilizado um Modelo Linear Misto (LME) (Pinheiro; Bates, 2000), que considera tanto efeitos fixos quanto aleatórios, a fim de se obter os parâmetros otimizados para a UAE. O ajuste do modelo foi realizado utilizando o método de máxima verossimilhança restrita (REML). Uma característica importante do modelo ajustado foi a incorporação de uma estrutura de variância heterogênea para os erros residuais, considerando que a variabilidade dos dados pode variar em função do tempo de sonicação, conforme a equação 2:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + u_l + \varepsilon_{ijk} \qquad \text{Equação (2)}$$

Em que:

Y_{ijk} = Rendimento do óleo essencial observado para a combinação dos fatores Temperatura (i), Tempo (j) e Razão (k).

μ = Intercepto, representando a média geral do rendimento;

α_i = Efeito fixo da Temperatura (i=25, 40 e, 60 °C);

β_j =Efeito fixo do Tempo de sonicação (j= 0, 20, 30, 40 minutos);

γ_k = Efeito fixo da Razão Líquido/Sólido (RLS) (k= 10, 15 e 20 mL g^{-1})

$u_l\ N\left(0, \sigma_u^2\right)$ = Efeito aleatório da Repetição (l), assumindo distribuição normal com média zero e variância σ_u^2;

$\varepsilon_{ijk}\ N\left(0, \sigma_u^2\right)$ = Erro residual associado à observação, com variância heterocedástica (σ_j^2) que varia em função do Tempo.

O modelo foi escolhido em detrimento de modelos lineares simples devido à sua capacidade de lidar com dados hierárquicos e a presença de efeitos aleatórios associados às repetições experimentais, além de permitir a modelagem da heterocedasticidade dos resíduos.

3.6. ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA - ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)

Com o objetivo de verificar possíveis alterações na composição química do óleo essencial de Melaleuca alternifolia após a aplicação do pré-tratamento ultrassônico, foi realizada uma análise espectroscópica comparativa entre o óleo extraído experimentalmente e um óleo essencial comercial de referência.

As análises foram conduzidas utilizando espectrômetro de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) (Agilent, modelo Cary 630 FTIR), equipado com acessório de Reflexão Total Atenuada (ATR). As amostras foram aplicadas diretamente sobre o cristal de ATR, garantindo contato uniforme para aquisição dos espectros.

Os espectros foram registrados na faixa espectral de 4.000 a 750 cm^{-1}, com resolução espectral adequada para a identificação das principais bandas vibracionais características dos constituintes do óleo essencial. As medidas foram expressas em função da transmitância em relação ao número de onda.

Posteriormente, os dados espectrais foram processados utilizando o software OriginPro 2025. Foram aplicados procedimentos de normalização dos espectros, suavização das curvas para redução de ruídos e correção da linha de base (baseline correction), a fim de melhorar a interpretação e a comparação dos perfis vibracionais entre as amostras analisadas.

3.7. ANÁLISE ECONÔMICA

A análise econômica foi realizada com base na avaliação do consumo energético dos processos de hidrodestilação convencional e da hidrodestilação com pré-tratamento ultrassônico (UAE) sob as condições operacionais otimizadas. O consumo de energia elétrica foi monitorado utilizando um wattímetro digital, registrando-se o consumo acumulado (kWh) dos equipamentos empregados em cada etapa do processo.

Para a hidrodestilação convencional, a medição do consumo energético considerou exclusivamente o período de destilação. No caso da hidrodestilação precedida pelo pré-tratamento ultrassônico, o consumo foi registrado tanto durante a operação do banho ultrassônico, incluindo a sonicação e o eventual aquecimento do banho, quanto durante o processo de destilação subsequente.

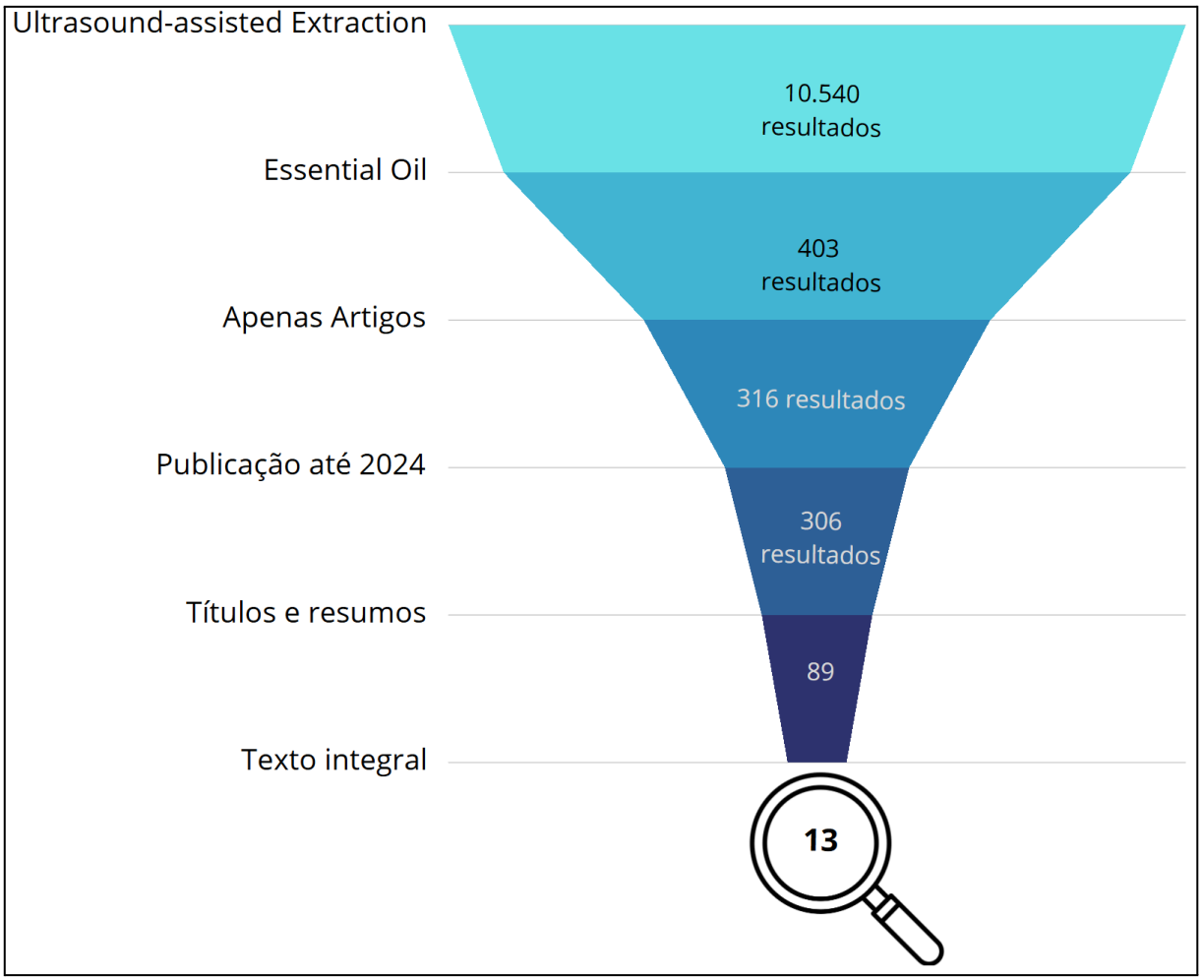
Essa abordagem permitiu quantificar o impacto do pré-tratamento ultrassônico no consumo energético total, fornecendo subsídios para a análise da viabilidade econômica da técnica. Além do rendimento de extração, foram considerados os custos operacionais associados ao consumo de energia elétrica e ao tempo total de processamento.

4.RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO PARA A OBTENÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS

Foram encontrados 10.540 trabalhos relacionados à UAE, com redução para 403 artigos após a utilização da segunda palavra-chave "*Essential Oil*" e exclusão dos resultados duplicados entre as bases de dados. Após a aplicação dos filtros e com com base nos critérios de exclusão e questões norteadoras, foram selecionados 13 trabalhos que demonstraram maior aderência ao tema da pesquisa e que utilizaram especificamente o ultrassom como pré-tratamento na extração de óleos essenciais (Figura 17).

Figura 17- Processo de seleção de artigos para a revisão



Fonte: Autoria própria

Posteriormente, realizou-se a tabulação dos principais resultados de forma padronizada (Tabela 4).

Tabela 4 – Trabalhos selecionados sobre a aplicação do ultrassom como pré-tratamento na extração de óleos essenciais

Espécie	Nome científico	Principais resultados	Referência
Pimenta Rosa	*Schinus terebinthifolius* Radd	Ganho de 58% no rendimento; Aumento na densidade do óleo.	DE OLIVEIRA, Fabricia *et al*., 2022.
Tomilho	*Thymus vulgaris* L.	Ganho de 9% no rendimento.	KOWALSKI, Radosław *et al*., 2009.
Menta Piperita	*Mentha piperita* L.	Ganho de 10,60% no rendimento.	KOWALSKI, Radosław *et al*., 2015.
Camomila	*Chamomilla recutita* L.	Não houve diferenças significativas.	KOWALSKI, Radosław *et al*., 2015.
Orégano	*Origanum majorana* L.	Ganho de 12,38% no rendimento.	KOWALSKI, Radosław *et al*., 2015.
Lavandin	*Lavandula intermedia* var. Grosso	Não houve diferenças significativas.	PÉRINO-ISSARTIER, Sandrine *et al*., 2013.
Cardamomo	*Elettaria cardamomum* L. Maton	Ganho de 4,96% no rendimento; Redução de 83,33% no tempo de extração.	MORSY, Nashwa, 2015.
Alcaravia	*Carum carvi* L.	Ganho de 2,38% no rendimento; Redução >50% no tempo de extração.	ASSAMI, Karim *et al*., 2012.
Limão Rugoso	*Citrus jambhiri L.*	Ganho de 39% no rendimento.	PRIYADARSHI, Swati *et al*., 2021.
Oliva	*Olea europaea L.*	Ganho de 6,5% no rendimento.	NARDELLA, Marco *et al*., 2021.
Melissa	*Melissa officinalis* L.	Não houve ganho significativo no rendimento; Redução de 50% no tempo de extração.	UYSAL, Burcu. 2010.
Louro	*Laurus nobilis* L.	Não houve ganho significativo no rendimento; Redução de 50% no tempo de extração.	UYSAL, Burcu. 2010.
Melaleuca armillaris	*Melaleuca armillaris* (Sol. Ex Gaertu) Sm.	Ganho de 46% no rendimento; Redução >30% no tempo da extração.	CHABIR, Naziha *et al*., 2009
Melaleuca bracteata	*Melaleuca bracteata* F. Muell	Ganho de 346% no rendimento.	LI, Yongyu *et al*., 2018.
Estragão	*Artemisia dracunculus L.*	Sem ganhos significativos no rendimento; Aumento da eficiência da extração.	BAHMANI, Leila *et al*., 2018.
Alecrim	*Rosmarinus officinalis L.*	Ganho de 135% da presença de Ácido rosmarínico extraído.	KHADHRAOUI, Boutheina *et al*., 2018.
Capim limão	*Cymbopogon citratus*	Ganho de 14% no rendimento.	DHOTRE, Irsha. 2024.

Fonte: Autoria própria.

Não foram encontrados na literatura resultados específicos sobre a aplicação do ultrassom como pré-tratamento na extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia*, evidenciando o caráter inédito deste estudo. No entanto, dentro do gênero Melaleuca, Li *et al*. (2018) reportaram resultados promissores com a aplicação do ultrassom como pré-tratamento na extração do óleo essencial de folhas secas e trituradas de *Melaleuca bractea*, obtendo um aumento de 346% no rendimento em comparação à hidrodestilação convencional. De maneira semelhante, Chabir *et al*. (2009) observaram ganhos de 46% no rendimento do óleo essencial de *Melaleuca armillaris*, além de uma redução significativa no tempo de extração. Ressalta-se que, em ambos os estudos citados, foi incorporada uma etapa prévia de secagem e trituração do material vegetal antes do processo de extração, procedimento que não foi adotado no presente trabalho. A inclusão dessa etapa favorece a ruptura das estruturas celulares, amplia a área de contato entre o material vegetal e o meio extrator, além de reduzir a formação de emulsões, o que, em conjunto, contribui para o aumento do rendimento do óleo essencial. No entanto, é importante considerar que essa etapa adicional pode representar um custo significativo no processo produtivo, sobretudo em escala industrial.

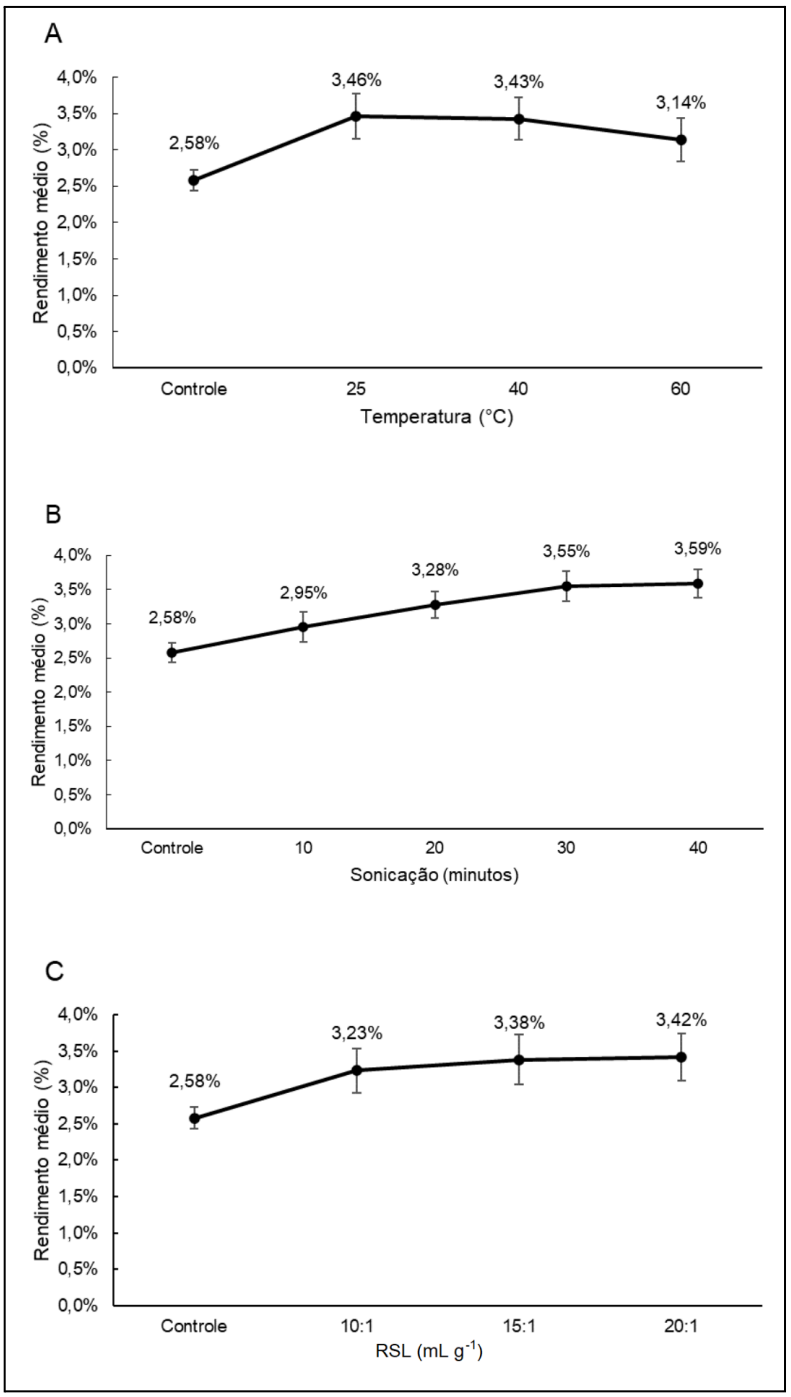
A análise da literatura revelou que, na maioria dos estudos, a extração dos óleos essenciais foi conduzida por meio de hidrodestilação, utilizando predominantemente o aparelho de Clevenger. No que se refere ao pré-tratamento ultrassônico, foram identificados trabalhos que adotaram tanto sistemas de banho ultrassônico (com contato indireto) quanto sistemas de sonda ultrassônica (com contato direto), operando em frequências variando entre 20 e 40 kHz e potências compreendidas entre 60 e 600 W. Alguns autores, como Uysal (2010) e Bahmani *et al*. (2018), embora não tenham observado ganhos expressivos no rendimento do óleo essencial com UAE, relataram uma redução significativa no tempo de extração. Esse efeito representa um aumento na eficiência do processo, mitigando uma das principais limitações da hidrodestilação tradicional, que é a necessidade de longos períodos para a obtenção dos óleos essenciais.

4.2. OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO ASSISTIDA DE ULTRASSOM (UAE)

Os resultados demonstraram que houve impacto positivo e significativo no rendimento do óleo essencial nos experimentos em que o pré-tratamento com ultrassom foi utilizado quando comparada ao tratamento controle, momento que o ultrassom não foi utilizado, como pode ser verificado na Figura 18. Os valores de rendimento obtidos também estão dentro dos

encontrados em literatura, que variam de 1 a 3% (de Figueiredo, 2006; Carson; Hammer; Riley, 2006).

Figura 18 – Rendimento médio de óleo essencial de *M. alternifolia* obtidas pela extração assistida por ultrassom pelo efeito da Temperatura (A), Tempo de sonicação (B) e Razão Líquido Sólido (C)



Fonte: autoria própria.

Os rendimentos das extrações foram modelados utilizando um Modelo Linear de Efeitos Mistos (LME). A fórmula do modelo ajustado pode ser representada por:

$$Y_{ijk} = \beta_0 + \beta_1 \text{Temperatura}_i + \beta_2 \text{Tempo}_j + \beta_3 \text{Razão}_k + u_i + \varepsilon_{ijk}$$

Onde:

Y_{ijk} = rendimento do óleo essencial;

β_0 = intercepto;

β_1, β_2, β_3 = coeficientes dos efeitos fixos de temperatura, tempo e razão líquido/sólido, respectivamente;

u_i = representa o efeito aleatório associado às repetições, com distribuição normal de média zero e variância σ_u^2;

ε_{ijk} = erro residual, assumindo variância heterogênea σ_j^2, dependente do tempo de sonicação.

Os parâmetros estimados para os desvios-padrão residuais podem ser conferidos na Tabela 5 e os coeficientes do modelo ajustado podem ser encontrados na Tabela 6.

Tabela 5 – Parâmetros estimados para os desvios-padrão residuais

Tratamento	Parâmetro estimado
Controle (0 minutos)	1,0000
10 minutos	0,5750
20 minutos	0,5828
30 minutos	0,8614
40 minutos	0,7066

Fonte: autoria própria.

Tabela 6 – Coeficientes do modelo (LME) ajustado

Parâmetro	Coeficiente (β)	t-valor	p-valor
Intercepto	0,02588	56,82	<0,001
Temperatura 40 °C	-0,0003	-1,09	0,276
Temperatura 60 °C	-0,00296	-10,65	<0,001
Tempo 10 min	0,0037	8,82	<0,001
Tempo 20 min	0,00694	16,48	<0,001
Tempo 30 min	0,00963	20,04	<0,001
Tempo 40 min	0,01009	22,64	<0,001
Razão 15	0,00126	4,53	<0,001
Razão 20	0,00185	6,67	<0,001

Intercepto: valor médio no grupo de referência (25 °C, sem sonicação e razão 10 mL g^{-1}).

Fonte: autoria própria.

O ponto ótimo previsto pelo modelo, ou seja, o cenário com o maior rendimento de óleo essencial, indica que as condições para extração são temperatura de 25°C, 40 minutos de sonicação e RLS de 20 mL g^{-1}, prevendo um rendimento entre o intervalo de 3,65% a 3,92% com 95% confiança.

A qualidade do ajuste do modelo (LME) foi avaliada por meio de métricas de desempenho, incluindo o Erro Percentual Absoluto Médio (MAPE), a Raiz do Erro Quadrático Médio em termos percentuais (RMSE%), o Erro Percentual Médio (MPE) e o Coeficiente de Variação Residual (S_{yx}).

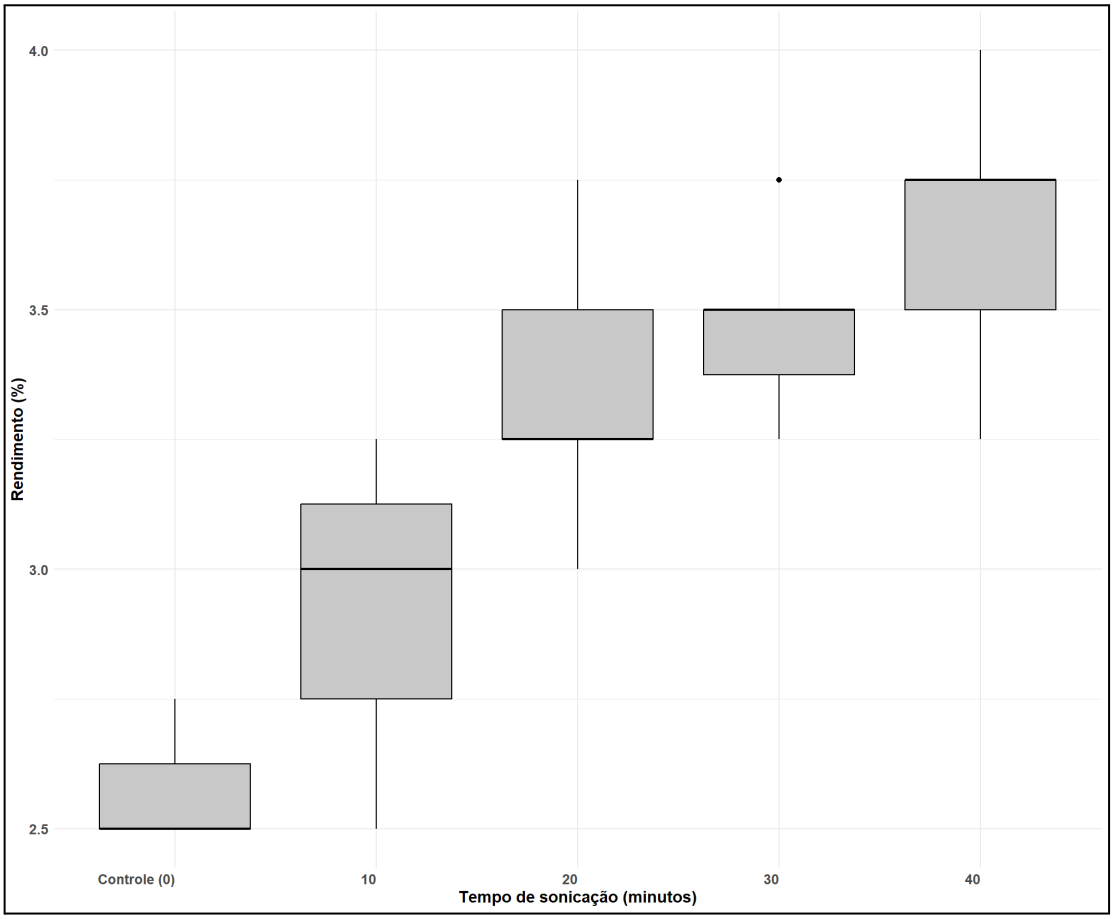
O MAPE do modelo foi de 3,55%, indicando que, em média, as previsões do rendimento do óleo essencial diferem dos valores observados em 3,55%. O RMSE % apresentou valor de 4,36%, refletindo o erro médio do modelo com maior penalização para desvios mais extremos. O MPE foi de 0,16%, evidenciando um viés mínimo do modelo. Esse valor positivo, porém próximo de zero, indica uma leve tendência do modelo em superestimar o rendimento, embora essa diferença seja praticamente insignificante do ponto de vista prático. Por fim, o Erro Padrão Residual (S_{yx}) foi de 5,93%, o que demonstra uma variabilidade moderada dos resíduos em relação à média do rendimento.

Em conjunto, esses indicadores confirmam que o modelo LME apresenta um bom ajuste aos dados experimentais, com alta capacidade preditiva e erros residuais controlados, sendo adequado para a análise do rendimento do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* sob diferentes condições experimentais.

4.2.1. **Efeito do Tempo de Sonicação no Rendimento da Extração**

A análise de variância (ANOVA) demonstrou que o tempo de sonicação exerceu influência significativa sobre o rendimento da extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* ($p < 0{,}001$), conforme apresentado na Figura 19. A aplicação do pré-tratamento ultrassônico resultou em ganhos significativos em todos os níveis testados em comparação ao controle (sem sonicação). Esse efeito é atribuído à intensificação do fenômeno de cavitação, que rompe as estruturas celulares, aumenta a área de contato entre o solvente e os constituintes ativos, e facilita a liberação dos compostos voláteis (Vinatoru *et al*., 1999; Kumar *et al*., 2021).

Figura 19 – Gráfico Boxplot para o efeito do tempo de sonicação, em 0 (controle), 10, 20, 30 e 40 minutos.



Fonte: autoria própria.

Conforme evidencia a Figura 19, há uma tendência clara de aumento no rendimento com o prolongamento do tempo de sonicação. A mediana de rendimento cresce de forma contínua entre os tratamentos, refletindo o efeito acumulativo do ultrassom sobre a matriz

vegetal. Ainda assim, a resposta não segue uma progressão linear: os maiores incrementos relativos ocorrem entre os tratamentos de 10 e 20 minutos, enquanto os tempos de 30 e 40 minutos apresentam rendimentos mais altos, porém com incrementos marginais menores.

A Tabela 7 resume os valores médios de rendimento, variabilidade, tempo de extração e taxa média de extração. O rendimento mais elevado foi obtido com 40 minutos de sonicação (3,59%), representando um acréscimo de 39,1% em relação ao controle (2,58%). Apesar disso, os maiores ganhos proporcionais foram registrados entre 10 e 20 minutos, indicando que esse intervalo concentra o impacto mais expressivo do ultrassom sobre os tecidos vegetais, possivelmente por atuar sobre células ainda intactas e mais suscetíveis à ruptura.

Tabela 7 – Rendimento médio de óleo essencial de *M. alternifolia*, obtido pela extração assistida por ultrassom (UAE) com diferentes tempos de sonicação

Sonicação (min)	Rendimento médio (%)	Desvio padrão (%)	CV (%)	Tempo médio de extração (min)	Desvio Padrão (min)	Taxa média de extração (mL min^{-1})
Controle [a]	2,58%	0,14	5,59%	76,67	5,77	0,0067
10 [b]	2,95%	0,22	7,44%	52,22	8,92	0,0113
20 [c]	3,28%	0,20	6,11%	65,56	15,02	0,0100
30 [d]	3,55%	0,22	6,19%	77,04	14,89	0,0092
40 [d]	3,59%	0,21	5,84%	78,15	11,45	0,0092

Letras diferentes indicam uma diferença estatística com um nível de confiança de 95% (Teste de Tukey).
Fonte: Autoria própria.

Observa-se uma redução gradual no coeficiente de variação do rendimento médio, com o aumento do tempo de sonicação, sugerindo maior estabilidade e reprodutibilidade da extração nos tratamentos mais longos. A taxa média de extração foi mais alta no pré-tratamento de 10 minutos, diminuindo gradualmente nos tempos seguintes. Esse resultado reforça a ideia de que os primeiros minutos do pré-tratamento são os mais eficientes em termos de rendimento por unidade de tempo.

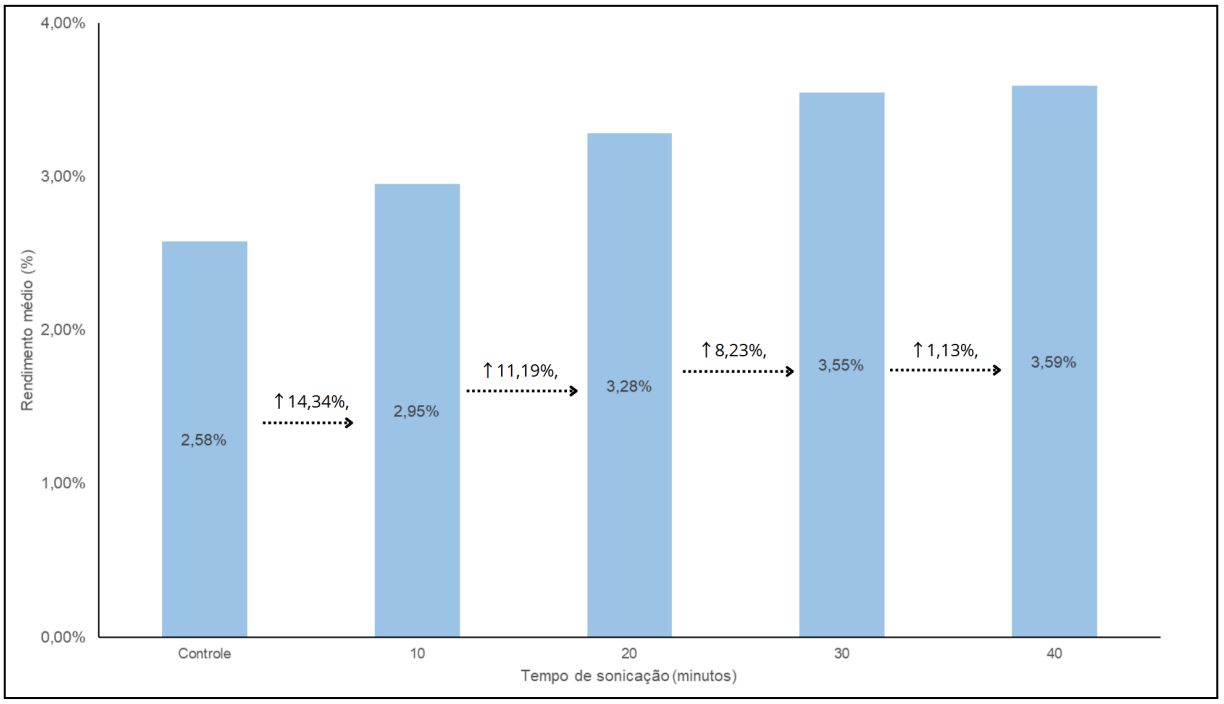
O desvio padrão do tempo médio de extração apresentou um comportamento peculiar: foi mais baixo no tratamento controle (5,77 min), elevou-se ligeiramente aos 10 minutos (8,92 min), atingiu o pico aos 20 minutos (15,02 min) e passou a decrescer progressivamente nos tratamentos de 30 (14,89 min) e 40 minutos (11,45 min). Esse padrão pode indicar que, embora os primeiros minutos de sonicação aumentem a variabilidade do processo, possivelmente por efeitos ainda incipientes de ruptura celular e distribuição desigual da cavitação, tempos mais prolongados parecem uniformizar o processo de extração, favorecendo um ambiente mais estável e previsível.

Vale destacar que a maior variabilidade observada no tempo médio de extração para o pré-tratamento com 20 minutos de sonicação pode também estar relacionada a fatores operacionais. Apesar do cuidado na padronização dos procedimentos, algumas variações sutis podem ter contribuído para essa instabilidade. Entre os possíveis fatores estão: pequenas diferenças na espessura, umidade ou integridade das folhas; variações no posicionamento do balão dentro da cuba ultrassônica, que pode afetar a distribuição da intensidade das ondas de cavitação e oscilações térmicas no banho ultrassônico.

O aumento do rendimento da extração pode ser explicado pela intensificação dos efeitos provocados pela cavitação, que promove maior hidratação e turgidez dos tecidos, além da formação de poros e fragmentação das células, facilitando a difusão dos óleos essenciais (Kumar *et al*., 2021). No entanto, o comportamento não linear indica que, após determinado ponto, a energia fornecida se torna menos eficiente em promover novos ganhos, possivelmente devido à saturação do processo de ruptura celular.

Essa tendência de saturação é ilustrada na Figura 20, que mostra a variação percentual no rendimento em relação ao tratamento anterior. A partir de 30 minutos, os ganhos adicionais tornam-se mais sutis, o que pode indicar que a maioria das estruturas já foi impactada nas fases iniciais do tratamento.

Figura 20 – Ganho em rendimento em comparação ao tratamento anterior



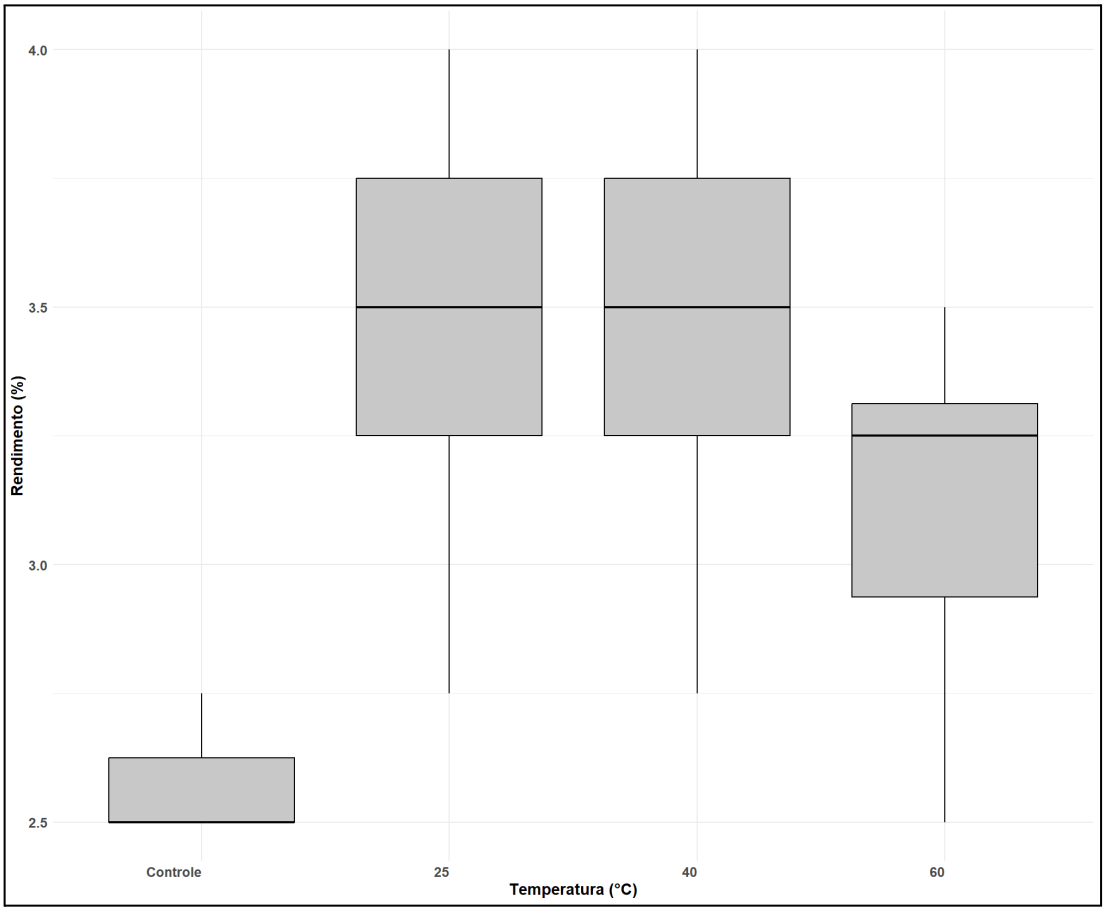
Fonte: autoria própria.

Dessa forma, embora 40 minutos de pré-tratamento tenham proporcionado o maior rendimento absoluto, os tempos intermediários (20 ou 30 minutos) podem representar um melhor compromisso entre rendimento e consumo energético. Essa conclusão é particularmente relevante para a aplicação em escala industrial, na qual a eficiência operacional e a redução de custos desempenham papel determinante na viabilidade do processo.

4.2.2. **Efeito da Temperatura no Rendimento da Extração**

A análise de variância (ANOVA) indicou que a variação da temperatura do banho ultrassônico durante o pré-tratamento teve impacto estatisticamente significativo sobre o rendimento do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* ($p < 0{,}001$), conforme apresentado na Figura 21

Figura 21 – Gráfico Boxplot para o efeito da temperatura do pré-tratamento ultrassônico, em 25, 40 e 60 °C



Fonte: Autoria própria.

Como pode ser observado na Figura 21, os maiores rendimentos foram se apresentaram nos tratamentos realizados a 25 °C e 40 °C, ambos com medianas superiores ao controle e ao tratamento a 60 °C. Esses resultados sugerem que temperaturas moderadas favorecem a ação do ultrassom, enquanto temperaturas mais elevadas tendem a comprometer sua eficácia. A Tabela 8 detalha os rendimentos médios, desvio padrão, tempo de extração e taxa média de extração para cada temperatura avaliada.

Tabela 8 – Rendimento da extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* obtido pela extração assistida por ultrassom (UAE) realizada em diferentes temperaturas (Controle, 25 °C, 40 °C e 60 °C)

Temperatura (°C)	Rendimento médio (%)	Desvio padrão (%)	CV (%)	Tempo médio de extração (min)	Desvio Padrão (min)	Taxa média de extração (mL min^{-1})
Controle [a]	2,58%	0,14	5,59%	76,67	5,77	0,0067
25 [c]	3,46%	0,31	9,06%	66,94	17,04	0,0103
40 [c]	3,43%	0,29	8,46%	68,33	17,15	0,0100
60 [b]	3,14%	0,30	9,41%	69,44	15,48	0,0090

Letras diferentes indicam uma diferença estatística com um nível de confiança de 95% (Teste de Tukey).
Fonte: Autoria própria.

A aplicação do ultrassom como pré-tratamento foi eficaz em todas as temperaturas testadas, proporcionando aumentos de aproximadamente 34% no rendimento em relação ao controle nos tratamentos a 25 °C e 40 °C. No entanto, a 60 °C, observou-se uma redução significativa nesse ganho (21,7%), indicando a existência de um limite térmico a partir do qual a eficiência do pré-tratamento começa a declinar. Essa queda no desempenho pode estar relacionada a alterações físicas no meio de extração: com o aumento da temperatura, ocorre a redução da viscosidade e da tensão superficial do solvente (água), mas também o aumento da pressão de vapor, o que leva à formação de bolhas de cavitação menos intensas e a colapsos menos energéticos (Chemat *et al*., 2017). Esse fenômeno pode comprometer a eficácia da ruptura celular e, consequentemente, a liberação dos constituintes voláteis.

Além disso, o rendimento obtido a 60 °C apresentou desvio padrão semelhante ao dos demais tratamentos com ultrassom, mas sem superar os valores médios obtidos nas temperaturas mais amenas. A maior variância geral entre os tratamentos com sonicação, em comparação ao controle, sugere que o efeito do ultrassom é mais sensível a variações operacionais ou ao estado fisiológico da matéria-prima nessas condições.

Quanto ao tempo médio de extração, observou-se um leve aumento com a elevação da temperatura, embora sem alterações expressivas. Por outro lado, a taxa média de extração foi maior a 25 °C e 40 °C, mas caiu a 60 °C , o que reforça a hipótese de que temperaturas mais altas podem reduzir a eficiência do processo como um todo, especialmente no início da destilação.

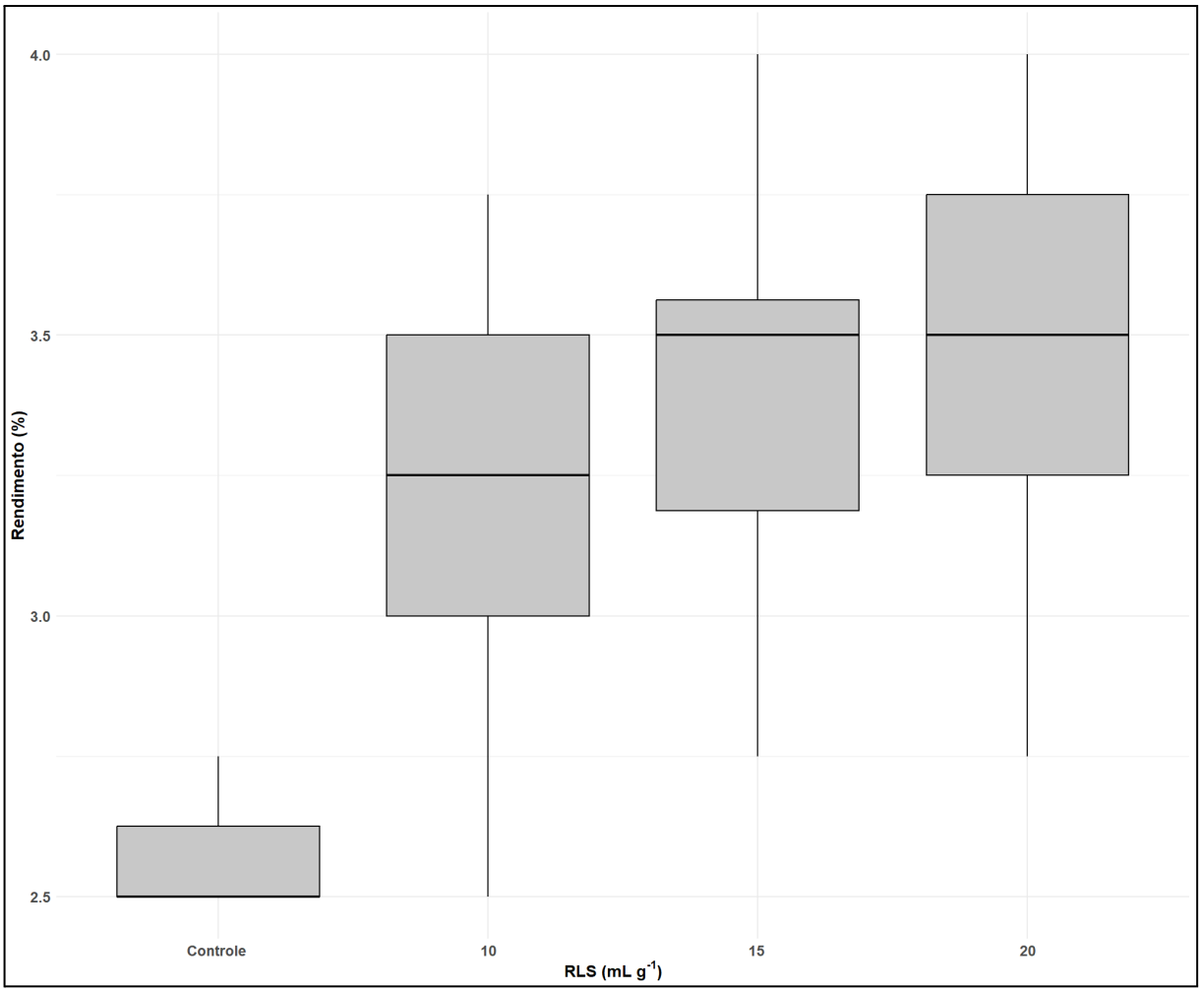
Ao observar os desvios padrão dos rendimentos entre os tratamentos, nota-se que a variação associada à temperatura do pré-tratamento foi menor do que aquela observada nos diferentes tempos de sonicação. Isso sugere que, embora a temperatura exerça influência significativa no rendimento final, o fator tempo de exposição ao ultrassom tende a introduzir maior variabilidade no processo. Essa diferença pode indicar que os mecanismos desencadeados pelo ultrassom (como a cavitação e a ruptura celular) são mais sensíveis ao tempo de aplicação do que à temperatura em si, ao menos dentro da faixa testada. Portanto, o controle preciso do tempo de sonicação pode ser ainda mais crítico para garantir a reprodutibilidade do processo em escala industrial, enquanto variações moderadas de temperatura parecem produzir efeitos mais consistentes.

Em síntese, os dados indicam que há uma faixa térmica ideal para a atuação do ultrassom como pré-tratamento, e que temperaturas em torno de 25–40 °C oferecem os melhores resultados em termos de rendimento. Essa constatação tem implicações importantes para o dimensionamento técnico e energético de processos industriais, especialmente quando se busca conciliar eficiência, preservação de compostos voláteis e sustentabilidade operacional.

4.2.3. **Efeito da Razão Sólido/Líquido no Rendimento da Extração**

A análise de variância (ANOVA) indicou que as diferentes proporções entre líquido (água) e sólido (folhas frescas) exercem influência significativa sobre o rendimento da extração assistida por ultrassom ($p < 0,001$), conforme mostrado na Figura 22.

Figura 22 – Gráfico Boxplot para o efeito das diferentes razões líquido/sólido utilizadas no pré-tratamento ultrassônico



Fonte: autoria própria.

A Figura 22 mostra uma tendência de aumento do rendimento com o acréscimo da razão líquido/sólido (RLS). As maiores medianas foram observadas para os tratamentos com RLS de 15 e 20 mL g^{-1}, ambos superiores ao controle e ao tratamento com 10 mL g^{-1}. A Tabela 9 apresenta os valores médios de rendimento, desvio padrão, tempo de extração e taxa de extração para cada proporção testada.

Tabela 9 – Rendimento da extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* obtido pela extração assistida por ultrassom (UAE) em diferentes RLS

Razão RLS (mL g^{-1})	Rendimento médio (%)	Desvio padrão (%)	CV (%)	Tempo médio de extração (min)	Desvio Padrão (min)	Taxa média de extração (mL min^{-1})
Controle [a]	2,58%	0,14	5,59%	76,67	5,77	0,0067
10 [b]	3,23%	0,30	9,32%	68,06	14,31	0,0095
15 [bc]	3,38%	0,34	10,09%	65,28	17,48	0,0103
20 [c]	3,42%	0,33	9,53%	71,67	17,15	0,0096

Letras diferentes indicam uma diferença estatística com um nível de confiança de 95% (Teste de Tukey).
Fonte: autoria própria.

O aumento da proporção entre solvente (água) e material vegetal nos tratamentos onde houve sonicação promoveu um acréscimo progressivo no rendimento da extração de até 5,88%. Esse comportamento pode ser atribuído ao aumento da disponibilidade de solvente, o que favorece a difusão do óleo essencial da matriz vegetal para o meio extrator, além de melhorar o acoplamento acústico do ultrassom. Entretanto, o ganho entre as razões de 15 e 20 mL g^{-1} foi pouco expressivo (diferença de 1,5% entre os dois ou ganho de 0,04%), indicando uma possível saturação do sistema, indicando que volumes adicionais de solvente não se traduzem em aumentos relevantes na eficiência da extração.

A taxa de extração foi mais elevada no tratamento com RLS de 15 mL g^{-1} (0,0103 mL min^{-1}), sugerindo que essa condição pode representar um ponto de equilíbrio entre rendimento e tempo de extração. Embora o tratamento com RLS de 20 mL g^{-1} tenha apresentado rendimento absoluto ligeiramente maior, o aumento no tempo médio de extração pode representar uma desvantagem do ponto de vista operacional e energético, especialmente em processos industriais.

Durante a execução dos experimentos, observou-se que o volume de solvente (água) no pré-tratamento com RLS de 10 mL g^{-1} não era suficiente para submergir completamente o material vegetal, o que comprometeu a transmissão eficiente das ondas ultrassônicas e reduziu a área de contato com o solvente (Figura 23). Por outro lado, nas proporções de 15 e 20 mL g^{-1}, as folhas permaneceram totalmente imersas, o que favoreceu a eficiência do pré-tratamento.

Figura 23 – Folhas de *M. alternifolia* em submersão parcial no tratamento com proporção líquido/sólido de 10 mL g^{-1}.



Fonte: autoria própria.

Uma possível alternativa para contornar a limitação observada na RLS de 10 mL g^{-1} seria a trituração prévia do material vegetal, com o objetivo de reduzir o volume ocupado e possibilitar a completa submersão das folhas com a mesma quantidade de solvente. Essa estratégia poderia contribuir para a melhoria da eficiência do pré-tratamento ultrassônico nessa condição, no entanto, sua adoção implicaria a introdução de um novo pré-tratamento físico, o que modificaria a estrutura do material e poderia afetar diretamente o rendimento e a composição do óleo essencial obtido. Considerando que o foco deste estudo foi avaliar exclusivamente o efeito do pré-tratamento ultrassônico sobre folhas frescas inteiras, optou-se por manter a integridade do material vegetal, evitando outras formas de modificação mecânica. Essa abordagem, no entanto, destaca uma oportunidade para futuras investigações que explorem os efeitos sinérgicos da trituração associada à sonicação.

Ao considerar conjuntamente os três parâmetros operacionais analisados (tempo de sonicação, temperatura do banho ultrassônico e razão líquido/sólido), observa-se que a variação do desvio padrão do rendimento foi mais pronunciada nos tratamentos com variação de tempo. Isso sugere que o tempo de sonicação foi o fator que mais influenciou a consistência do processo, possivelmente por estar mais diretamente associado à intensidade e à duração da cavitação acústica. Em contrapartida, os tratamentos com variação de temperatura e de RLS apresentaram desvios padrão relativamente estáveis, mesmo nos tratamentos com maiores rendimentos. Essa diferença pode indicar que o controle do tempo de sonicação é mais crítico para garantir reprodutibilidade em escala industrial. Portanto, além de avaliar o rendimento absoluto, é fundamental considerar a estabilidade dos resultados obtidos, especialmente quando se busca otimizar processos com menor variação e maior previsibilidade operacional.

4.3. ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

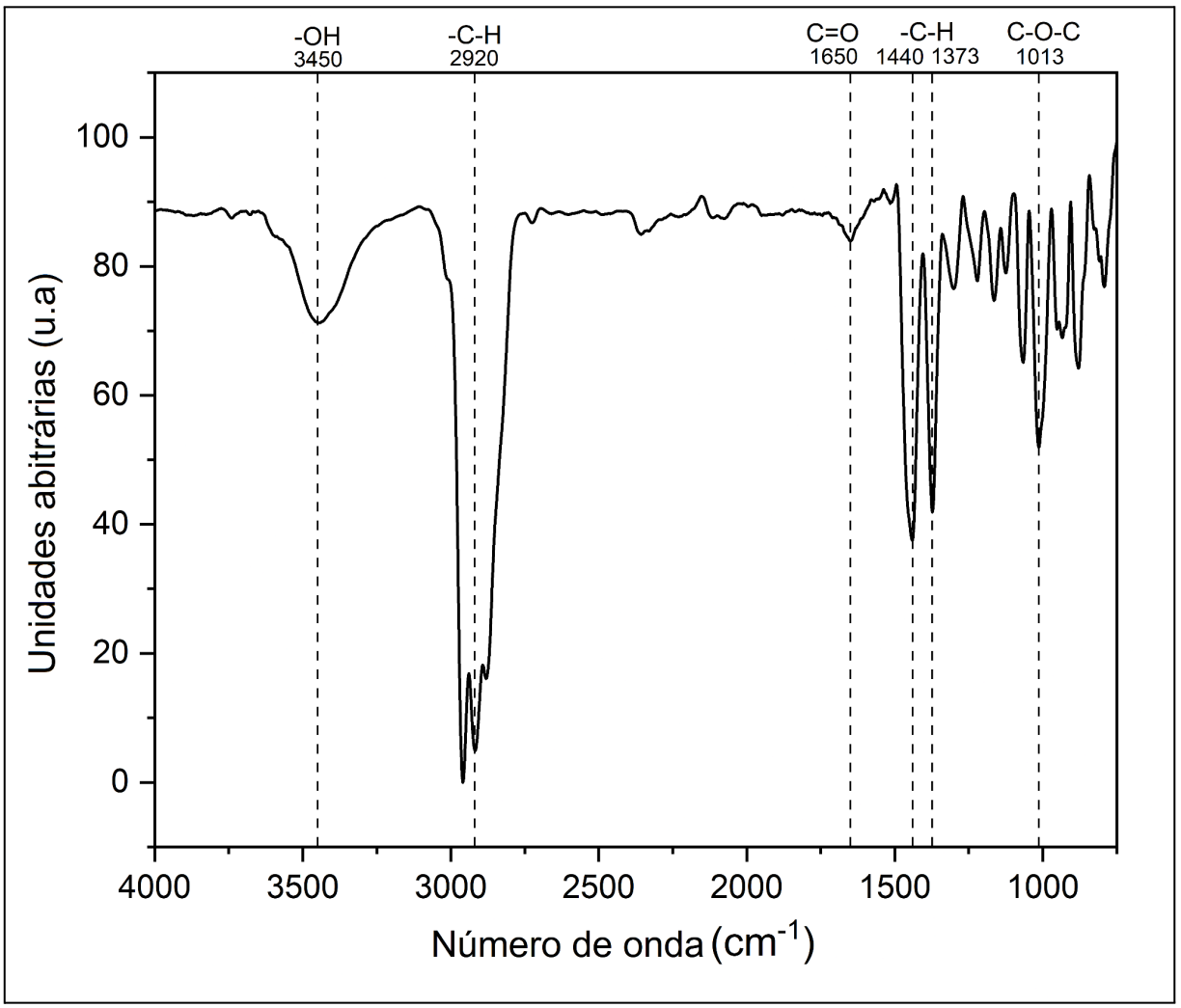
A espectroscopia no infravermelho (FTIR – *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) é uma técnica amplamente empregada na caracterização de compostos orgânicos, permitindo a identificação de grupos funcionais e a elucidação de estruturas moleculares (Hari e Nair, 2018). No contexto da análise de óleos essenciais, essa abordagem analítica viabiliza a verificação da composição química, a detecção de eventuais alterações estruturais e a avaliação da pureza das amostras (Lopes e Fascio, 2004).

A Figura 24 apresenta o espectro de infravermelho do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* (Tea Tree Oil – TTO), obtido por hidrodestilação assistida por ultrassom (UAE). O gráfico foi construído a partir de dados normalizados em unidades arbitrárias, com base na transmitância em função do número de onda (cm^{-1}), o que permite comparação qualitativa entre as amostras.

Embora a apresentação de espectros em absorbância, com bandas de absorção orientadas positivamente, seja amplamente adotada na literatura, a representação em unidades arbitrárias derivadas de transmitância, com bandas orientadas negativamente, é igualmente válida, desde que devidamente interpretada. Nessa configuração, os vales observados no espectro correspondem a regiões de maior absorção da radiação infravermelha, refletindo as interações específicas entre a radiação e os modos vibracionais dos grupos funcionais presentes na amostra. Entre as bandas características, destacam-se aquelas associadas às

vibrações de estiramento do grupo hidroxila (–OH) em ~3.450 cm^{-1}, dos grupos metileno (–C–H) em ~2.920 cm^{-1} e da carbonila (C=O) em ~1.650 cm^{-1}.

Figura 24 – Espectro infravermelho do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* extraído pela UAE



Fonte: autoria própria.

É possível observar um vale largo e de forte intensidade em 3.450 cm^{-1}, característico do estiramento da ligação O–H de álcoois, compatível com a presença de compostos como o 4-terpineol (principal componente do TTO), α-terpineol e 1,8-cineol. Os três vales observados na faixa de aproximadamente 2.920 cm^{-1} correspondem às vibrações de estiramento das ligações C–H presentes em hidrocarbonetos alifáticos, comuns em mono e sesquiterpenos. O vale observado em 1.650 cm^{-1} pode estar relacionado ao estiramento das ligações C=C de alquenos, presentes em terpenos insaturados como γ-terpineno e α-terpineno. As bandas em 1.440 e 1.373 cm^{-1} são atribuídas às vibrações de flexão das ligações C–H em grupos metila e

metileno, compatíveis com estruturas de compostos como 4-terpineol, α-pineno, aromadendreno e cadineno. A banda estreita observada em 1.013 cm^{-1} está relacionada à vibração de estiramento assimétrico da ligação éter (C–O–C), característica do composto 1,8-cineol. Já as bandas em 950, 880 e 790 cm^{-1} estão associadas às vibrações de flexão fora do plano das ligações =C–H, típicas de sistemas alquênicos encontrados em compostos como γ-terpineno, β-pineno, limoneno e α-pineno (Casiraghi *et al*., 2010; Ocak, Gulumser e Baloglu, 2011; Sánchez-Navarro, 2011; Libretexts, 2014; Pires, 2016; Thiagarajan, 2019).

As bandas encontradas no espectrograma são típicas referentes à composição química do óleo essencial de Melaleuca e coincidem com resultados encontrados na literatura (Assis, 2017; Thiagarajan, 2019). A Tabela 10 contém as principais bandas encontradas e seus componentes atribuídos.

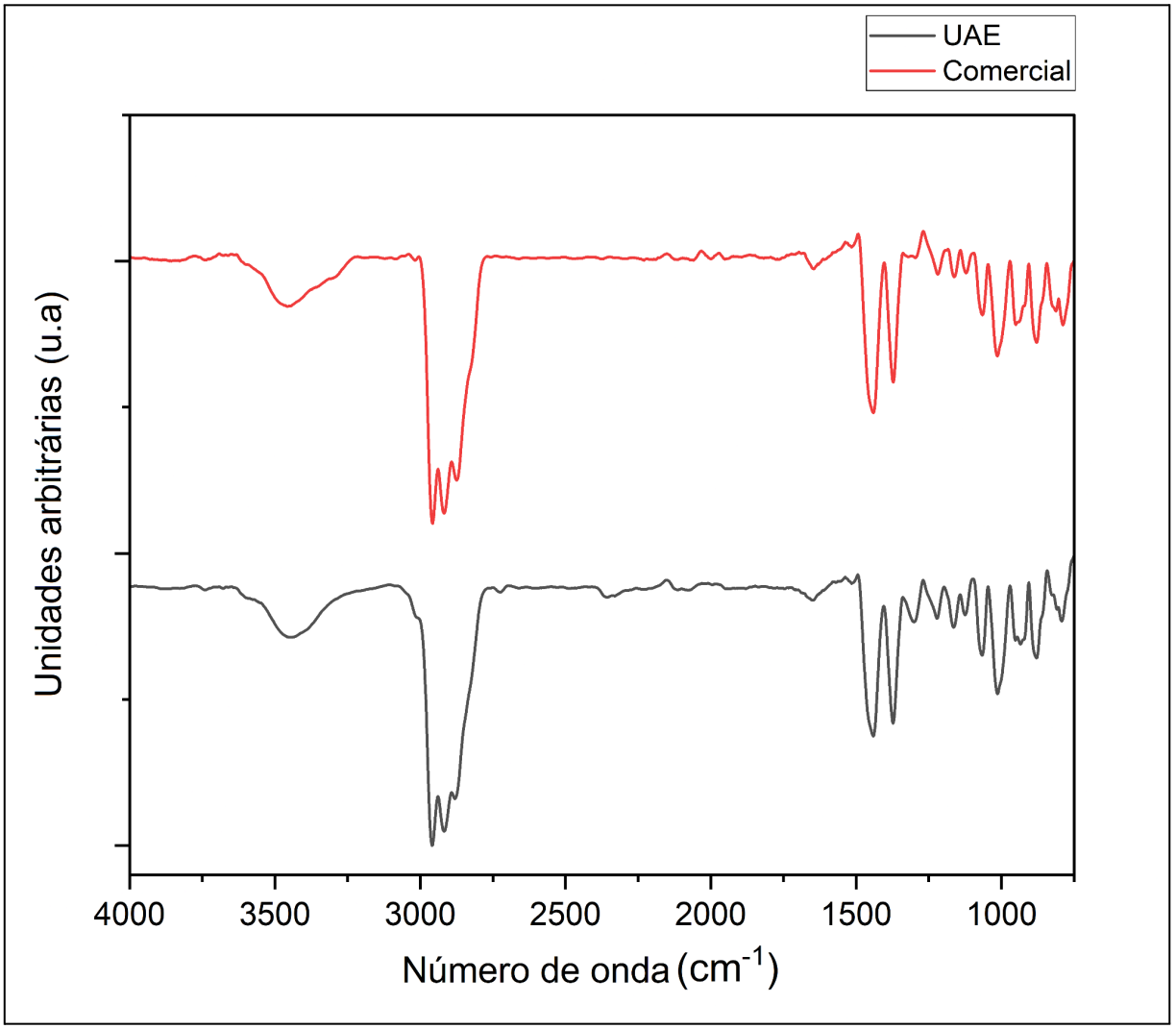
Tabela 10 – Atribuições das bandas principais no espectro FTIR do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* (TTO)

Número de onda (cm^{-1})	**Atribuição vibracional**	**Grupo funcional**	**Principais compostos**
3.450	Estiramento (stretching) O–H	Álcool	4-terpineol, 1,8-cineol
2.920	Estiramento C–H	Alcano (grupos $–CH_2–$ e $–CH_3$)	Sesquiterpenos
1.650	Estiramento C=O	Carbonila (cetona, aldeído)	Monoterpenos oxigenados
1.440 - 1.373	Flexão (bending) C–H	Alcano / Compostos aromáticos	4-terpineol, α-pineno, aromadendreno, cadineno
1.013	Estiramento C–O–C	Éter	1,8-cineol
950 - 880	Flexão fora do plano =C–H	Alqueno	ɣ-terpineno, β-pineno
790	Flexão fora do plano =C–H	Alqueno	Limoneno, α-pineno

Fonte: elaboração própria.

Foi realizada a análise de espectroscopia também de um TTO comercial, para comparação ao óleo essencial extraído de forma experimental (Figura 25).

Figura 25 – Espectro infravermelho do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* submetido à hidrodestilação assistida de ultrassom (UAE) e obtido comercialmente



Fonte: autoria própria.

A comparação entre os espectros de infravermelho das duas amostras de TTO indica uma grande semelhança, com a presença de todos os principais picos em ambas e com intensidades similares. Esse resultado sugere que a hidrodestilação assistida por ultrassom não promove alterações expressivas na composição do óleo essencial de Melaleuca.

4.4. ANÁLISE ECONÔMICA

A análise econômica foi realizada levando em consideração o cenário de otimização da extração do óleo essencial a 25 °C, pois a elevação da temperatura foi o único parâmetro que demonstrou impacto negativo no rendimento da extração, além de adicionar custos extras à operação quando utilizado aquecimento. A Tabela 11 possui os parâmetros para cada tratamento, bem como a variação do rendimento, consumo energético comparado ao tratamento controle e índice de eficiência (diferença entre a variação do rendimento e consumo).

Tabela 11 – Parâmetros dos tratamentos e cálculo de eficiência energética

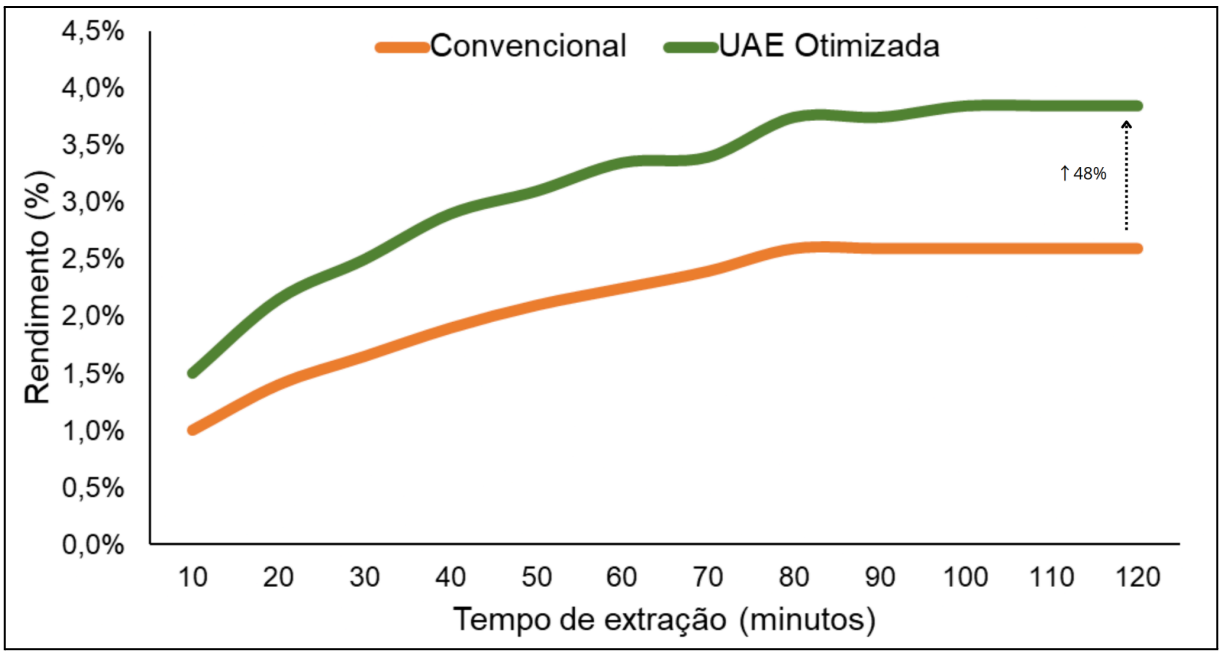
Trat.	Sonicação (min)	RLS (mL g^{-1})	Temp. Extração (min)	Rend. médio (%)	Consumo médio (kWh)	Δ rend. (%)*	Δ Consumo (%)*	Índice de Eficiência
Ctrl	**0**	**10**	**77**	**2,58%**	**0,297**	-	-	-
2	10	10	53	2,92%	0,292	12,9%	-1,5%	14,36%
3	10	15	43	3,08%	0,273	19,4%	-7,9%	27,22%
4	10	20	57	3,25%	0,299	25,8%	0,7%	25,13%
5	20	10	60	3,25%	0,345	25,8%	16,3%	9,52%
6	20	15	57	3,33%	0,339	29,0%	14,2%	14,88%
7	20	20	83	3,58%	0,389	38,7%	31,2%	7,48%
8	30	10	67	3,42%	0,398	32,3%	34,0%	-1,78%
9	30	15	60	3,58%	0,385	38,7%	29,8%	8,94%
10	30	20	87	3,83%	0,436	48,4%	46,8%	1,55%
11	40	10	77	3,58%	0,457	38,7%	53,9%	-15,20%
12	40	15	70	3,83%	0,444	48,4%	49,6%	-1,26%
13	40	20	90	3,83%	0,482	48,4%	62,5%	-14,06%

Δ rend.: variação percentual do rendimento, quando comparado ao tratamento controle.
Δ Consumo: variação percentual do consumo, quando comparado ao tratamento controle
Índice de eficiência: diferença entre a variação do rendimento e a variação do consumo.
Fonte: autoria própria.

Dos tratamentos selecionados, apenas os tratamentos submetidos a 40 minutos (qualquer RLS) e 30 minutos (RLS 10 mL g^{-1}) de sonicação tiveram um consumo energético proporcionalmente superior ao ganho percentual no rendimento da extração.

O tratamento 13 representa as condições ideais para maximização do rendimento previsto pelo modelo (Figura 26), porém o ponto de máxima eficiência energética é encontrado no tratamento 3, reduzindo em 7,9% o consumo energético quando comparado ao controle e com ganho de 19,4% em rendimento de óleo essencial.

Figura 26 – Comparação entre a extração convencional e a extração assistida por ultrassom (UAE) com parâmetros otimizados



Fonte: autoria própria.

Os tratamentos com RLS de 20 mL g^{-1} foram os que mais consumiram energia elétrica, o que pode ser explicado pelo maior volume de água utilizado na extração, o que demanda mais energia elétrica para seu aquecimento. É possível encontrar um bom equilíbrio entre eficiência energética, rendimento da extração e duração da extração no tratamento 6.

É importante levar em consideração que o experimento foi realizado com foco em otimizar o volume extraído do TTO, e não otimizou a potência ultrassônica utilizada, utilizando uma potência fixa de 240 W para 20 gramas de massa fresca de *M. alternifolia*. Este fator tem um impacto importante no cálculo de eficiência, pois a potência utilizada está diretamente relacionada ao consumo energético do pré-tratamento.

5.CONCLUSÕES

A extração assistida por ultrassom (UAE) demonstrou ser uma alternativa eficiente para a extração do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia*, sem comprometer sua qualidade, como o indicou a análise espectroscópica.

A otimização dos parâmetros operacionais revelou que temperaturas mais elevadas no banho ultrassônico reduzem a eficiência da extração, com os melhores rendimentos obtidos em temperatura ambiente. Embora tempos mais longos de sonicação aumentem o rendimento, esse efeito não é linear, apresentando ganhos decrescentes. Razões líquido/sólido que garantem a total submersão do material vegetal mostraram maior rendimento. A análise econômica indica que as extrações realizadas em temperatura ambiente, com 20 minutos de sonicação e RLS de 15 mL g^{-1} possuem um bom equilíbrio entre eficiência energética e rendimento em óleo essencial. Já o modelo de otimização indica que elevar o tempo de sonicação para 40 minutos, nos mesmos parâmetros, possibilita uma extração de óleo essencial até 48% superior a uma hidrodestilação convencional, ou seja, sem pré-tratamento ultrassônico.

REFERÊNCIAS

ANDREOTI, Claudio Eduardo. **Avaliação da eficiência de um sistema agroflorestal na recuperação de um solo degradado por pastoreio**. 2012. 121 p. Dissertação de Mestrado — Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012. Disponível em: http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/8/8135/tde-09012013-121619/. Acesso em: 26 ago. 2024.

ARAÚJO, Júlio. **Química de alimentos–Teoria e Prática**. 2ª edição. Editora da Universidade Federal de Viçosa (UFV), Viçosa, 1999.

ASBAHANI, Abdelhafed E. *et al.* Essential oils: from extraction to encapsulation. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 483, n. 1-2, p. 220-243, abr. 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2014.12.069. Acesso em: 3 fev. 2025.

ASSAMI, Karim *et al*. Ultrasound induced intensification and selective extraction of essential oil from *Carum carvi* L. seeds. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 62, p. 99-105, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.cep.2012.09.003. Acesso em: 17 jun. 2024.

ASSIS, Karoll M. A. **Desenvolvimento e caracterização de microemulsões contendo o óleo essencial de *Melaleuca alternifolia***. 2017. 121 p. Dissertação de mestrado — Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 2017. Disponível em: http://tede.bc.uepb.edu.br/jspui/handle/tede/3164. Acesso em: 17 jan. 2025.

BAHMANI, Leila *et al*. Effects of ultrasound pre-treatment on quantity and quality of essential oil of tarragon (*Artemisia dracunculus* L.) leaves. **Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants**, v. 8, p. 47-52, 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2017.10.002. Acesso em: 12 jun. 2024

BAKKALI, F. *et al.* Biological effects of essential oils – A review. **Food and Chemical Toxicology**, v. 46, n. 2, p. 446-475, fev. 2008. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106. Acesso em: 17 abr. 2025.

BAR, Fatma Mohamed Abdel. Genus *Melaleuca* – A review on the phytochemistry and pharmacological activities of the non-volatile components. **Records of Natural Products**, v.15, n.4, 2021. Disponível em: http://doi.org/10.25135/rnp.210.20.09.1801. Acesso em: 22 mar. 2024.

BARBIERI, Cinzia; BORSOTTO, Patrizia. Essential Oils: Market and Legislation. **Potential of Essential Oils**. [*S. l.*]: InTech, 2018. ISBN 9781789237795. Disponível em: https://doi.org/10.5772/intechopen.77725. Acesso em: 11 mar. 2024.

BAYLER, M. Bacteriostatic activity of some Australian essential oils. **Perfumes and Flavourist**, v. 4, p. 23-25, maio 1979. Disponível em: https://img.perfumerflavorist.com/files/base/allured/all/document/2016/04/pf.7920.pdf. Acesso em: 23 out. 2024.

BIESKI, Isanete Geraldini Costa *et al*. Potencial econômico e terapêutico dos óleos essenciais mais utilizados no Brasil. **Revista Fitos**. Rio de Janeiro, v. 15, supl. 1. 2022. DOI: 10.32712/2446-4775.2022.1203. Disponível em: https://www.arca.fiocruz.br/handle/icict/51635. Acesso em: 22 jul. 2023

BIZZO, Humberto; REZENDE, Claudia. O mercado de óleos essenciais no Brasil e no mundo na última década. **Química Nova**, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170889. Acesso em: 24 out. 2024.

BRAINY INSIGHTS, T. **Tea Tree Oil Market Size**. [*S. l.*: *s. n.*], 2022. 237 p. Disponível em: https://www.thebrainyinsights.com/report/tea-tree-oil-market-13198. Acesso em: 10 abr. 2024.

BRASIL. **Farmacopeia Brasileira**. 6. ed. vol. 2 - Plantas medicinais. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária, Brasília, 2019.

BROPHY, Joseph John; CRAVEN, Lyndley Alan; DORAN, John Charles. **Melaleucas: their botany, essential oils and uses**. 2013. Disponível em: https://www.aciar.gov.au/publication/books-and-manuals/melaleucas-their-botany-essential-oils-and-uses. Acesso em: 18 maio 2023.

CARSON, Christine F.; HAMMER, Katherine A.; RILEY, Thomas V. *Melaleuca alternifolia* (tea tree) oil: a review of antimicrobial and other medicinal properties. **Clinical microbiology reviews**, v. 19, n. 1, p. 50-62, 2006. Disponível em: https://doi.org/10.1128/cmr.19.1.50-62.2006. Acesso em: 19 fev. 2024.

CASIRAGHI, Antonella *et al.* The effects of excipients for topical preparations on the human skin permeability of terpinen-4-ol contained in Tea tree oil: Infrared spectroscopic investigations. **Pharmaceutical Development and Technology**, v. 15, n. 5, p. 545-552, 20 out. 2009. Disponível em: https://doi.org/10.3109/10837450903338387. Acesso em: 7 fev. 2025.

CASTELO, Ana. V. M. *et al.* Rendimento e composição química do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* Chell, na região do Distrito Federal. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias - Brazilian Journal of Agricultural Sciences**, v. 8, n. 1, p. 143-147, 28 mar. 2013. Disponível em: https://doi.org/10.5039/agraria.v8i1a2397. Acesso em: 13 set. 2023.

CHABIR, Naziha. *et al*. Influence des Ultrasons sur la Qualité et la Quantité des Huiles Essentielles de Melaleuca armillaris Cultivée en Tunisie. In: **International Symposium on Medicinal and Aromatic Plants-SIPAM2009 853**. 2009. p. 277-284. Disponível em: https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2010.853.32. Acesso em: 22 maio 2024.

CHEMAT, Farid *et al.* Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: a rapid, clean and environmentally friendly approach. **Analytica Chimica Acta**, v. 555, n. 1, p. 157-160, jan. 2006. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.aca.2005.08.071. Acesso em: 4 fev. 2025.

CHEMAT, Farid *et al.* Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 34, p. 540-560, jan. 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035. Acesso em: 9 jun. 2024.

CHEMAT, Farid; ZILL-E-HUMA; KHAN, Muhammed Kamran. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 18, n. 4, p. 813-835, jul. 2011. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2010.11.023. Acesso em: 03 jun. 2024.

CHENG, Xian *et al.* Advances in enzyme assisted extraction of natural products. *In*: 3RD INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIAL, MECHANICAL AND MANUFACTURING ENGINEERING (IC3ME 2015), 2015, Guangzhou, China. **3rd international conference on material, mechanical and manufacturing engineering (IC3ME 2015)**. Paris, France: Atlantis Press, 2015. ISBN 9789462521001. Disponível em: https://doi.org/10.2991/ic3me-15.2015.72. Acesso em: 4 fev. 2025.

CLARIVATE. **Web of Science core collection: a trusted, high-quality collection of journals, books, and conference Proceedings**. 2022. Disponível em: https://clarivate.com/products/scientific-and-academic-research/research-discovery-and-workflow-solutions/webofscience-platform/web-of-science-core-collection. Acesso em: 16 set 2023.

DA S. FERREIRA, Greiciele *et al.* Eco-friendly and effective antimicrobial *Melaleuca alternifolia* essential oil Pickering emulsions stabilized with cellulose nanofibrils against bacteria and SARS-CoV-2. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 125228, jun. 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125228. Acesso em: 30 abr. 2025.

DAVIES, Noel W. *et al.* Determination of Enantiomeric Distribution of Terpenes for Quality Assessment of Australian Tea Tree Oil. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 64, n. 23, p. 4817-4819, 6 jun. 2016. Disponível em: https://doi.org/10.1021/acs.jafc.6b01803. Acesso em: 26 jun. 2024.

DE ARAUJO, Milena Conci *et al.* Green antiseptic for hand hygiene with high activity against SARS-CoV-2: Iota-carrageenan, quercetin, and *Melaleuca alternifolia* essential oil based nanoemulsion. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 140920, fev. 2025. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.140920. Acesso em: 30 abr. 2025.

DEEN, Jobaier Ibne *et al.* Terpinen-4-ol, a volatile terpene molecule, extensively electrifies the biological systems against the oxidative stress-linked pathogenesis. **Advances in Redox Research**, p. 100082, set. 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.arres.2023.100082. Acesso em: 2 maio 2025.

DE OLIVEIRA, Fabricia Alessandra Garcia Mello *et al*. Efeitos da extração verde assistida por ultrassom como pré-tratamento na obtenção do óleo essencial e hidrolato de aroeira vermelha (*Schinus terebinthifolius* RADDI). **Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental**, v. 11, p. 159-174, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.19177/rgsa.v11e02022159-174. Acesso em: 28 jul. 2024.

DORAN, John C. *et al.* Genetic gains in oil yields after nine years of breeding Melaleuca alternifolia (Myrtaceae). **Australian Journal of Experimental Agriculture**, v. 46, n. 11, p. 1521, 2006. Disponível em: https://doi.org/10.1071/ea05205. Acesso em: 23 out. 2024.

DORAN, John C.; TURNBULL, John W.. Australian trees and shrubs: species for land rehabilitation and farm planting in the tropics. **Australian Centre for International Agricultural Research**, Canberra, Australia, 1997. Disponivel em: https://www.aciar.gov.au/publication/books-and-manuals/australian-trees-and-shrubs-species-land-rehabilitation-and-farm-planting-tropics. Acesso em: 11 jan. 2023.

DHOTRE, Irsha; SATHE, Vivek. Novel approaches for lemon grass essential oil extraction: Ultrasound sonication and sparger‐based microwave assisted extraction as a combined technique. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 39, n. 1, p. 58-68, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1002/ffj.3768. Acesso em: 24 set. 2024.

ELSEVIER. **SCOPUS**. Disponível em: https://www.elsevier.com/products/scopus/content. Acesso em: 4 jul. 2024.

FALLEH, Hanen *et al.* Essential oils: a promising eco-friendly food preservative. **Food Chemistry**, v. 330, p. 127268, nov. 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127268. Acesso em: 14 set. 2023.

FERREIRA, Bruno *et al.* Extração assistida por ultrassom para determinação de lipídeos em alimentos: um experimento de laboratório. **Química Nova**, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170592. Acesso em: 10 fev. 2025.

GENGADEVI, Kaliappan.; MADAVAN, Rengaraj. Analysis on effect of ultrasonic process on non-edible ester oils physiochemical properties. **Energy Sources, Part A**: Recovery, Utilization, and Environmental Effects, v. 46, n. 1, p. 6005-6020, 24 abr. 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1080/15567036.2024.2343325. Acesso em: 14 out. 2024.

HARI, N.; NAIR, Vandana P. FTIR spectroscopic analysis of leaf extract in hexane in *Jasminum azoricum* L. **Recent Research in Science and Technology**, v. 4, n. 8, p. 170-172, 2018. Disponível em: https://doi.org/10.32628/IJSRST184845. Acesso em: 8 jan. 2025.

HART, P. H. *et al.* Terpinen-4-ol, the main component of the essential oil of Melaleuca alternifolia (tea tree oil), suppresses inflammatory mediator production by activated human monocytes. **Inflammation Research**, v. 49, n. 11, p. 619-626, 1 nov. 2000. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s000110050639. Acesso em: 16 abr. 2025.

ILERI, Burcu; SANLIYUKSEL YUCEL, Deniz. Metal removal from acid mine lake using ultrasound-assisted modified fly ash at different frequencies. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 192, n. 3, 19 fev. 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10661-020-8150-4. Acesso em: 21 jan. 2024.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDISATION. **ISO 4730:2017**: essential oil of Melaleuca, terpinen-4-ol type (Tea tree oil),. Vernier, Genebra: [*s. n.*], 2017. 10 p. Disponível em: https://www.iso.org/standard/69082.html. Acesso em: 08 mai. 2024.

IMARC GROUP. **Tea Tree Oil Market Report by Grade (Pharma/Cosmetic Grade, Therapeutic Grade), Distribution Channel (Supermarkets and Hypermarkets, Direct Sales, Departmental Stores, Online Stores, and Others), End User (FMCG Manufacturer, Cosmetic Companies, Pharmaceutical Companies, and Others), and Region 2024-2032**. [*S. l.*]: IMARC GROUP, 2023. Disponível em: https://www.imarcgroup.com/tea-tree-oil-market. Acesso em: 17 abr. 2024.

JAFARI, Roya; ZANDI, Mohsen; GANJLOO, Ali. Modeling of microwave‐ and ultrasound‐ohmic‐assisted hydro‐distillation extraction of the *Pimpinella anisum* essential oil. **Journal of Food Process Engineering**, 8 ago. 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1111/jfpe.14428. Acesso em: 30 abr. 2025.

JOHNS, Michael R.; JOHNS, Julia E.; RUDOLPH, Victor. Steam distillation of tea tree (*Melaleuca alternifolia*) oil. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 58, n. 1, p. 49-53, 1992. Disponível em: https://doi.org/10.1002/jsfa.2740580109. Acesso em: 15 set. 2023.

KHADHRAOUI, Boutheina *et al*. Histo-cytochemistry and scanning electron microscopy for studying spatial and temporal extraction of metabolites induced by ultrasound. Towards chain detexturation mechanism. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 42, p. 482-492, 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2017.11.029. Acesso em: 19 maio 2024.

KESZEI, Andras; HASSAN, Yasmin; FOLEY, William J. A biochemical interpretation of terpene chemotypes in *Melaleuca alternifolia*. **Journal of Chemical Ecology**, v. 36, n. 6, p. 652-661, 29 maio 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10886-010-9798-y. Acesso em: 29 set. 2023.

KOWALSKI, Radosław; WAWRZYKOWSKI, Jacek. Effect of ultrasound‐assisted maceration on the quality of oil from the leaves of thyme *Thymus vulgaris* L. **Flavour and fragrance journal**, v. 24, n. 2, p. 69-74, 2009. Disponível em: https://doi.org/10.1002/ffj.1918. Acesso em: 18 maio 2024.

KUMAR, Kshitiz; SRIVASTAV, Shivmurti; SHARANAGAT, Vijay Singh. Ultrasound assisted extraction (UAE) of bioactive compounds from fruit and vegetable processing by-products: A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 70, p. 105325, jan. 2021. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105325. Acesso em: 2 set. 2024.

LAM, Nelson Siukei *et al.* Melaleuca alternifolia (tea tree) oil and its monoterpene constituents in treating protozoan and helminthic infections. **Biomedicine & Pharmacotherapy**, v. 130, p. 110624, out. 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.biopha.2020.110624. Acesso em: 13 fev. 2024.

LI, Yongyu *et al*. Composition analysis of essential oil from *Melaleuca bracteata* leaves using ultrasound-assisted extraction and its antioxidative and antimicrobial activities. **BioResources**, v. 13, n. 4, p. 8488-8504, 2018. Disponível em:https://doi.org/10.15376/biores.13.4.8488-8504. Acesso em: 6 jul. 2024

LIBRETEXTS. **Infrared Spectroscopy Absorption Table**. 30 nov. 2014. Disponível em: https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Reference/Reference_Tables/Spectroscopic_Reference_Tables/Infrared_Spectroscopy_Absorption_Table. Acesso em: 13 fev. 2025.

LOPES, Wilson Araújo; FASCIO, Miguel. Esquema para interpretação de espectros de substâncias orgânicas na região do infravermelho. **Química Nova**, v. 27, n. 4, p. 670-673, ago. 2004. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100-40422004000400025. Acesso em: 3 fev. 2025.

LORENZI, Harri *et al.* **Árvores exóticas no Brasil: madeireiras, ornamentais e aromáticas**. Instituto Plantarum de Estudos da Flora, p.173, 2003. ISBN 9788586714191.

LUCCHESI, Marie E.; CHEMAT, Farid; SMADJA, Jacqueline. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. **Journal of Chromatography A**, v. 1043, n. 2, p. 323-327, jul. 2004. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.chroma.2004.05.083. Acesso em: 4 fev. 2025.

MARKETS AND MARKETS, H. M. C. Essential Oils Market Report – **Global Forecast to 2027**. 2024. Disponível em: marketsandmarkets.com/Market-Reports/essential-oil-market-119674487.html. Acesso em: 13 mai. 2024.

MASANGO, Phineas. **Towards understanding steam distillation of essential oils by differential quantification of principal components using capillary gas chromatography**. 2001. Thesis — University of Surrey, [*s. l.*], 2001. Disponível em: http://ethos.bl.uk/OrderDetails.do?uin=uk.bl.ethos.364823. Acesso em: 3 fev. 2025.

MORSY, Nashwa F. S. A short extraction time of high quality hydrodistilled cardamom (*Elettaria cardamomum* L. Maton) essential oil using ultrasound as a pretreatment. **Industrial Crops and Products**, v. 65, p. 287-292, mar. 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.12.012. Acesso em: 12 dez. 2023.

MY, Tran Thi Ai *et al.* Evaluation of the Inhibitory Activities of COVID‐19 of *Melaleuca cajuputi* Oil Using Docking Simulation. **ChemistrySelect**, v. 5, n. 21, p. 6312-6320, 2 jun. 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1002/slct.202000822. Acesso em: 30 abr. 2025.

NARDELLA, Marco *et al*. A review on high-power ultrasound-assisted extraction of olive oils: Effect on oil yield, quality, chemical composition and consumer perception. **Foods**, v. 10, n. 11, p. 2743, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.3390/foods10112743. Acesso em: 22 maio 2024.

NORA, Flávia Michelon Dalla; BORGES, Caroline Dellinghausen. Ultrasound pretreatment as an alternative to improve essential oils extraction. **Ciência Rural**, v. 47, n. 9, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20170173. Acesso em: 24 maio 2024.

OCAK, Buğra; GÜLÜMSER, Gürbüz; BALOĞLU, Esra. Microencapsulation of *Melaleuca alternifolia*(Tea Tree) Oil by Using Simple Coacervation Method. **Journal of Essential Oil Research**, v. 23, n. 4, p. 58-65, jul. 2011. Disponível em: https://doi.org/10.1080/10412905.2011.9700470. Acesso em: 13 fev. 2025.

OLIVEIRA, João Bertoldo *et al*. **Mapa Pedológico do Estado de São Paulo.** Legenda Expandida. Instituto Agronômico, Campinas. Embrapa Solos. Rio de Janeiro, Brasil. 64 pp. 1999. Disponível em: http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/336272. Acesso em: 18 jun. 2024.

OLIVEIRA, Thais Rossini *et al. Melaleuca* spp. essential oil and its medical applicability. A Brief Review. **Brazilian Journal of Natural Sciences**, v. 3, n. 1, p. 249, 11 mar. 2020. Disponível em: https://doi.org/10.31415/bjns.v3i1.89. Acesso em: 10 ago. 2023.

PEDRO, Luís; FIGUEIREDO, Ana; BARROSO, José. O aroma das plantas. **Revista de Ciência Elementar**, v. 6, n. 2, 30 jun. 2018. Disponível em: https://doi.org/10.24927/rce2018.047. Acesso em: 14 out. 2024.

PEREIRA, Tais Susane *et al.* In vitro genotoxicity of Melaleuca alternifolia essential oil in human lymphocytes. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 151, n. 2, p. 852-857, fev. 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jep.2013.11.045. Acesso em: 6 mar. 2024.

PÉRINO-ISSARTIER, Sandrine *et al*. A comparison of essential oils obtained from lavandin via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and hydrodistillation. **Journal of Chromatography A**, v. 1305, p. 41-47, 2013. Disponível em:https://doi.org/10.1016/j.chroma.2013.07.024. Acesso em: 18 jun. 2024.

PINHEIRO, José C.; BATES, Douglas M. **Mixed-Effects Models in S and S-PLUS**. New York: Springer-Verlag, 2000. *E-book* (526 p.). ISBN 0387989579. Disponível em: https://doi.org/10.1007/b98882. Acesso em: 8 jan. 2025.

PIRES, Viviane Guimarães Andrade [UNESP]. **Incorporação de nanoemulsões de óleos essenciais de melaleuca, copaíba e limão em filmes de alginato de sódio para utilização como curativo**. Dissertação de Mestrado, 2016. Universidade Estadual Paulista (UNESP), [*s. l.*], 2016. Disponível em: http://hdl.handle.net/11449/138091. Acesso em: 12 fev. 2025.

PHEKO-OFITLHILE, Tshepo; MAKHZOUM, Abdullah. Impact of hydrodistillation and steam distillation on the yield and chemical composition of essential oils and their comparison with modern isolation techniques. **Journal of Essential Oil Research**, p. 1-11, 21 abr. 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1080/10412905.2024.2320350. Acesso em: 28 jul. 2024.

POWO - PLANTS OF THE WORLD ONLINE. KEW ROYAL BOTANIC GARDENS. **Plants of the World Online | Kew Science**. Disponível em: https://powo.science.kew.org/taxon/urn:lsid:ipni.org:names:597833-1. Acesso em: 16 mar. 2024.

PRADO, Juliana M. *et al.* Conventional extraction. *In*: PRADO, Juliana M. *et al.* **Food waste recovery**. [*S. l.*]: Elsevier, 2021. p. 109-127. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-12-820563-1.00015-9. Acesso em: 10 jul. 2024.

PRERNA, Jatin Chadha *et al*. A comprehensive review on the pharmacological prospects of Terpinen-4-ol: From nature to medicine and beyond. **Fitoterapia**, v. 176, p. 106051, jul. 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.fitote.2024.106051. Acesso em: 6 abr. 2025.

QUEIROZ, Sonia C. N.; COLLINS, Carol H.; JARDIM, Isabel C. S. F. Métodos de extração e/ou concentração de compostos encontrados em fluidos biológicos para posterior determinação cromatográfica. **Química Nova**, v. 24, n. 1, fev. 2001. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100-40422001000100013. Acesso em: 3 fev. 2025.

ROMEO, Alice *et al.* Potential Use of Tea Tree Oil as a Disinfectant Agent against Coronaviruses: A Combined Experimental and Simulation Study. **Molecules**, v. 27, n. 12, p. 3786, 12 jun. 2022. Disponível em: https://doi.org/10.3390/molecules27123786. Acesso em: 30 abr. 2025.

SAMARAM, Shadi *et al.* Ultrasound-assisted extraction and solvent extraction of papaya seed oil: crystallization and thermal behavior, saturation degree, color and oxidative stability. **Industrial Crops and Products**, v. 52, p. 702-708, jan. 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.11.047. Acesso em: 15 maio 2024.

SÁNCHEZ-NAVARRO, M. Magdalena *et al.* Microencapsulation of *Melaleuca alternifolia* (tea tree) oil as biocide for footwear applications. **Journal of Dispersion Science and Technology**, v. 32, n. 12, p. 1722-1727, dez. 2011. Disponível em: https://doi.org/10.1080/01932691.2011.616126. Acesso em: 10 fev. 2025.

SANJAYA, Yushinta Aristina *et al*. Ultrasound-assisted extraction as a potential method to enhanced extraction of bioactive compound. *In*: 3RD INTERNATIONAL CONFERENCE ECO-INNOVATION IN SCIENCE, ENGINEERING, AND TECHNOLOGY. **3rd international conference eco-innovation in science, engineering, and technology**. [*S. l.*]: Galaxy Science, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.11594/nstp.2022.2729. Acesso em: 15 maio 2024.

SANTOS, Tacila R. J.; SANTANA, Luciana C. L. A. Conventional and emerging techniques for extraction of bioactive compounds from fruit waste. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 25, 2022. Disponível em: https://doi.org/10.1590/1981-6723.13021. Acesso em: 4 fev. 2025.

SARTOR, Rafael Busato. **Modelagem, simulação e otimização de uma unidade industrial de extração de óleos essenciais por arraste a vapor**. 2009. Dissertação (Mestrado em Pesquisa e Desenvolvimento de Processos). Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da UFRGS, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2009. Disponível em: http://hdl.handle.net/10183/21924. Acesso em: 22 nov. 2023.

SCHANEBERG, Brian T.; KHAN, Ikhlas A. Comparison of extraction methods for marker compounds in the essential oil of lemon grass by GC. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 50, n. 6, p. 1345-1349, mar. 2002. Disponível em: https://doi.org/10.1021/jf011078h. Acesso em: 3 jun. 2024.

SHEN, Lipeng *et al.* A comprehensive review of Ultrasonic assisted extraction (UAE) for bioactive components: principles, advantages, equipment, and combined technologies. **Ultrasonics Sonochemistry**, p. 106646, out. 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2023.106646. Acesso em: 5 abr. 2025.

SHEPHERD, Mervyn *et al.* Ecotype variation in early growth, coppicing, and shoot architecture of tea tree (*Melaleuca alternifolia*). **Industrial Crops and Products**, v. 76, p. 844-856, dez. 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.07.076. Acesso em: 26 nov. 2023.

SILVA, Lusinalva Leonardo *et al.* Atividades terapêuticas do óleo essencial de melaleuca (*melaleuca alternifolia*) Uma revisão de literatura. **Brazilian Journal of Health Review**, v. 2, n. 6, p. 6011-6021, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.34119/bjhrv2n6-094. Acesso em: 09 dez. 2023.

SILVEIRA, Jeniffer C.; COSTA, Andréa O. S. Da; COSTA JUNIOR, Esly F. Da. Modelagem da extração de óleos essenciais empregando coeficiente de difusão variável. **Engenharia Agrícola**, v. 35, n. 2, p. 302-312, abr. 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1590/1809-4430-eng.agric.v35n2p302-312/2015. Acesso em: 31 jan. 2024.

SOARES, Bluma Guenther; DE SOUZA, Nelson Angelo; PIRES, Dario Xavier. **Química Orgânica: teoria e técnicas de preparação, purificação e identificação de compostos orgânicos**. Ed. Guanabara, 1988.

SOUTHWELL, Ian A.; STIFF, Ian A. Differentiation between *Melaleuca alternifolia* and *M. Linariifolia* by monoterpenoid comparison. **Phytochemistry**, v. 29, n. 11, p. 3529-3533, jan. 1990. Disponível em: https://doi.org/10.1016/0031-9422(90)85269-l. Acesso em: 18 jun. 2023.

PRIYADARSHI, Swati *et al*. Effect of ultrasound‐assisted hydrodistillation on extraction kinetics, chemical composition, and antimicrobial activity of *Citrus jambhiri* peel essential oil. **Journal of Food Process Engineering**, v. 44, n. 12, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.1111/jfpe.13904. Acesso em: 18 jun. 2024.

TARIQ, Saika *et al.* A comprehensive review of the antibacterial, antifungal and antiviral potential of essential oils and their chemical constituents against drug-resistant microbial pathogens. **Microbial Pathogenesis**, v. 134, p. 103580, set. 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.micpath.2019.103580. Acesso em: 4 abr. 2024.

THIAGARAJAN, Padma. Alumina nanoparticle incorporated *Melaleuca alternifolia* oil formulation for control of streptococcus mutans isolated from dental caries. **Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences**, v. 9, n. 1, p. 44-52, ago. 2019. Disponível em: https://doi.org/10.15414/jmbfs.2019.9.1.44-52. Acesso em: 9 fev. 2025.

THILAKARATHNA, R. C. N. *et al*. A review on application of ultrasound and ultrasound assisted technology for seed oil extraction. **Journal of food science and technology**, v. 60, n. 4, p. 1222–1236, 2023. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s13197-022-05359-7. Acesso em: 5 jul. 2024.

TOMELERI, João Otávio Poletto. **Viabilidade técnica e econômica da recuperação energética da biomassa residual da extração do óleo de melaleuca**. Orientadora: Franciane Andrade de Pádua. 2023. 163 p. Tese (Doutorado em Planejamento e Uso de Recursos Renováveis) – Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2023. Disponível em: https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/17672. Acesso em: 25 out. 2023.

TZANAKIS, I. *et al.* Incubation pit analysis and calculation of the hydrodynamic impact pressure from the implosion of an acoustic cavitation bubble. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 21, n. 2, p. 866-878, mar. 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2013.10.003. Acesso em: 8 abr. 2025.

UYSAL, Burcu; SOZMEN, Fazli; BUYUKTAS, Birsen S. Solvent–free microwave extraction of essential oils from *Laurus nobilis* and *Melissa officinalis*: Comparison with conventional hydro-distillation and ultrasound extraction. **Natural Product Communications**, v. 5, n. 1, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1177/1934578X1000500127. Acesso em: 18 maio 2024.

VINATORU, Mea; TOMA, Maricela; MASON, Timothy J. Ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from plants and their constituents. **Advances in sonochemistry**, v. 5, p. 209-248, 1999.

YANG, Yi; ZHANG, Fan. Ultrasound-assisted extraction of rutin and quercetin from *Euonymus alatus* (Thunb.) sieb. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 15, n. 4, p. 308-313, abr. 2008. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2007.05.001. Acesso em: 13 dez. 2023.

WANG, Lijun; WELLER, Curtis L. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. **Trends in Food Science & Technology**, v. 17, n. 6, p. 300-312, jun. 2006. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.12.004. Acesso em: 10 mar. 2024.