

ROSA DAMASCENA OLIO ESSENZIALE: focus sulle adulterazioni

Introduzione

L'obiettivo principale di questa monografia è fare il punto della situazione sulla possibile contraffazione/adulterazione dell'olio essenziale di fiori di rosa damascena (*Rosa damascena* Mill.) da parte di componenti sintetici e naturali. L'olio, l'acqua di rose (idrosol), la concreta (prodotta estraendo i fiori di rosa freschi con esano) e l'assoluta (estratto in etanolo della concreta di rosa) sono i principali prodotti della rosa damascena. Questo articolo può fungere da guida per il personale addetto al controllo qualità dell'olio di rosa damascena usato come ingrediente di prodotti cosmetici, della profumeria e alimentari.



Identificazione botanica

Rosa damascena Mill.¹ (Fam. Rosaceae) è un arbusto spinoso che può crescere fino a 2,5 m in altezza e fiorisce in primavera. Lo stelo ha numerose spine robuste e uncinate, occasionalmente mescolate a setole ghiandolari, mentre le foglie sono pennate e composte da 5-7 foglioline, di forma ovato-oblunga e con bordi seghettati. I fiori sono costituiti in media da 33 petali, che sono disposti in un corimbo e possono variare di colore dal bianco al rosso chiaro. La maggior parte dei fiori di *R. damascena* sono di colore rosa chiaro o magenta.

Esiste una certa controversia riguardo a chi risale l'identificazione tassonomica di *R. damascena*: Jean Herrmann o Philip Miller.² La specie descritta come *R. damascena* nel 1762 da Herrmann nella sua "*Dissertatio Inauguralis Botanico Medica de Rosa*" non è una rosa damascena, ma un ibrido non identificato.



Tuttavia, nel 1768, Philip Miller pubblicò una descrizione dettagliata della rosa damascena come conosciuta oggi. Tale specie non è inclusa nel Codice internazionale di nomenclatura botanica.³ Attualmente, non esiste un nome definito con precisione per questo tipo di rosa e non esiste una tassonomia di identificazione accettata della specie.⁴ *R. damascena* è considerata un ibrido di origine triparentale. Le analisi del DNA indicano come presunto genitore materno originale *R. moschata* Herm., impollinata con *R. gallica* L.⁴

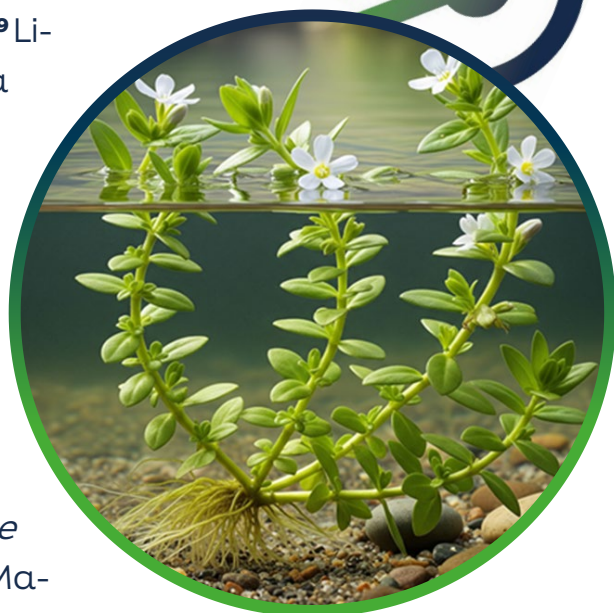
L'ovulo ibrido risultante è stato, quindi, apparentemente impollinato con il polline di *R. fedtschenkoana* Regel (ora considerata da alcuni come sinonimo di *R. webbiana* Wall. ex Royle) al fine di produrre l'antenato comune delle quattro varietà di *R. damascena* più antiche, vale a dire le cosiddette damasche estive, "Kazanlik" e "York and Lancaster", e quelle autunnali, "Quatre Saisons" e "Quatre Saison Blanc Mousseux". La varietà "Kazanlik" è la più coltivata per la produzione dell'olio o essenza di rosa.⁵

Distribuzione

Il genere *Rosa* comprende 200 specie con oltre 18.000 cultivar diffuse naturalmente nelle regioni temperate e subtropicali dell'emisfero settentrionale; 95 di queste specie si trovano in Cina.⁶ Solo un piccolo numero di specie di *Rosa* sono coltivate come colture di olio essenziale (nel testo "olio"), tra cui *R. damascena* (Bulgaria, Turchia, Iran, India, Pakistan, Egitto, Francia, Cina, Russia, Ucraina e altri paesi), *R. alba* All. (rosa bianca cottage; Bulgaria), *R. centifolia* L. (Marocco, Francia, India, Pakistan), *R. gallica* L. (Egitto) e, in misura minore, *R. rugosa* Thunb. (Cina) e *R. burboniana* (Thory) N.H.F.Desp. (India, Pakistan). Comunque, la specie di rosa più sfruttata al mondo per la produzione dell'olio di rosa è la *damascena*. Si racconta che la pianta sia giunta in Europa da Damasco (Siria), motivo per cui è chiamata rosa di Damasco,⁷ sebbene le circostanze esatte per cui tale pianta è giunta in Europa non siano ancora chiare. La coltivazione della rosa damascena in Europa è cominciata all'inizio del XVI secolo. L'origine della produzione di olio di *R. damascena* è fatta risalire all'Iran, per poi essersi diffusa in India, Algeria, Tunisia, Italia, Grecia, Francia e Bulgaria, paese dove si è sviluppata una fiorente industria di produzione di questo olio.⁸



Oggi, questa pianta è coltivata, tra gli altri, in Afghanistan, Azerbaijan, Cina, Etiopia, India, Sud Italia,⁹ Libia, Messico, Marocco, Pakistan, Arabia Saudita (la rosa damascena saudita è conosciuta anche come rosa *Taif*), Siria, Turkmenistan, Uzbekistan e Ucraina. Bulgaria¹⁰ e Turchia (rosa anatolica)¹¹ sono considerati i principali paesi leader nella coltivazione di questa pianta con l'80-90% della produzione mondiale di olio di rosa, seguiti dall'Iran.¹² Un'altra specie sfruttata per la produzione di olio è *R. centifolia* L. (conosciuta anche come "cabbage rose" o *rose de Mai* in francese),¹³ ampiamente coltivata in Marocco (rose Maroc), Francia ed Egitto (rosa *Nefertiti*).^{14,15}



Prodotti ottenuti dai fiori di *R. Damascena*

Per ottenere 1 kg di olio di rosa servono circa 4.000 kg di fiori. La resa ottimale migliore ed un olio di qualità superiore si ottengono da rose appena raccolte nelle prime ore del mattino o a basse temperature, condizioni che consentono un'evaporazione minima rispetto alle rose sottoposte a calore o fermentazione. Per secoli, l'olio di rosa damascena e l'acqua dei fiori sono stati prodotti in modo tradizionale utilizzando alambicchi di rame da 120-300 l collegati artigianalmente ad un condensatore. Oggi, l'olio di *R. damascena* viene più spesso prodotto industrialmente in alambicchi di acciaio ben sigillati da 2.000-6.000 l, che danno oli con un profilo fitochimico più ricco e che sono considerati di qualità superiore. Dai fiori di *R. damascena* si possono ottenere i seguenti prodotti:

- Olio essenziale di rosa, si ottiene dai fiori freschi di *R. damascena* attraverso un processo di distillazione in acqua. Più comunemente, per produrre questo olio vengono fatti due passaggi di distillazione: inizialmente, i fiori freschi vengono sottoposti a idrodistillazione ("primo olio") e l'acqua risultante viene nuovamente distillata attraverso un processo chiamato coobazione ("secondo olio") per concentrare l'olio.¹⁶ Ci vogliono circa 2 ettari di campi di rose per raccogliere 4 t di rose (circa 1.600.000 fiori) da cui si ottiene 1 kg di olio di rosa.⁸
- Acqua di rose, nota anche come acqua distillata di rose o idrosol di rose, è un liquido incolore ottenuto come sottoprodotto dalla distillazione di rose fresche utilizzando sistemi tradizionali e moderni. Rappresenta la porzione di acqua dopo la rimozione del distillato con olio di rose (solitamente inferiore allo 0,1%) e assoluta di rose.¹⁷ Secondo la sesta edizione della Farmacopea tedesca,

l'acqua di rose si prepara miscelando quattro gocce di olio di rosa in 1 kg di acqua tiepida e successiva filtrazione.¹⁸

- Concreta di rose è una massa grassa di colore rosso-arancione che si ottiene immergendo materiale vegetale fresco (petali, gemme e foglie) in un solvente non polare come esano o etere di petrolio.¹⁹
- Resinoidi di rose, sono realizzati nello stesso modo della concreta, ma utilizzando materiale vegetale essiccato, anziché fresco.
- Assoluta di rose è un liquido di colore rosso-arancione con aroma di rosa che si ottiene attraverso un processo di estrazione in etanolo della concreta o dei resinoidi di rosa. Qualsiasi materiale solido o ceroso non disciolto viene separato dalla parte liquida, la quale viene poi sottoposta a distillazione sotto vuoto per rimuovere l'etanolo; da questa operazione rimane l'assoluta. Si tratta di un liquido denso e fluido, simile alla melassa.
- Estratto di rosa in CO₂ è il prodotto ottenuto da un'estrazione in CO₂ supercritica. Questo tipo di estrazione è utilizzato anche per ottenere i composti volatili totali e i polifenoli dai petali di *R. damascena*, sebbene abbia una bassa resa (0,021%) e sia molto diverso nella composizione dall'olio essenziale tradizionale o dall'assoluta.

Usi generali

Usi etnofarmacologici

Nell'antica Persia, l'olio di rosa damascena veniva ottenuto mediante distillazione grezza.¹⁹ Fonti

storiche raccontano che Avicenna, medico persiano vissuto nel X secolo, distillava petali di rosa per curare cuore e cervello e che nel

1612 era già stata fondata una distilleria commerciale dell'olio di rosa a Shiraz, Persia.^{20, 21}

Avicenna scriveva che “*grazie alla sua squisita fragranza, la rosa si rivolge all'anima. Ha un effetto calmante ed è altamente benefica per gli svenimenti e per i battiti cardiaci accelerati*”. Elogiava gli effetti dell'acqua di rosa sulla mente e sullo

spirito e i suoi effetti benefici sulla funzione cerebrale e sul potere cognitivo affermando “*migliora la comprensione e rafforza la memoria*”.²² L'olio era inoltre usato nelle province dell'Impero ottomano nell'aromaterapia per i suoi effetti sedativi ed antimicrobici.^{12, 23}



Il medico arabo al-Kindi (IX secolo) prescriveva l'olio l'acqua di rose per il mal di stomaco, le ulcere, i disturbi al fegato, le malattie della bocca e il mal di gola. Al-Kindi usava l'olio di rosa anche per guarire le ustioni, le ferite ulcerate e come ingrediente di unguenti per le emorroidi.²² Gli effetti rinfrescanti dell'acqua di rose furono osservati per la prima volta da al-Dinawari (IX secolo), studioso e botanico persiano del IX secolo, che ne raccomandava l'uso in caso di febbre, mentre per l'olio di rosa suggeriva l'applicazione sulla testa sempre per alleviare la febbre e per il suo effetto calmante.

Nella medicina tradizionale iraniana, la rosa damascena è tradizionalmente usata per il trattamento di dolori addominali e al torace, per rafforzare il cuore, per le mestruazioni, i problemi digestivi e la stitichezza.¹² Alcuni manoscritti, tra cui *Al-Shamil fi al-Tibb* (XIII secolo), *Qarabadin Salehi* (1766) e *Qarabadin Kabir* (1780), contengono informazioni sui cinque fitopreparati tradizionali più comuni ottenuti dai petali di rosa: "Golangebin"/ "Golqand" (una miscela di petali con miele/zucchero), olio di rosa, acqua e sciroppo di rose.²⁴ Nella medicina tradizionale dell'Iran, il decotto dei fiori di *R. damascena* era usato per trattare dolori al torace e addominali, nelle mestruazioni e come blando lassativo per la stitichezza. L'acqua di rose è tradizionalmente usata come antisettico per lavare gli occhi e disinfettare la cavità orale, come antispasmodico per alleviare il dolore addominale, la stitichezza, per curare l'asma bronchiale e come cardiotonico per rafforzare il cuore.²⁵

Nella medicina popolare bulgara, i petali di rosa damascena erano usati come un leggero lassativo e per regolare la secrezione gastrica nelle patologie gastrointestinali.²⁶

In Arabia Saudita, l'acqua e l'olio di rosa damascena vengono prodotti ed utilizzati esclusivamente durante cerimonie religiose, nonché in profumi e cosmetici nei mercati locali.

Usi attuali

La medicina popolare iraniana descrive l'uso dell'olio di rosa per trattare depressione, dolore, stress nervoso e tensione.¹² Gli effetti rilassanti di questo olio sono stati valutati in uno studio clinico prospettico randomizzato, in cui l'inalazione dell'olio di rosa da parte di pazienti in attesa di essere sottoposti ad un





intervento di rinoplastica/settorinoplastica ha permesso di alleviare l'ansia preoperatoria.²⁷ In un altro studio clinico, l'inalazione dell'olio di rosa da parte di pazienti recatisi al pronto soccorso a causa di una colica renale, si è mostrato un rimedio efficace nel ridurre il dolore.²⁸ Nonostante la medicina persiana descriva diversi effetti benefici associati all'uso dell'olio di rosa, solo gli effetti analgesici e rilassanti di questo preparato sono stati valutati in studi clinici sull'uomo, nei quali non sono state riportate segnalazioni di reazioni avverse. L'olio, l'acqua di rose e l'assoluta hanno mostrato attività antibatterica nei confronti di ceppi

di *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, *Chromobacterium violaceum*, *Erwinia carotovora*,^{29,30} e di altri microrganismi.³¹

Rosa damascena e *R. gallica* sono state menzionate per la prima volta nell'edizione della Farmacopea londinese del 1618 nella sezione sui "Fiori".³² La Farmacopea tedesca del 1926 contiene due monografie, una dedicata all'acqua di rose (Rosenwasser) e l'altra all'olio di rosa (Rosenöl)^{18,33}; quest'ultima è presente anche nella Farmacopea degli Stati Uniti (USP42/ NF38).³⁴

Uno degli usi più famosi dell'olio di rosa è la sua inclusione come ingrediente nell'iconico profumo Chanel No. 5, creato dal chimico e profumiere Ernest Beaux, profumo che è realizzato con note di fragranza di 15 piante.³⁵

Fonti di approvvigionamento e dinamiche di mercato

Oggi, i fiori di rosa sono soprattutto usati come materiale di partenza per la produzione di diversi prodotti commerciali, tra cui l'olio di rosa, l'acqua di rose, la concreta di rose e l'assoluta. Sul mercato si trovano anche marmellate, bevande e dolci preparati con petali di rosa, mentre l'olio è generalmente utilizzato in prodotti cosmetici e fragranze. Turchia e Bulgaria, con l'80-90% della fornitura totale di olio di rosa damascena, rappresentano i principali produttori al mondo di questo olio.^{36,37}

Nel 2017, la produzione globale di olio di rosa è stata stimata in 4,2-5,2 t con ca. 1,5-2,4 t fornite dalla Bulgaria e 1,4 t dalla Turchia³⁸, dove circa 10.000 famiglie e più di 15 aziende sono coinvolte nella produzione di prodotti a base di questo ingrediente. Il resto della produzione è suddiviso tra Marocco, Iran, Cina,

Afghanistan e India. Anche altri paesi producono olio di rosa, ma su scala molto più piccola.

Da un report pubblicato nel 2022 sulla produzione di olio di rosa damascena in Bulgaria, sembra ci sia stata una diminuzione di quasi il 40% della produzione di olio di rosa (sia da *R. alba* che da *R. damascena*), da 14,6 t nel 2020 a 8,9 t nel 2021. Il volume inferiore sembra sia dovuto ai danni alle piantagioni e agli agricoltori che stanno abbandonando il settore di produzione di questo olio. Nonostante questo, la Bulgaria rimane il paese leader nella produzione di olio di rosa.

Oltre a Bulgaria e Turchia, un altro importante produttore di olio di rosa damascena è la Cina, sebbene manchino dati esatti sulle quantità prodotte. Nel 2017, il volume di olio di *R. centifolia* proveniente dalla Cina è stato stimato in 700-800 kg. L'olio di rosa prodotto in Cina proviene anche dalla rosa Kushui (un ibrido tra *R. sertatae* e *R. rugosa*).³⁹ Secondo il Ministero dell'agricoltura e degli affari rurali in Cina, nel 2018 sono state raccolte 32.500 t di rose Kushui, utilizzate per realizzare vari prodotti a base di questa pianta, tra cui l'olio essenziale. La rosa Kushui è nota anche per la sua elevata resa sia nei fiori che nell'olio essenziale, ma il suo aroma è molto apprezzato dai profumieri.

Attualmente, in Bulgaria la coltivazione su scala industriale della rosa damascena per la produzione di olio è concentrata in cinque aree: Kazanlak, Karlovo, Streltcha, Zelinkovo e Chirpan.³⁷ Il 90% circa dei fiori viene trasformato in olio di rosa, il 5-6% in concreta di rose e il 3-4% in acqua di rose. In Bulgaria, una parte importante della concreta viene trasformato in assoluta di rose con una produzione annuale di oltre 300 kg. Piccole quantità di fiori di rosa damascena vengono utilizzate nell'industria alimentare per produrre marmellate e liquori.

Secondo Ma *et al.*,⁴⁰ la Cina ha la più grande area di coltivazione di rose per la produzione di olio essenziale al mondo. Sono tre i tipi di rose coltivate in Cina: la rosa Kushui, quella multipetalo e la rosa damascena. Rispetto a Bulgaria e Turchia, la Cina è tuttavia in ritardo nella produzione di olio, soprattutto a causa di limitazioni nelle varietà e nelle tecnologie di lavorazione. L'assoluta di rosa damascena viene prodotta anche in Francia da fornitori di materie prime per profumi, esperti nella produzione di questo prodotto.⁴¹





Il prezzo della rosa damascena è aumentato di anno in anno e l'attuale produzione globale di olio di rosa riesce a soddisfare solo circa la metà della domanda totale, principalmente a causa della breve stagione di fioritura, della produzione costosa e degli elevati requisiti di qualità del prodotto.³⁰ Di conseguenza, il prezzo dell'olio di rosa sul mercato globale è aumentato a quasi 7,24-10,61 Euro/kg.^{11,38}

Tra il 1991 e il 1994, il prezzo all'ingrosso dell'olio di rosa damascena sul mercato mondiale era intorno a 1,74-1,93 Euro/kg. Dal 1998 al 1999 è aumentato a 3,38-3,86 Euro/kg, per poi scendere a \$ 3,1-3,38/kg dal 2000 al 2001. Nel

2008, il prezzo di vendita dell'olio di rosa in Turchia era di 6,16 Euro/kg. Nel 2017, il costo dell'olio bulgaro e turco era salito a 10,61 Euro/kg. Nello stesso periodo, l'olio all'ingrosso di *R. damascena* e *R. rugosa* proveniente dalla Cina veniva venduto rispettivamente a 9,65 e a 8,44 Euro/kg. Quasi il 90% dell'olio di rosa turco viene esportato in Francia, Svizzera e Stati Uniti. La concreta di rosa viene esportata principalmente in Francia, mentre la Germania è il principale importatore di assoluta di rosa turca.¹⁹

Adulterazione

Composizione chimica dell'olio essenziale di rosa damascena

L'olio di rosa damascena è una miscela complessa di molti componenti diversi,⁴² il cui profilo qualitativo e quantitativo è determinato dalle caratteristiche geografiche e climatiche del luogo in cui la pianta viene coltivata, nonché dai metodi analitici utilizzati per elaborare il materiale vegetale. L'olio essenziale di rosa damascena, l'acqua di rose, l'assoluta e la concreta differiscono nella composizione e nel rapporto tra i composti.

I composti caratteristici dell'olio essenziale di rosa damascena sono:

- alcoli monoterpenici aciclici, come geraniolo (fino al 22% secondo gli standard ISO 9842-2003 o fino al 34%),⁴³ β -citronello (ca. 20-49%), nerolo o trans-geraniolo (ca. 1-20%) e linalolo;
- classe piranica dei monoterpeni, come per esempio il (-)-cis-ossido di rosa;
- altri monoterpeni come (-)- β -pinene, cis-ocimene,⁴⁴ (+/-)-acetato di citronellile, (+/-)-canfene,⁴⁵ ecc.;



- metaboliti provenienti dalla via shikimica, come metileugenolo, eugenolo,^{23,29} e 2-feniletanolo (sin. alcol fenilico, alcol feniletilico);
- idrocarburi a lunga catena, come per esempio nonadecano o eicosano (fino al 10%), eptadecano, eicosano e tricosano;
- sesquiterpenoidi (farnesolo, α -guaiene, umulene, λ -muurolene, δ -guaiene);
- aldeidi (acetato di geranile, geraniale);²⁰
- metaboliti derivanti dalla degradazione dei carotenoidi, come damascenoni e β -iononi.^{8,19}



La concentrazione totale di citronellolo, geraniolo e nonadecano costituisce circa il 60% dell'olio di rosa; tuttavia, il loro contributo aromatico è relativamente piccolo. La fragranza principale dell'olio di rosa è data da: β -damascenone, β -ionone, nerolo, linalolo, 2-feniletanolo e ossidi di rosa. Sebbene la loro percentuale nell'olio di rosa sia bassa, insieme rappresentano oltre il 90% dell'impressione complessiva della fragranza.^{47,48}

Nonostante la sua bassa concentrazione (ca. 0,01%), il C13-norisoprenoide β -damascenone ha una notevole influenza sulla qualità dell'olio di rosa.⁴⁹ Insieme ai composti strutturalmente correlati β -damascone e β -ionone (inferiore al 2%), viene generato enzimaticamente dai carotenoidi. Ohashi *et al.*⁵⁰ hanno valutato il profumo delle rose e tra le principali sostanze odorose hanno identificato il citronellolo, l'eugenolo, il geraniale, il linalolo, il nerolo, il 2-feniletanolo, lo (Z)-ossido di rosa e il γ -undecalattone. Si è scoperto, inoltre, che due componenti presenti in traccia, ossia il rotundone ed il 4-(4-metilpent-3-en-1-il)-2(5H)-furanone, hanno un forte odore; in precedenza, tali composti non erano considerati importanti nell'aroma di rosa.

Il 2-feniletanolo, pur essendo solo un componente minore dell'olio di rosa damascena, ha un profumo di rosa tale da conferire a quest'olio la nota floreale caratteristica dei petali di questa pianta.⁵¹ A causa della sua leggera solubilità in acqua, si accumula nell'acqua di rosa.

I livelli di metileugenolo possono essere superiori al 2,5%, soprattutto negli oli distillati dai fiori di rosa soggetti a fermentazione eccessiva o prolungata.⁴⁶

La composizione chimica di altri prodotti a base di rose è diversa. L'estrazione tramite solventi, in genere esano, può essere utilizzata per ottenere una massa semisolida, nota come concreta. La resa è circa 10 volte superiore alla resa dell'olio essenziale ottenuta per distillazione e, inoltre, il contenuto naturale di

2-feniletanolo viene mantenuto a concentrazioni pari a circa il 60% delle sostanze volatili totali.⁵² 2-feniletanolo (78,4%), citronellolo (9,9%), nonadecano (4,4%) e geraniolo (3,7%) sono stati segnalati come i principali composti dell'assoluta di rosa damascena.³⁰ Grazie al suo elevato contenuto di 2-feniletanolo, l'assoluta di rosa ha una fragranza molto forte.⁴¹ Essa contiene inoltre concentrazioni più elevate di β -carotene, α -tocoferoli e γ -tocoferolo rispetto all'olio essenziale e all'idrolato.^{30, 51, 53}

L'estrazione dell'acqua di rose con diclorometano, seguita da distillazione, ha mostrato che gli estratti risultanti contenevano quantità significativamente più elevate di 2-feniletanolo rispetto all'olio essenziale e livelli più bassi di β -citronellolo, nerolo, geraniolo e linalolo.⁵⁴ Il contenuto alcolico totale dell'olio estratto e distillato dall'acqua di rose è risultato più elevato di quello dell'olio di rose distillato direttamente dai fiori.⁵⁵ Geraniolo (2-30,7%), β -citronellolo (7,1-29,4%), 2-feniletanolo (23,7%) e nerolo (16,1%) sono stati indicati come i principali componenti dell'acqua di rose.³⁰

Secondo gli standard dell'International Fragrance Research Association (IFRA), l'assoluta di *R. damascena* può contenere lo 0,54% di alcol benzilico,⁵⁶ lo 0,43% di metileugenolo, lo 0,65% di eugenolo, l'1,64% di geraniolo e il 4,02% di citronellolo.⁵⁷ Sempre secondo gli Standard IFRA, l'olio di rosa damascena contiene lo 0,02% di alcol benzilico, l'1,37% di trans-farnesolo,⁵⁸ l'1,14% di eugenolo,⁵⁹ il 2% di metileugenolo,⁶⁰ il 17,7% di geraniolo⁶¹ e il 32,5% di citronellolo.

In tabella 1 sono riportate, per confronto, le differenze nel profilo fitochimico degli oli essenziali di rosa damascena provenienti da Bulgaria, Turchia, Iran e Marocco.

Tabella 1 – Profilo fitochimico di vari oli essenziali di *Rosa damascena* a confronto con le specifiche ISO 9842:2003

Composti	Bulgaria 62, 63-65	Turchia 16, 31, 46, 58, 65	Iran 66, 43, 59-61	ISO 9842: 2003 ⁶⁷	GOST-ISO 9842-2017 Marocco ⁶³	GOST-ISO 9842-2017 Turchia ⁶³	GOST-ISO 9842-2017 Turchia, rurale ⁶³
Citronellolo	16,0-38,0	24,5-44,0	14,5-48,2	20-34	30,0-47,0	34,0-49,0	26,0-40,0
Nerolo	3,28-13,0	0,75-10,3	3,15-12	5-12	3,0-11,0	3,0-11,0	6,0-12,0
Geraniolo	14,0-25,7	2,1-24,0	5,5-18,0	15-22	6,0-23,0	8,0 - 20,0	12,0-29,0
2-feniletanolo	1,0-4,16	0,3-2,5	5,1	max 3,5	max 3,0	max 3,0	max 3,0
Eugenolo	0,5-1,2	0,3-1,6	0,4	n/d*	n/d	n/d	n/d
Metileugenolo	0,05-3,3	0,6-3,3	0,9	n/d	n/d	n/d	n/d
Eptadecano	0,23-4,27	0,4-2,4	1,9	1,0-2,5	0,6-4,0	0,8-3,0	0,7-3,0
Nonadecano	5,93-10,70	6,4-20,6	10,5-40,5	8,0-15,0	7,0-16,0	6,0-13,0	6,0-8,5
Eneicosano	4,82-14,05	2,0-8,9	7-14	3,0-5,5	2,0-5,5	2,0-4,0	1,5-4,0

* n/d: nessun dato disponibile

Qualità dell'olio essenziale di *R. damascena*

Uno degli indicatori della qualità dell'olio essenziale di rosa damascena è il rapporto tra i tre principali alcoli terpenici: β -citronellolo, nerolo e geraniolo. Il rapporto citronellolo/geraniolo (C/G), secondo Lawrence, varia da 1,10 a 3,91.⁶⁸ L'olio di rosa damascena bulgaro ottenuto tramite idrodistillazione è considerato lo standard. Tuttavia, come si vede in tabella, l'olio di rosa presenta differenze di tipo quantitativo nel profilo fitochimico a seconda del paese di origine. Anche il metodo di produzione può influire sulla qualità e sulla composizione dell'olio. I documenti che oggi specificano la qualità dell'olio di rosa sono lo standard ISO 9842:2003,⁶⁷ lo standard GOST ISO 9842:2017⁶³ e la monografia per l'olio di rosa della Farmacopea statunitense.³⁴ Gli ingredienti etichettati come "olio di rosa", che non rispettano le specifiche standard, potrebbero essere frutto di adulterazioni.

I composti specificati nelle monografie non sono gli unici indicatori di qualità dell'olio di rosa. Anche componenti minori, come l'ossido di rosa, il β -damascone, il β -ionone ed il β -damascone, sono in grado di influenzare la fragranza e la qualità dell'olio essenziale di rosa. Tuttavia, gli intervalli delle concentrazioni di tali composti non sono specificati dagli standard. Sfortunatamente, gli standard attuali per l'olio di rosa damascena definiscono solo il contenuto dei componenti principali ed ignorano i marcatori di qualità secondari e il rapporto enantiomerico dei terpeni, che sono parametri utili per determinare l'autenticità di questo olio.

Gli oli essenziali di rose damascene coltivate in paesi con climi più freddi contengono una percentuale più alta di una miscela di sostanze cerosi chiamate stearopteni (composti da idrocarburi alifatici, come eptadecano, nonadecano ed eneicosano), che sono inodori e di minor valore come profumo, riducendo quindi la qualità dell'olio di rosa. Tuttavia, sono considerati componenti genuini di questo olio. Le proprietà chimico-fisiche come densità relativa, indice di rifrazione e rotazione ottica sono specificate nello standard ISO 9842:2003 (Tabella 2) e nella monografia USP.³⁴ Gli ingredienti etichettati come "olio di rosa", che non rispettano i limiti definiti per questi parametri, indicano contraffazioni grossolane.



Tabella 2 - Caratteristiche chimico-fisiche dell'olio essenziale di *Rosa damascena* come specificate da ISO 9842:2003, USP e dati pubblicati in letteratura.

Caratteristiche	ISO 9842:2003 ⁶⁷	USP ³⁴	Bulgaria ⁶⁴	Turkia ⁴⁶
Aspetto (25 °C)	Liquido o più o meno cristallizzato	n/d	Liquido o più o meno cristallizzato	Liquido
Colore	Giallo chiaro	n/d	Giallo chiaro	Da giallo a giallo-verde
Odore	Floreale, rosa	n/d	Floreale, rosa	Carattere floreale, forte, dolce e rosaceo
Densità relativa (a 20 °C)	0,848-0,880	0,848-0,863 (a 30 °C)	0,867	0,844-0,868
Indice di rifrazione (a 20 °C)	1,452-1,470	1,457-1,463 (a 30 °C)	1,465	1,4520
Rotazione ottica (a 20 °C)	-5 - -1,8	-4 - -1	-2,25	-5,9 - -3,3
Punto di congelamento (°C)	16-23,5	n/d	21	16,5-23,0
Punto di infiammabilità (°C)	> 60	n/d	n/d	68
Valore dell'estere, mg KOH/g	7-24	n/d	7,12	15,1

* n/d: nessun dato disponibile

Possibili adulterazioni

A causa del suo costo elevato e della relativa facilità di simulare le sue caratteristiche olfattive, l'olio di rosa damascena è spesso oggetto di adulterazioni. Sono disponibili sul mercato diversi composti aromatici e profumati che possono essere aggiunti ad un olio essenziale per conferire una fragranza di rosa o fornire una composizione che soddisfa lo standard ISO:

- isolati naturali o sintetici, frazioni arricchite da oli essenziali a basso costo: β -citronellolo, eugenolo da chiodi di garofano (*Syzygium aromaticum* (L.) Merr. et L.M. Perry, Myrtaceae), geraniolo da palmarosa (*Cymbopogon martini* (Roxb.) Will. Watson, Poaceae), acetato di geranile da citronella (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf, Poaceae), linalolo da basilico (*Ocimum basilicum* L., Lamiaceae),⁹ rodinolo*, ossido di rosa e 2-feniletanolo e il suo estere. Secondo alcune fonti, l'olio di rosa ricostruito verrebbe ricavato miscelando damasconi, β -iononi, citronellolo ed altri alcoli di rosa e stearopteni.⁶⁹⁻⁷¹ Gli adulteranti con proprietà aromatizzanti possono anche essere naturali identici, ossia chimicamente identici a quelli presenti in natura, ma ottenuti mediante sintesi chimica, fermentazione o separazione chimica.

* Esistono diversi ingredienti in commercio venduti come rodinolo; il più delle volte, rodinolo si riferisce all' α -citronellolo o a una miscela di α -citronellolo e geraniolo.



- Altri oli essenziali: olio di legno di guaiaco (*Plectrocarpa sarmientoi* (Lorentz ex Griseb.) Christenh. & Byng; sin. *Bulnesia sarmientoi* Lorentz ex Griseb., Zygo-phyllaceae), geranio (*Pelargonium graveolens* L'Herit, Geraniaceae) o oli essenziali di palmarosa.

- Oli di altre specie di *Rosa*: l'assoluto di rosa bulgara viene spesso adulterata con l'assoluta di *R. centifolia*, nota anche come assoluta di *rose de mai*.⁶⁹

- Aggiunta di glicoli, grassi o cere: oli grassi, glicoli altobollenti,⁷² oli essenziali a basso costo, spermaceti (una sostanza cerosa originariamente ottenuta dal capodoglio), tristearato di glicerolo o paraffine altofondenti ("stearopteni") possono essere utilizzati per regolare il punto di fusione di materiali adulterati.



I fornitori di oli di rosa adulterati si concentrano sul contenuto dei componenti principali, vale a dire geraniolo e β -citronellolo. Il geraniolo si ottiene industrialmente dagli oli di palmarosa e citronella ad un costo inferiore e, quindi, può essere utilizzato per contraffare l'olio di rosa damascena. Il β -citronellolo può essere prodotto attraverso un processo di semi-sintesi, ad esempio tramite idrogenazione del geraniolo o del nerolo. Tuttavia, un contenuto di β -citronellolo più alto del solito può anche essere dovuto a scarse condizioni di conservazione dei petali di rosa. I fiori di rosa appena raccolti vengono lavorati man mano che le unità di distillazione diventano disponibili durante la giornata. Se conservati per lungo tempo in sacchetti, i fiori possono subire vari gradi di fermentazione, processo che ha un impatto diretto sulla composizione di tali fiori. Negli oli di fiori che hanno subito un'eccessiva fermentazione, il contenuto di citronellolo aumenta, mentre quello di geraniolo diminuisce.⁸

Un altro adulterante dell'olio di rosa è l'olio di legno di guaiaco, che ha un gradevole profumo di rosa tea. L'aggiunta di questo olio a quello di rosa damascena aumenta il punto di scorrimento dell'olio, che è la temperatura più bassa alla quale in uno specifico test di laboratorio si osserva che un olio scorre per gravità. Tuttavia, l'aggiunta di olio di legno di guaiaco aumenta la gravità specifica, consentendo di rilevarne la presenza. L'adulterazione dell'olio di rosa viene effettuata anche mescolando l'olio di rosa con 2-feniletanolo, α -citronellolo e geraniolo da olio di palmarosa, olio di geranio, olio di ylang ylang



(*Cananga odorata* (Lam.) Hook.f. & Thomson, Annonaceae); l'assoluta di rosa e l'olio di palmarosa vengono utilizzati per perfezionare la composizione e il profumo.

Oltre ai componenti volatili, l'olio di rosa contiene stearopteni, che sono inodori e non alterano la qualità dell'olio. Tuttavia, spermaceti, tristearato di glicerolo, paraffine ad alto punto di fusione e olio di guaiaco possono essere aggiunti all'olio di rosa come impurità per aumentare il punto di congelamento, conferendo all'olio adulterato proprietà fisico-chimiche più simili all'olio di rosa. Le adulterazioni

grezze possono essere riconosciute determinando la gravità specifica, la rotazione ottica, il

punto di congelamento e la quantità di stearopteni.

Secondo Vankar,⁷³ uno degli adulteranti più comuni è l' α -citronellolo, che ha solo un leggero effetto sulla rotazione ottica dell'olio di rosa damascena. Tuttavia, anche questa leggera deviazione dall'intervallo specificato per l'olio di rosa damascena autentico può essere sufficiente per individuare l'aggiunta a questo olio di α -citronellolo.

Fonti a supporto della conferma di adulterazione

L'adulterazione degli oli essenziali, in particolare di quelli costosi come l'olio di *R. damascena* è un problema noto e grave. Numerose pubblicazioni scientifiche hanno confermato l'adulterazione dell'olio di rosa damascena, indipendentemente dal suo paese di origine.^{9, 45, 53, 74-77} L'analisi di tre campioni commerciali di olio di rosa⁴⁹ ha mostrato elevate quantità di 2-feniletanolo in due campioni, in uno dei quali era presente anche una miscela racemica di β -citronellolo. In un altro studio in cui sono stati analizzati, tramite GC-MS (gas-cromatografia accoppiata a spettrometria di massa), 10 campioni di acqua di rose, tutti provenienti dall'Iran, in 9 di essi sono state rilevate quantità di dibutil ftalato a concentrazioni comprese tra 3,98% e 18,78%, 3 campioni contenevano quantità relativamente elevate di β -citronellolo e geraniolo (probabilmente dovute all'aggiunta di olio di geranio) ed un campione aveva contenuti elevati di trans-cariofillene e acetato di eugenolo, che secondo gli autori dello studio, potrebbero essere dovuti all'aggiunta non dichiarata di olio di garofano (*Dianthus caryophyllus* L. Caryophyllaceae).⁵³



Un lavoro condotto da un gruppo di ricercatori italiani,⁹ che hanno utilizzato GC/CIRMS (gas-cromatografia accoppiata a spettrometria di massa isotopica) in combinazione con GC-MS e GC-FID (rivelatore a ionizzazione di fiamma), ha rilevato in 18 dei 19 campioni di olio di rosa analizzati la presenza di valori insoliti di ^{13}C per geraniolo e acetato di geranile, ad indicare l'aggiunta di olio di palmarosa.

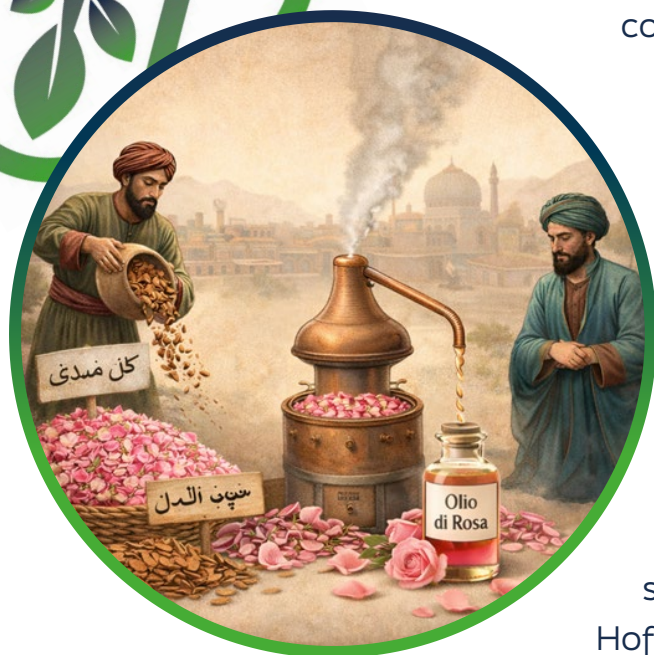
In un altro studio⁷⁸ è stato analizzato un olio di rosa venduto in Israele. L'olio era composto prevalentemente da carbitolo ed etil 2-acetil-4-metilpentanoato (30% ciascuno), seguito da polipropilene-2-metil etere acetato (8,6%), (R)-(+)-limonene (7,9%) e linalolo (6,7%). Nel 2021, Cebi *et al.*⁷⁶ hanno valutato l'autenticità di 32 campioni di olio di *R. damascena*, di cui 12 campioni sono stati ottenuti direttamente da aziende produttrici a Isparta (Turchia). Altri 20 campioni commerciali sono stati acquistati o forniti da produttori turchi locali o da negozi che vendevano campioni di oli di *R. damascena* importati. L'analisi degli oli è stata effettuata utilizzando la spettroscopia infrarossa a trasformata di Fourier (FTIR), la spettroscopia Raman e la GC-MS combinata con la chemiometria (analisi dei cluster gerarchici e delle componenti principali). Indipendentemente dal metodo analitico o dall'elaborazione dei dati, 14 campioni sono stati risultati autentici, mentre 18 sono stati adulterati.



Adulterazione accidentale o intenzionale

Gli elevati costi dell'olio di rosa damascena forniscono un incentivo all'adulterazione. L'aggiunta di sostanze chimiche sintetiche o, in alcuni casi, di oli naturali a basso costo, determina una sostanziale riduzione dei costi di produzione, portando alla commercializzazione di volumi sostanziali di olio di rosa adulterato. Gli oli adulterati, avendo un prezzo inferiore, possono mettere i produttori fraudolenti in una posizione di vantaggio competitivo, generando allo stesso tempo un profitto sostanziale. Sebbene vi siano molti fattori che influenzano la composizione e la qualità degli oli essenziali, è improbabile che si verifichino adulterazioni accidentali dell'olio di rosa damascena, poiché l'olio essenziale autentico si ottiene dai fiori di *R. damascena* coltivata.

Saint-Lary *et al.* (2016)⁷⁹ hanno sviluppato un approccio metabolomico di cromatografia liquida ad altissime prestazioni accoppiata a spettrometria di



massa a tempo di volo (UHPLC-ToFMS) che ha consentito, non solo l'identificazione di marcatori non volatili di due specie strettamente correlate del genere *Rosa* (*R. centifolia* e *R. damascena*), ma anche di rilevare contraffazioni. L'acido 12-ossosifitodienoico è stato identificato come biomarcatore per distinguere *R. centifolia* da *R. damascena*.

Adulterazione dell'olio di rosa: una pratica antica

L'adulterazione dell'olio di rosa damascena ha una lunga storia. Gildemeister e Hoffmann⁸⁰, facendo riferimento ai viaggi di Engelbert Kämpfer in Persia negli anni 1682-1684, ricordano che, prima del processo di distillazione per raffinare l'olio di rosa, ai petali si aggiungeva il sandalo (*Santalum* spp., Santalaceae). Nel XVIII secolo si usava adulterare l'olio di rosa damascena con l'olio di geranio. Nel libro del 1961 "*Perfume and Flavor Materials of Natural Origin*"⁴¹, dove è descritta la rosa "Otto", si racconta che questo materiale vegetale è stato oggetto di adulterazioni sin dalla sua prima apparizione sul mercato. Pochi gli studi recenti sull'autenticità degli oli di rosa damascena presenti in commercio, con numerosità di campioni relativamente piccola. L'indagine più ampia ha incluso 32 campioni, di cui 18 (56,3%) sono stati trovati adulterati.⁷⁶ Altre due pubblicazioni hanno valutato una, l'autenticità di 10 campioni di acqua di rose⁵³ e l'altra, 19 campioni di olio di rosa damascena,⁹ riscontrando tassi di adulterazione, rispettivamente, del 100% e del 94,7%.

Possibili problemi di sicurezza

L'olio di rosa ha un buon profilo di sicurezza quando usato per via cutanea. La LD₅₀ cutanea acuta (quantità di una sostanza in grado di sopprimere, in una unica somministrazione, il 50% di un campione di animali da esperimento) dell'olio di rosa damascena è > 2.500 mg/kg p.c. nei conigli.⁸¹⁻⁸³ In successivi studi di tossicità orale, è stata calcolata per l'olio di fiori di *R. damascena* una LD₅₀ orale acuta pari a 5.525 mg/kg p.c. nei ratti maschi e di 2.975 mg/kg p.c. e 3.972 mg/kg p.c., rispettivamente, nei ratti femmine maturi e immaturi.⁸⁴ In topi albinici Swiss, trattati per via orale con fino a 6.000 mg/kg p.c. di un estratto di acqua di fiori di *R. damascena*, poiché non è stata osservata alcuna mortalità



durante il periodo di osservazione di 24 ore dopo il trattamento, è stata determinata una LD₅₀ acuta > 6.000 mg/kg p.c.⁸⁵

In uno studio durato 8 anni sulla sensibilità ai cerotti agli oli essenziali, condotto in Giappone su 1.483 pazienti suscettibili alla dermatite da contatto, tra i 10 oli profumati utilizzati, il tasso medio di positività al patch test per l'olio essenziale di *R. damascena* (2% in petrolato) è stato dello 0,4%.⁸⁶

Un potenziale problema di sicurezza per l'olio di rosa damascena è la presenza di metileugenolo che, al di sopra di determinate concentrazioni, può causare possibili reazioni avverse ed allergie. Il tempo di raccolta dei fiori e le loro condizioni di conservazione sono stati indicati come fattori determinanti per il contenuto di metileugenolo nell'olio di rosa.⁸⁷

Il metileugenolo è classificato come cancerogeno e il suo uso nell'Unione europea è limitato sia negli aromi alimentari (Reg. (CE) n. 1334/2008)⁸⁸ che nei cosmetici (Reg. (CE) n. 1223/2009),⁸⁹ e anche da IFRA.⁶⁰ Ai sensi dell'Allegato III, parte A, del Reg. (CE) n. 1334/2008 il metileugenolo è incluso tra le sostanze che non possono essere aggiunte nella loro forma originale agli alimenti.

Il metileugenolo, un componente minore di *R. damascena*, è incluso nell'allegato III (elenco delle sostanze il cui uso è vietato nei prodotti cosmetici, salvo entro determinati limiti) del Reg. (CE) n. 1223/2009 sui cosmetici, che ha stabilito le seguenti restrizioni all'uso di questa sostanza: una concentrazione massima dello 0,001% nei prodotti cosmetici da risciacquo e dello 0,0002% in altri prodotti da non sciacquare e in prodotti per il cavo orale.^{89,90} Inoltre, lo stesso provvedimento stabilisce che citronellolo, eugenolo, farnesolo, geraniolo, limonene e linalolo (allergeni delle fragranze) devono essere riportati nell'etichettatura di un prodotto cosmetico quando le concentrazioni d'uso per questi singoli costituenti nella formulazione superano 0,001% nei prodotti senza risciacquo e 0,01% per i prodotti da sciacquare. Il Reg. (CE) n. 1223/2009 dispone anche requisiti di etichettatura per questi allergeni in Parfum (0,01%), eau de toilette (0,004%) e creme profumanti (0,002%).⁸⁹

La maggior parte delle adulterazioni dell'olio di rosa, comunque, non sembrano rappresentare un rischio per la sicurezza del consumatore.





Metodi per il rilevamento delle adulterazioni

Diversi metodi analitici sono stati messi a punto per rilevare una possibile adulterazione dell'olio di rosa damascena. La composizione fitochimica degli oli di rosa è generalmente determinata attraverso l'uso di tecniche cromatografiche, in particolare GC-MS e GC-FID.

Queste metodiche possono essere integrate con altre tecniche, come l'analizzatore elementare per la spettrometria di massa isotopica (EA-IRMS) e la spettrometria di massa isotopica per il carbonio ac-

coppiata a Gas-cromatografia (GC/C-IRMS), l'analisi enantioselettiva e la spettrometria di massa con trappola a freddo e desorbimento termico/cromatografia a gas (TCTGC-MS).¹¹

I marcatori e gli indicatori chimici utili per stabilire la qualità e l'autenticità dell'olio di rosa damascena sono il rapporto β -citronellolo/geraniolo, il rapporto enantiomerico di, per esempio, ossidi di rosa, linalolo, β -citronellolo e carvone e la presenza di costituenti in tracce come β -damascenone, β -ionone e β -damascene.

Alcuni tipi di ingredienti adulterati, specialmente quelli contenenti isolati non dichiarati, presentano profili analitici e caratteristiche fisico-chimiche (rotazione ottica) simili all'olio di rosa damascena. In questi casi, è molto difficile distinguere l'olio puro dall'olio non puro. Pertanto, potrebbe essere necessario applicare una serie di metodi ortogonali. In pratica, il controllo di qualità della purezza di un olio di rosa damascena prevede quattro fasi:

- valutazione organolettica, in cui vengono determinati la viscosità, il colore, l'odore e la trasparenza dell'olio. Se un olio di rosa damascena presenta una bassa viscosità, può essere considerato sospetto;
- valutazione dell'odore;
- verifica dei parametri fisico-chimici come la gravità specifica, la rotazione ottica e l'indice di rifrazione;
- valutazione della composizione tramite GC-MS, GC-FID o altri metodi e confronto con un olio di riferimento botanicamente autenticato.

Identificazione macro- e microscopica

Per i petali di rosa damascena, un metodo di autenticazione macroscopico o microscopico può essere applicato nella fase di approvvigionamento della materia prima per distinguere, ad esempio, *R. damascena* da *R. canina* o da altre specie di *Rosa*. Tra le caratteristiche microscopiche dei petali di rosa damascena vi sono le dimensioni delle cellule dell'epidermide superiore e inferiore, la forma delle cellule dell'epidermide superiore e il numero di strati e la posizione delle cellule parenchimali.⁹¹ Esistono rari tricomi semplici e il ricettacolo dell'epidermide abassiale (interna) contiene numerosi tricomi semplici contorti. Il polline può essere visto al microscopio. Inoltre, vi sono strutture secretorie endogene (ricettori di olio essenziale) situate nei petali nello spessore del tessuto parenchimale, di forma ovale, che contengono gocce di olio essenziale. Tuttavia, i test macroscopici e microscopici non sono applicabili all'olio essenziale.



Valutazione organolettica e semplici test chimici

Ciascuno dei prodotti a base di rosa (olio di rosa, acqua di rosa, assoluta di rosa e concreta di rosa) ha il suo aroma unico che differisce dall'aroma naturale delle rose in fiore.^{46,92} Zhao *et al.* (2016)⁹³, con l'aiuto della GC-MS in combinazione con la Gas-cromatografia/olfattometria (GC-O) e grazie alle competenze di esperti formati nella valutazione dell'intensità dell'odore e del valore dell'attività dell'odore, hanno scoperto che i principali composti aromatici dei prodotti a base di rosa sono: 2-feniletanolo, β -citronellolo, geraniolo, eugenolo, linalolo e ossido di rosa. Xiao *et al.* (2017)⁹⁴ hanno analizzato gli oli di rosa turca e damascena con GC-O accoppiato al valore di attività dell'odore e hanno confrontato una miscela sintetica di sostanze odoranti con olio di rosa damascena autentico utilizzando l'analisi enose accoppiata con l'analisi descrittiva quantitativa per trovare gli odoranti chiave dell'olio. In quanto tali, gli approcci organolettici possono aiutare a rilevare alcune forme di adulterazione. L'uso dei metodi organolettici tradizionali è ancora rilevante, sebbene siano stati sostituiti da tecnologie più moderne. Mahboubifar *et al.* (2021)⁷⁴ hanno descritto



l'applicazione di una metodica basata su sensori colorimetrici che utilizza 20 indicatori di pH o redox, combinati con metodi chemiometrici (PCA e SIMCA) per distinguere tra distillati di rosa naturali e campioni sintetici. Questo metodo si basa sulla presenza di diverse concentrazioni di costituenti acidi o alcalini nei campioni adulterati e può essere utilizzato come strumento di screening rapido, sensibile ed economico.

La monografia USP sull'olio di rosa³⁴ include un test di solubilità per la determinazione degli stearopteni, miscelando l'olio con cloriformio.

L'olio di rosa autentico produce una soluzione limpida. A questa soluzione viene aggiunto etanolo 90%, che dovrebbe portare entro 24 ore alla formazione di cristalli di stearoptene bianchi o incolori, ad una temperatura di 25 °C. L'assenza di formazione di cristalli è un indicatore di adulterazione.

Metodi cromatografici e spettroscopici

L'Organizzazione internazionale per la standardizzazione, nella norma ISO 9842:2003, specifica alcune caratteristiche dell'"Olio di rosa (*Rosa damascena* Miller)" ottenuto per distillazione a vapore. Per la determinazione dell'autenticità e della qualità dell'olio di rosa damascena, lo standard richiede l'uso di GC-MS.⁴¹ Tuttavia, questo metodo da solo non può fornire prove conclusive sull'autenticità degli oli essenziali di rosa damascena.

La GC-FID o la GC-MS rappresentano il gold standard dei test analitici di laboratorio degli oli essenziali. Un olio di rosa completamente sintetico è generalmente composto da un numero molto più piccolo di picchi distinti rispetto all'impronta digitale di un olio di rosa damascena naturale. Sono stati identificati tra 38 e 132 composti individuali per l'olio di rosa damascena, a seconda dello studio, e solo una frazione è inclusa nell'analisi dello standard ISO.^{12, 41, 51, 95}

Rilevare piccole quantità di isolati come geraniolo o citronellolo da fonti naturali o sintetiche è più difficile, sebbene si possa prevedere che l'area del picco della sostanza aggiunta aumenti notevolmente rispetto a quella caratteristica dell'olio di rosa damascena autentico, il che indica la contraffazione del campione di olio. Raeber *et al.* (2023)⁴⁵ hanno riferito che il rapporto tra i componenti principali dell'olio di rosa damascena e i tipici composti minori (difficili da

ottenere come isolati o composti singoli) si è rivelato un criterio idoneo per determinare l'autenticità dell'olio e valori di concentrazione insoliti sono stati considerati indicatori di adulterazione con isolati dei componenti principali. Gli autori hanno proposto due metodi GC-FID che consentono di analizzare 21 e 29 analiti dell'olio di rosa, inclusi componenti principali, minori e chirali, utilizzando, rispettivamente, una colonna capillare DB-wax e BGB 178 30% CD (chirale), con un tempo di analisi totale di 60 minuti. L'analisi chirale ha separato con successo gli enantiomeri di (+/-)-canfene, (+/-)-ossido di rosa, (+/-)-linalolo, (+/-)- β -citronellolo e (+/-)-acetato di citronellile, nonché i diastereomeri citrale e β -damascenone. Entrambi i metodi sono stati applicati all'analisi di 10 campioni autentici di olio di rosa e sono stati determinati i rapporti enantiomerici e isomerici, nonché il contenuto di componenti maggiori e minori. L'identità dei componenti dei campioni di olio di rosa autentici è stata ulteriormente confermata da GC-MS.



Molti componenti degli oli essenziali sono chirali e la composizione enantiomerica può essere utilizzata come indicatore di provenienza e identità.⁶⁸ Krupčík *et al.* (2015)⁹⁶ hanno proposto di valutare l'autenticità e la qualità dell'olio essenziale di rosa in base alla predominanza dell'enantiomero R dell' α -pinene (90%), dell'enantiomero S del β -pinene (oltre l'86%), nonché dell'eccesso isomerico di ossido di rosa (oltre il 40% per cis) e farnesolo (oltre il 79% per trans). Nello stesso lavoro, gli autori sono stati in grado di distinguere tra oli di rosa bulgari e turchi confrontando la composizione enantiomerica di entrambi gli oli. Gli oli bulgari contenevano il 67% di R-limonene, mentre l'olio di rosa turco solo il 53%. Per il linalolo, gli oli di rosa bulgari e turchi avevano una concentrazione più elevata di R-enantiomeri (rispettivamente, più del 10% e del 20% per l'olio di rosa bulgaro e turco). Kreis e Mosandl (1992)⁷⁰ hanno riportato per (S)-(-)-citronellolo una purezza enantiomerica > 99%, mentre l'ossido di (2S,4R)-cis-rosa e l'ossido di (2R,4R)-cis-rosa avevano una purezza enantiomerica superiore al 99,5%.

Pellati (2013)⁹ ritiene che GC-FID, in combinazione con GC-MS, EA-IRMS e GC/C-IRMS, siano tecniche adeguate a caratterizzare gli oli essenziali commerciali di rosa damascena e a rilevare l'autenticità o la presenza in questi oli di adulteranti.



spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR), combinata con statistiche multivariate utilizzando l'analisi delle componenti principali e l'analisi dei cluster, fornisce uno strumento aggiuntivo per controllare l'autenticità e la purezza dell'olio essenziale di rosa damascena. Knödler *et al.* (2019)⁷² hanno proposto una combinazione di metodi TLC, NIR e GC-MS, tra cui la separazione chirale dei costituenti dell'olio di rosa, per autenticare l'olio di rosa damascena.

GC-FID ad alta temperatura e TLC sono stati i test principali per rilevare la miscela di oli vegetali e polietilenglicole 400. La GC chirale è servita invece a rivelare l'aggiunta non dichiarata di olio di geranio o di β -citronellolo sintetico. Gli autori hanno riferito che i rapporti tra uno qualsiasi dei costituenti principali e i tipici composti minori dell'olio di rosa possono essere utilizzati come criteri di autenticità, poiché valori di rapporto insolitamente elevati sono indice di arricchimento degli oli di rosa con i costituenti principali.

In un altro studio, la spettroscopia infrarossa a trasformata di Fourier e riflessione totale attenuata (ATR-FTIR), combinata con i metodi di regressione chemiometrica dei minimi quadrati parziali (PLSR) e di regressione delle componenti principali (PCR), è stata proposta per quantificare un certo numero di adulteranti nell'olio di *R. damascena*. Lo studio ha dimostrato che questo metodo può essere utilizzato per identificare e quantificare gli oli di palmarosa e di geranio e il 2-feniletanolo nell'olio di rosa damascena, nonché per determinarne l'autenticità. Il metodo ha fornito valori di coefficiente di correlazione accettabili ($\geq 0,96$) in tutti i modelli di convalida incrociata per spettri FTIR normali, di prima e seconda derivazione.⁷⁷

Metodi rapidi e affidabili per confermare l'autenticità di un olio essenziale, oltre alla GC-MS, includono la spettroscopia FTIR o Raman combinata con la chemiometria. Questi due metodi spettroscopici hanno mostrato buoni risultati in un'indagine sull'autenticità di 20 campioni commerciali di olio di rosa rappresentando dei metodi analitici rapidi, accurati ed economici per valutare la qualità dell'olio essenziale di *R. damascena*.⁷⁶

Conclusioni

L'olio essenziale di rosa damascena è uno degli oli essenziali più costosi e i suoi costituenti principali possono essere sostituiti con relativa facilità con materiali purificati o sintetizzati da altre fonti ad un costo molto più basso. Pertanto, l'adulterazione dell'olio di rosa damascena sembra essere piuttosto comune. Gli oli di geranio e palmarosa sono tra i sostituti più comuni di questo olio. I composti che meglio identificano l'olio di rosa damascena sono β -citronellolo, nerolo e geraniolo, che sono utilizzati come standard di autenticazione nella valutazione della qualità dell'olio. Il controllo di qualità dell'olio essenziale per rilevare la presenza di sostanze sintetiche o naturali identiche o di oli essenziali meno costosi può essere eseguito con successo valutando il profilo chimico dell'olio di rosa damascena e quantificando i composti marcatori. I moderni approcci analitici che consentono, oggi, più di tutti, di confermare l'autenticità dell'olio di rosa damascena o di rilevare possibili adulterazioni, si basano per lo più su metodi gas-cromatografici.



Riferimenti bibliografici

1. *Rosa x damascena* Herrm. Plants of the World Online database. Royal Botanic Gardens, Kew. <https://powo.science.kew.org/results?q=Rosa%20%C3%97%20damascena>.
2. Tucker A.O. *Rosa*. In: Boutelier D., ed. *Rose (Rosa): Herb of the Year 2012*. Jacksonville, FL: The Herb Society of America; 2011: 6-27.
3. McNeill J., Barrie F.R., Burdet H.M., et al., eds. *International Code of Botanical Nomenclature (Vienna Code)*. Regnum Vegetabile 146. Vienna, Austria: A.R.G. Gantner Verlag KG; 2006. www.iapt-taxon.org/icbn/main.htm.
4. *Rosa damascena*. In: Tucker A.O., DeBaggio T. *The Encyclopedia of Herbs: A Comprehensive Reference to Herbs of Flavor and Fragrance*. Portland, OR: Timber Press; 2009: 415-423.
5. Iwata H., Kato T., Ohno S. Triparental origin of Damask roses. *Gene*. 2000; 259(1):53-59.
6. Cui W.H., Du X.Y., Zhong M.C., et al. Complex and reticulate origin of edible roses (*Rosa*, *Rosaceae*) in China. *Hortic Res*. 2022; 14(2): 8-15.
7. Gault S.M., Synge P.M. *The Dictionary of Roses in Colour*. London, UK: Rainbird Reference Books; 1971.
8. Başer K.H.C. Turkish rose oil. *Perfum Flavorist*. 1992; 17(3): 45-52.
9. Pellati F., Orlandini G., van Leeuwen K.A., et al. Gas chromatography combined with mass spectrometry, flame ionization detection and elemental analyzer/isotope ratio mass spectrometry for characterizing and detecting the authenticity of commercial essential oils of *Rosa damascena* Mill. *Rapid Commun Mass Spectrom*. 2013; 27(5): 591-602.
10. Atanasova T., Kakalova M., Stefanof L., et al. Chemical composition of essential oil from *Rosa damascena* mill., growing in new region of Bulgaria. *Ukrainian Food Journal*. 2016; 5(3): 492-498.
11. Nunes H.S., Miguel M.G. *Rosa damascena* essential oils: A brief review about chemical composition and biological properties. *Trends Phytochem Res*. 2017; 1(3): 111-128.
12. Mahboubi M. *Rosa damascena* as holy ancient herb with novel applications. *J Tradit Complement Med*. 2016; 6(1): 10-16.
13. Boutelier D. ed. *Rose (Rosa): Herb of the Year 2012*. Jacksonville, FL: The Herb Society of America; 2011. www.herbsociety.org/file_download/inline/83784ac3-dac2-4586-8d62-6bbf56a98b74.
14. Mohsen E., Younis I.Y., Farag M.A. Metabolites profiling of Egyptian *Rosa damascena* Mill. flowers as analysed via ultra-high-performance liquid chromatography mass spectrometry and solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry in relation to its anti-collagenase skin effect. *Ind Crops Prod*. 2020; 155:1 12818.
15. Global Rose Oils Market Size By Type (*Rosa damascena*, *Rosa centifolia*), By Application (Personal Care, Cosmetics, Perfumes), By Geographic Scope And Forecast, Report ID: 20544. Verified Market Research. www.verifiedmarketresearch.com/product/rose-oils-market/.
16. Rusanov K., Kovacheva N., Vosman B., et al. Microsatellite analysis of *Rosa damascena* Mill. accessions reveals genetic similarity between genotypes used for rose oil production and old Damask rose varieties. *Theor Appl Genet*. 2005; 111(4): 804-809.



17. Agaoglu Y.S. Rose oil industry and the production of oil rose (*Rosa damascena* Mill.) in Turkey. *Biotechnol Biotechnol Equip.* 2000; 14(2): 8-15.
18. Aqua Rosae - Rosenwasser. Deutsches Arzneibuch, 6 Ausgabe. Berlin, Germany: R. v. Decker's Verlag; 1926: 72.
19. Başer K.H.C., Altıntaş A., Kürkçüoğlu M. Turkish rose: A review of the history, ethnobotany, and modern uses of rose petals, rose oil, rose water, and other rose products. *HerbalGram.* 2012; 96: 40-53.
20. Ibn-i Sinâ. El-Kânûn Fi't-Tibb (2nd book). Ankara, Türkiye: Atatürk Kültür Merkezi Başkanlığı Yayınları; 2009.
21. Nikbakht A., Kafi M. A study on the relationships between Iranian people and Damask rose (*Rosa damascena*) and its therapeutic and healing properties. *Acta Hort.* 2008; 790: 251-254.
22. Başer KHC. Rose mentioned in the works of scientists of the medieval east and implications in modern science. *Nat Prod Commun.* 2017; 12(8): 1327-1330.
23. Najem W., El Beyrouthy M., Wakim L.H., Neema C., Ouaini N. Essential oil composition of *Rosa damascena* Mill. from different localities in Lebanon. *Acta Bot Gall.* 2011; 158(3): 365-373.
24. Sardari F.A., Mosleh G., Azadi A., Mo-hagheghzadeh A., Badr P. Traditional and recent evidence on five phytopharmaceuticals from *Rosa damascena* Herrm. *Res J Pharmacogn.* 2019; 6: 77-84.
25. Akhmadieva A.K., Zaichkina S.I., Ruzieva R.K.h, Ganassi E.E. The protective action of a natural preparation of anthocyan (pelargonidin-3,5-diglucoside). *Radiobiologiya.* 1993; 33(3): 433-435.
26. Shishkova M., Ivanova B., Beluhova-Uzunova R., Harizanova A. Opportunities and challenges for sustainable production and processing of *Rosa damascena* in Bulgaria. *Ind Crops Prod.* 2022; 186: 115184.
27. Daglı R., Avcu M., Metin M., Kiyamaz S., Ciftci H. The effects of aromatherapy using rose oil (*Rosa damascena* Mill.) on preoperative anxiety: A prospective randomized clinical trial. *Eur J Integr Med.* 2019; 26: 37-42.
28. Farnia V., Shirzadifar M., Shakeri J., et al. *Rosa damascena* oil improves SSRI-induced sexual dysfunction in male patients suffering from major depressive disorders: Results from a double-blind, randomized, and placebo-controlled clinical trial. *Neuropsychiatr Dis Treat.* 2015; 11: 625-635.
29. Demirel S. Medical evaluation of the antimicrobial activity of rose oil on some standard bacteria strains and clinical isolates. *Altern Ther Health Med.* 2022; 28(6): 52-56.
30. Ulusoy S., Boşgelmez-Tinaz G., Seçilmiş-Canbay H. Tocopherol, carotene, phenolic contents and antibacterial properties of rose essential oil, hydrosol and absolute. *Curr Microbiol.* 2009; 59(5): 554-558.
31. Basim E., Basim H. Antibacterial activity of *Rosa damascena* essential oil. *Fitoterapia.* 2003; 74(4): 394-396.
32. Royal College Physicians of London. *Pharmacopoeia Londinensis* of 1618 [facsimile republication]. Madison, WI: State Historical Society of Wisconsin; 1944.
33. Oleum Rosae — Rosenöl. Deutsches Arzneibuch, 6 Ausgabe. Berlin, Germany: R. v. Decker's Verlag; 1926: 490.
34. US Pharmacopeia. Rose Oil. USP43-NF38. Rockville, MD: United States Pharmacopeia; 2023: 6001.
35. Schroeder R. History of the hero: Chanel No5. Harper's Bazaar. February 3, 2023. www.harpersbazaar.com/uk/beauty/frAGRANCE/a41776009/chanel-no5/.
36. Güneş E. Turkey rose oil production and marketing: A review on problem and opportunities. *J Appl Sci.* 2005; 5: 1871-1875.
37. Kovacheva N., Rusanov K., Atanasov I. Industrial cultivation of oil bearing rose and rose oil production in Bulgaria during 21st century, directions and challenges. *Biotechnol Biotechnol Equip.* 2010; 24(2): 1793-1798.

38. IFEAT Socio-Economic Subcommittee on the Importance of Specific Naturals to the Livelihood of Those Involved in Their Production. Socio-economic impact study of the naturals: Rose. IFEAT World. 2018; (April): 8-10.
39. Liu Y., Zhi D., Wang X., et al. Kushui rose (*R. setata* [sic] × *R. rugosa*) decoction exerts anti-tumor effects in *C. elegans* by downregulating Ras/MAPK pathway and resisting oxidative stress. *Int J Mol Med*. 2018; 42(3): 1411-1417.
40. Ma L., Zhang N., Li S., Wang H., Petkova M., Yao L. An overview of oil-bearing roses in China. *Agric Sci*. 2019; 11(25): 21-26.
41. Arctander S. *Perfume and Flavor Materials of Natural Origin*. Carol Stream, IL: Allured Publishing Corporation; 1961:736. <https://naturalnicheperfume.com/wp-content/uploads/Arctander.pdf>.
42. Kováts E.S. Composition of essential oils: Part 7. Bulgarian oil of rose (*Rosa damascena* mill.). *J Chromatogr A*. 1987; 406: 185-222.
43. Mahboubi M., Kazempour N., Khamechian T., Fallah M.H., Kermani M.M. Chemical composition and antimicrobial activity of *Rosa damascena* Mill essential oil. *J Biol Act Prod Nat*. 2011; 1(1): 19-26.
44. Berechet M.D., Calinescu I., Stelescu M.D., et al. Composition of the essential oil of *Rosa damascena* Mill. cultivated in Romania. *Revista de Chimie*. 2015; 66(12): 1986-1991.
45. Raeber J., Favrod S., Steuer C. Determination of major, minor and chiral components as quality and authenticity markers of *Rosa damascena* oil by GC-FID. *Plants*. 2023; 12(3): 506.
46. Baydar H. Oil-bearing rose (*Rosa damascena* Mill.) cultivation and rose oil industry in Turkey. *Euro-Cosmet*. 2006; 14(6): 13-17.
47. Baldermann S., Yang Z., Sakai M., Fleischmann P., Watanabe N. Volatile constituents in the scent of roses. *Floricult Ornament Biotechnol*. 2009; 3(1): 89-97.
48. Mannschreck A., von Angerer E. The scent of roses and beyond: Molecular structures, analysis, and practical applications of odorants. *J Chem Educ*. 2011; 88(11): 1501-1506.
49. König W.A., Fricke C., Saritas Y., Momeni B., Hohenfeld G. Adulteration or natural variability? Enantioselective gas chromatography in purity control of essential oils. *J High Res Chromatogr*. 1997; 20(2): 55-61.
50. Ohashi T., Miyazawa Y., Ishizaki S., Kurobayashi Y., Saito T. Identification of odor-active trace compounds in blooming flower of Damask rose (*Rosa damascena*). *J Agric Food Chem*. 2019; 67(26): 7410-7415.
51. Verma R.S., Padalia R.C., Chauhan A., Singh A., Yadav A.K. Volatile constituents of essential oil and rose water of damask rose (*Rosa damascena* Mill.) cultivars from North Indian hills. *Nat Prod Res*. 2011; 25(17): 1577-1584.
52. Kürkçüoğlu M., Başer K.H.C. Studies on Turkish rose concrete, absolute, and hydrosol. *Chem Nat Compd*. 2003; 39(5): 457-464.
53. Moein M., Zarshenas M.M., Delnavaz S. Chemical composition analysis of rose water samples from Iran. *Pharm Biol*. 2014; 52(10): 1358-1361.
54. Schulz H. Fragrance and pigments: Odoriferous substances and pigments. In: Roberts AV, ed. *Encyclopedia of Rose Science*. London, UK: Elsevier; 2003: 231-240.
55. Raj P.R. Safety Assessment of *Rosa damascena*-derived Ingredients as Used in Cosmetics. Washington, DC: Cosmetic Ingredient Review; February 11, 2022. www.cir-safety.org/sites/default/files/Rosa%20damascena_0.pdf.
56. International Fragrance Association (IFRA). IFRA Standard 49th Amendment: Benzyl alcohol. Geneva, Switzerland: International Fragrance Association; 2020. https://ifrafragrance.org/standards/IFRA_STD_008.pdf.
57. International Fragrance Association (IFRA). IFRA Standard 49th Amendment: Citronellol. Geneva, Switzerland: International Fragrance Association; 2021. https://ifrafragrance.org/standards/IFRA_STD_022.pdf.
58. International Fragrance Association (IFRA). IFRA Standard 49th Amendment: Farnesol. Geneva, Switzerland: International Fragrance Association; 2021. https://ifrafragrance.org/standards/IFRA_STD_036.pdf.

59. International Fragrance Association (IFRA). IFRA Standard 49th Amendment: Eugenol. Geneva, Switzerland: International Fragrance Association; 2020. https://ifrafragrance.org/standards/IFRA_STD_035.pdf.
60. International Fragrance Association (IFRA). IFRA Standard 49th Amendment: Methyl eugenol. Geneva, Switzerland: International Fragrance Association; 2020. https://ifrafragrance.org/standards/IFRA_STD_100.pdf.
61. International Fragrance Association (IFRA). IFRA Standard 49th Amendment: Geraniol. Geneva, Switzerland: International Fragrance Association; 2021. https://ifrafragrance.org/standards/IFRA_STD_037.pdf.
62. Tobyn G., Denham A., Whitelegg M. Chapter 25 - Rosa damascena, damask rose. In: Tobyn G., Denham A., Whitelegg M., eds. Medical Herbs. London, UK: Churchill Livingstone; 2011: 253-270.
63. Zolotilov V., Nevkrytaya N., Zolotilova O., et al. The essential-oil-bearing rose collection variability study in terms of biochemical parameters. *Agronomy*. 2022; 12(2): 529.
64. Atanasova T., Kakalova M., Stefanof L., et al. Chemical composition of essential oil from Rosa damascena Mill., growing in new region of Bulgaria. *Ukr Food J*. 2016; 5: 492-498.
65. Essential oil profiles. In: Tisserand R, Young R, eds. *Essential Oil Safety*. 2nd ed. London, UK: Churchill Livingstone; 2014: 187-482.
66. Yaghoobi M., Moridi Farimani M., Sadeghi Z., Asghari S., Rezadoost H. Chemical analysis of Iranian Rosa damascena essential oil, concrete, and absolute oil under different bio-climatic conditions. *Ind Crops Prod*. 2022; 187: 115266.
67. International Organization for Standardization (ISO). Oil of rose (Rosa x damascena Miller). ISO 9842:2003. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization (ISO); 2003.
68. Lawrence B.M. Progress in essential oils: Rose oil and extracts. *Perfum Flavorist*. 1991; 16: 43-77.
69. Burfield T. The adulteration of essential oils - and the consequences to aromatherapy & natural perfumery practice. Presented at: International Federation of Aromatherapists Annual General Meeting 2003; London, UK. <https://westcoastaromatherapy.com/wp-content/uploads/2016/03/The-Adulteration-of-Essential-Oils.pdf>.
70. Kreis P., Mosandl A. Chiral compounds of essential oils. Part XI. Simultaneous stereoanalysis of lavandula oil constituents. *Flav Fragr J*. 1992; 7(4): 187-193.
71. Do T.K.T., Hadji-Minaglou F., Antoniotti S., Fernandez X. Authenticity of essential oils. *TrAC Trends Anal Chem*. 2015; 66: 146-157.
72. Knödler M., Schrack-Belschner S.M.I., Berger M., et al. Authenticity assessment and detection of adulteration in Bulgarian rose (Rosa damascena Mill.) essential oils. *Planta Med*. 2019; 85(18): P-078.
73. Vankar P.S. Adulteration in rose oil. *Nat Prod Radiance*. 2003; 2(4): 180-181.
74. Mahboubifar M., Hemmateenejad B., Jassbi A.R. Evaluation of adulteration in distillate samples of Rosa damascena Mill using colorimetric sensor arrays, chemometric tools and dispersive liquid-liquid microextraction-GC-MS. *Phytochem Anal*. 2021; 32(6): 1027-1038.
75. Dobрева A., Getchovska K., Nedeltcheva-Antonova D. A comparative study of Saudi Arabia and Bulgarian rose oil chemical profile: The effect of the technology and geographic origin. *Flav Fragr J*. 2020; 35(5): 584-596.
76. Cebi N., Arici M., Sagdic O. The famous Turkish rose essential oil: Characterization and authenticity monitoring by FTIR, Raman and GC-MS techniques combined with chemometrics. *Food Chem*. 2021; 324: 129496.
77. Cebi N. Quantification of the geranium essential oil, palmarosa essential oil and phenylethyl alcohol in Rosa damascena essential oil using ATR-FTIR spectroscopy combined with chemometrics. *Foods*. 2021; 10(8): 1848.
78. Dubnicka M., Cromwell B., Levine M. Investigation of the adulteration of essential oils by GC-MS. *Curr Anal Chem*. 2020; 16: 1-5.

79. Saint-Lary L., Roy C., Paris J.-P., Martin J.-F., Thomas O.P., Fernandez X. Metabolomics as a tool for the authentication of rose extracts used in flavour and fragrance area. *Metabolomics*. 2016; 12(3): 49.
80. Gildemeister E., Hoffmann F. *Die aetherischen Oele*. Julius Springer Verlag; 1899: 938.
81. Opdyke D.L. Monographs on fragrance raw materials. *Food Cosmet Toxicol*. 1974; suppl 12: 807-1016.
82. Opdyke D.L. Monographs on fragrance raw materials. *Food Cosmet Toxicol*. 1975; 13(4): 449-457.
83. Nayebe N., Khalili N., Kamalinejad M., Emtiazy M. A systematic review of the efficacy and safety of *Rosa damascena* Mill. with an overview on its phytopharmacological properties. *Complement Ther Med*. 2017; 34: 129-140.
84. Tisserand R., Young R. *Essential Oil Safety*. 2nd ed. London, UK: Churchill Livingstone; 2014.
85. Saleh E.-S., Bazaid S., Sabra A.-N. Total phenolic, in vitro antioxidant activity and safety assessment (acute, sub-chronic and chronic toxicity) of industrial Taif rose water by-product in mice. *Der Pharm Lett*. 2015; 7(2): 251-259.
86. Sugiura M., Hayakawa R., Kato Y., Sugiura K., Hashimoto R. Results of patch testing with lavender oil in Japan. *Contact Dermatitis*. 2000; 43(3): 157-160.
87. Rusanov K., Kovacheva N., Rusanova M., Atanasov I. Reducing methyl eugenol content in *Rosa damascena* Mill rose oil by changing the traditional rose flower harvesting practices. *Eur Food Res Technol*. 2012; 234(5): 921-926.
88. Regolamento (CE) n. 1334/2008 del Parlamento europeo e del Consiglio del 16 dicembre 2008 relativo agli aromi e ad alcuni ingredienti alimentari con proprietà aromatizzanti destinati a essere utilizzati negli e sugli alimenti e che modifica il regolamento (CEE) n. 1601/91 del Consiglio, i regolamenti (CE) n. 2232/96 e (CE) n. 110/2008 e la direttiva 2000/13/CE (GU L 354/34 del 31.12.2008).
89. Regolamento (CE) n. 1223/2009 del Parlamento europeo e del Consiglio del 30 novembre 2009 sui prodotti cosmetici (GU L 342/59 del 22.12.2009).
90. Methyl eugenol. In: de Groot A.C. *Monographs in Contact Allergy Volume 2: Fragrances and Essential Oils*. Boca Raton, FL: CRC Press; 2019.
91. Abudayeh Z.H., Karpiuk U., Armoon N., et al. Phytochemical, physiochemical, macroscopic, and microscopic analysis of *Rosa damascena* flower petals and buds. *J Food Qual*. 2022; 2022: 5079964.
92. Antonova D.V., Medarska Y.N., Stoyanova A.S., Nenov N.S., Slavov A.M., Antonov L.M. Chemical profile and sensory evaluation of Bulgarian rose (*Rosa damascena* Mill.) aroma products, isolated by different techniques. *J Essent Oil Res*. 2021; 33(2): 171-181.
93. Zhao C.Y., Xue J., Cai X.D., Guo J., Li B., Wu S. Assessment of the key aroma compounds in rose-based products. *J Food Drug Anal*. 2016; 24(3): 471-476.
94. Xiao Z., Li J., Niu Y., Liu Q., Liu J. Verification of key odorants in rose oil by gas chromatography-olfactometry/aroma extract dilution analysis, odour activity value and aroma recombination. *Nat Prod Res*. 2017; 31(19): 2294-2302.
95. Nedeltcheva-Antonova D., Stoicheva P., Antonov L. Chemical profiling of Bulgarian rose absolute (*Rosa damascena* Mill.) using gas chromatography-mass spectrometry and trimethylsilyl derivatives. *Ind Crops Prod*. 2017; 108: 36-43.
96. Krupčík J., Gorovenko R., Špánik I., Sandra P., Armstrong D.W. Enantioselective comprehensive two-dimensional gas chromatography. A route to elucidate the authenticity and origin of *Rosa damascena* Miller essential oils. *J Sep Sci*. 2015; 38(19): 3397-3403.