Avaliação da Toxicidade frente *Artemia salina* de extratos obtidos das folhas de *Andira Paniculata* Benth

Jordana Borges Campos*(IC)[1], Amanda dos Reis Correia (PG)[1], Danielle Coelho da Cruz (PG)[1], Antônio Carlos Severo Menezes (PQ)[1].

[1]Universidade Estadual de Goiás, BR-153, 3105 Fazenda Barreiro do Meio, Anápolis - GO, 75132-903

* jordanaborgescampos@gmail.com

Resumo:

Andira Paniculata Benth é uma espécie vegetal pertencente à família Fabaceae, presente no território brasileiro, encontrada principalmente na Amazônia, entretanto, também é encontrada no cerrado brasileiro, sendo usada pela população no interior do país como inseticida. Este trabalho, teve como objetivo a investigação e avaliação, in vitro, da toxicidade e letalidade frente a *Artemia salina* Leach (TAS), este teste foi realizado com o intuito de determinar de forma preliminar a toxicidade das frações obtidas do extrato bruto da folha da *andira paniculata* benth,; Os resultados preliminares obtidos demonstram baixa toxicidade dos mesmos. Tendo letalidade apenas em 3 dos 6 extratos, com a fração APFH tendo um total de sete mortes, a APFAE com trinta e quatro mortes, e a APFED com setenta e um mortos, a dose letal foi determinada via análise estatística (PROBIT) dos resultados.

Palavras-chave: mortalidade, Fabaceae, produto natural, fitoquimico, dose letal.

Introdução

A química dos produtos naturais é considerada uma das subáreas mais antigas da química orgânica, que busca analisar do ponto de vista químico e identificar os metabólitos secundários biologicamente ativos. A biodiversidade brasileira está em torno de 170 a 210 mil espécies, o que corresponde a 13% da riqueza mundial (STEHMANN, 2017). Entretanto, menos de 10% destas espécies já tiveram avaliadas as suas características biológicas, e menos de 5% foram submetidas a estudos fitoquímicos detalhados.

O uso da flora brasileira como fonte de pesquisa é de extrema importância, uma vez que, embora o país tenha um território tão rico em biodiversidade, esta

ainda é relativamente subutilizada apesar do aumento substancial nos últimos anos em pesquisas na área (PINTO, 2002).

A família Fabaceae é a terceira maior família de angiospermas abrangendo quase 20 mil espécies. Encontra-se dispersa em várias regiões do mundo, mas se concentra nas regiões tropicais e subtropicais.

O gênero Andira pertencente à família Fabaceae, está representado por mais de 30 espécies distribuídas na América Tropical, sendo que 27 espécies se encontram no Brasil, a maioria encontrada na Amazônia. A espécie *Andira paniculata* Benth é conhecida como “Angelim doce”, sendo descrita na literatura como uma árvore venenosa que é usada como inseticida no interior do país. Este trabalho busca determinar a toxicidade das frações obtidas do extrato bruto das folhas de *Andira paniculata* Benth, contra *Artemia salina* (TAS).

A *Artemia salina* é um microcrustáceo de água salgada utilizado como alimento vivo para peixes, podendo ser encontrada facilmente em lojas especializadas. Este ensaio é rotineiramente utilizado para se detectar potencial biológico a partir da análise da toxicidade de extratos e compostos, por se tratar de um bioensaio simples e de baixo custo (SALMAN et. al., 2019).

Material e Métodos

O ensaio foi realizado segundo a metodologia de Molina-Salinas e Said-Fernández (2006) com algumas adaptações. Os ovos de alta eclosão foram colocados no funil juntamente com uma solução de água salina, que foi preparada anteriormente com 1 litro de água e 36 gramas de sal mineral marinho formando uma concentração de 36% (m/v) e extrato de levedura.

Após a preparação da água salina, foi adicionado no artemilheiro 0,3 gramas dos cistos de alta eclosão que foram deixados para eclodir em temperatura

ambiente, com aeração constante por 36 horas. Após esse período, os náuplios foram capturadas com auxílio de uma fonte de luz e pipeta com capacidade para 100 µL.

Para a preparação das soluções-estoque foi necessário pesar 0,008 gramas de cada extrato e posteriormente a isso adicionou-se 100 µL de DMSO 5% e 1900 µL de Tween a 0,02%, formando a solução estoque com concentração de 4000 $\mu g.mL^{-1}$ (A). O procedimento foi realizado para as frações analisadas: acetato de etila (1), hexano (2), diclorometano (3), metanol (4), etanol (5) e uma fração etanólica hidroalcóolica (6).

A partir da solução estoque foi realizada a diluição seriada nas concentrações: 2000 $\mu g.ml^{-1}$ (B),1000 $\mu g.mL^{-1}$ (C) e 500 $\mu g.mL^{-1}$ (D), desta última retirou-se três alíquotas, que foram diluídas com água salina e tiveram as seguintes concentrações: 250 $\mu g.mL^{-1}$ (E), 125 $\mu g.mL^{-1}$(F) e 62,5 $\mu g.mL^{-1}$ (G).

Além dos extratos, foi realizado o teste de controle positivo, com $K_2Cr_2O_7$ (dicromato de potássio) e os testes de controle negativos que são feitos com solução salina, DMSO 5% e Tween a 0,002%.

Em cada poço adicionou-se 10 +/- 2 náuplios em 100 µl e 100µl de cada concentração dos extratos, fazendo com que a concentração final ficasse 50 % da concentração analisada, então a maior concentração presente foi de 2000$\mu l.mL^{-1}$. As placas foram deixadas em repouso durante 24 horas. Os náuplios foram contados novamente após esse período e os valores anotados para estimar a concentração letal média (CL_{50}), pelo método gráfico para dose-resposta - Probit, no programa Statistica, a partir da regressão linear obtida da relação entre porcentagem de náuplios mortos e a concentração das frações.

Para a classificação do nível de toxidade, foi empregado o critério sugerido por Ngutaet al. (2011). Os autores consideram toxicidade forte para compostos com valores de CL_{50} de até 100 $\mu l.mL^{-1}$, toxicidade moderada para CL_{50} entre 100 e 500

$\mu g.mL^{-1}$,toxicidade baixa para CL_{50} entre 500 $\mu g.mL^{-1}$ e 1000 $\mu g.mL^{-1}$, e não tóxico para valores acima de 1000 $\mu g.ml^{-1}$.

Resultados e Discussão

A partir dos resultados obtidos nas três réplicas realizadas com os extratos das folhas de *Andira paniculata* (APF), foi possível observar que as frações que obtiveram algum resultado nos testes de toxicidade e letalidade realizados, com estes dados foi calculado os CL_{50}, por meio do programa computacional estatístico "Statistica", com confiança de 95%. Os dados são apresentados na Tabela 1

Tabela 1: Resultado das concentrações letais médias dos extratos e controles da técnica.

Extrato	Mortes (%)	CL_{50} ($\mu g.ml^{-1}$)	Intervalo de confiança	
			Limite inferior	Limite superior
APFH	7,78	>2000	17.702,50	20.414,62
APFAE	37,78	>2000	3.041,602	4.333,906
APFED	78,89	1.713,165	1.432,955	1.993,374
APFMeOH	0	>2000	-	-
APFEtOH	0	>2000	-	-
APFEtOH-W	0	>2000	-	-
Solução salina	0	-	-	-
DMSO 5%	0	-	-	-
Tween 0.02%	0	-	-	-
$K_2Cr_2O_7$	66	18,17	13,17	24,96

Onde: A- *Andira*; P- *paniculata*; F- folhas; H- hexano; AE- acetato de etila; MeOH- metanol; ED- etanol diclorometano; EtOH- etanol; EtOH-W- etanol hidroalcóolico.

Os ensaio realizados contra artemia salina foi verificado que as frações obtidas do extrato etanoico, extrato etanoico hidroalcóolico e metanoico, apresentaram 0% de mortalidade nas concentrações estudadas, indicando a não toxicidade das frações, já as frações de hexano, acetato de etila e diclorometano obtiveram respectivamente 7.78%, 37.78% e 78.89% de mortalidade dos náuplios, com isso Podemos dizer que essas frações tiveram alguma toxicidade para os nauplios, entretanto, segundo Nguta et al. (2011) todos os compostos são considerados não tóxicos, pois, todas as CL_{50} foram acima de 1000 $\mu l.mL^{-1}$

Considerações Finais

A partir da exploração da flora brasileira foi possível identificar e produzir os extratos da folha da *Andira paniculata*. As frações analisadas das folhas de *A. paniculata*, via TAS, se apresentaram atóxicos, pois as concentrações letais médias (CL_{50}) foram superiores a 1000 $\mu l.\ mL^{-1}$, por conta disto novos ensaios devem ser realizados para complementar o estudo da espécie.

Agradecimentos

Agradeço ao programa de bolsas de Iniciação Tecnológica da UEG -BIT/UEG e a PrP-UEG pelo apoio recebido.

Referências

AMARANTE, Cristine Bastos do et al . Estudo fitoquímico biomonitorado pelos ensaios de toxicidade frente à *Artemia salina* e de atividade antiplasmódica do caule de aninga (Montrichardia linifera). **Acta Amaz.**, Manaus , v. 41, n. 3, p. 431-434, 2011 .

MOLINA-SALINA, Gloria María; SAID-FERNÁNDEZ, Salvador. A modified microplate cytotoxicity assay with brine shrimp larvae (*Artemia salina*). ***Pharmacologyonline*** ,2006.

NGUTA, J. M. et al. Biological screening of Kenya medicinal plants using artemia salina (ARTEMIIDAE). 2011.

PINTO, Angelo C. et al . Produtos naturais: atualidade, desafios e perspectivas**. Quím. Nova**, São Paulo , v. 25, supl. 1, p. 45-61, May 2002 .

SALMAN, Ul Islam et. al. Extrato metanólico de ovos de Artemia salina e várias frações em solventes diferentes contêm compostos potentes que diminuem a viabilidade celular das linhas celulares de câncer de cólon e pele e mostram atividade antibacteriana contra Pseudomonas aeruginosa, **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine** , vol. 2019.

STEHMANN, João Renato et al. Biodiversidade no Brasil. Farmacognosia: do produto natural ao medicamento**.** Porto Alegre, **Artmed**, 2017.

AVALIAÇÃO DO POTENCIAL IRRITANTE DO LÁTEX DE *H. Speciosa* NO ENSAIO DA MEMBRANA CORIOALANTÓIDE DE OVO DE GALINHA FERTILIZADO

Myllena Tolentino[1], Luciane Madureira de Almeida[2]

[1]Bolsista BIT/UEG (IC), graduanda do Curso de Ciências Biológicas,Câmpus de Ciências Exatas e Tecnológicas, myllenatolentino@gmail.com

[2] Docente Ciências Biológicas (PQ), Câmpus de Ciências Exatas e Tecnológicas, Anápolis- GO, Universidade Estadual de Goiás

Universidade Estadual de Goiás - Campus de Ciências Exatas e Tecnológicas: Br 153 nº 3.105 - Anápolis - Goiás - Brasil. CEP: 75.132-903.

Resumo: O látex extraído da espécie do Cerrado*Hancornia speciosa*apresenta propriedades angiogênicas, osteogênicas, anti-inflamatórias e antioxidantes, as quais podem estimular a cicatrização de feridas. No entanto, todos os fitoterápicos antes de serem utilizados comercialmente, precisam ser analisados em relação aos riscos que eles podem causar a saúde de seus usuários. Entre os riscos está a irritação, que é um processo inflamatório dose dependente que ocorre na área de contato com o produto, podendo ocorrer após a primeira aplicação ou com a continuidade do uso. Neste trabalho foi avaliado o potencial da fração aquosa do látex de *H. speciosa* através do teste *in vitro* utilizando a membrana corioalantóide de ovos de galinha fertilizados (HET-CAM). Os resultados obtidos mostraram que a fração soro do látex de *H. speciosa* possui um potencial levemente irritante. Considerando que o látex geralmente é uma substância adstringente associada à defesa das plantas, esse potencial ligeiramente irritante diferencia o látex de *H. speciosa* do látex produzido por outros lactíferos.

Palavras-chave**:** Bioprospecção. Cicatrização de feridas. Mangabeira. Reações adversas.

Introdução

A biodiversidade do Brasil é considerada uma fonte de substâncias biologicamente ativas e sua preservação é fundamental tanto pelo valor intrínseco

dessa imensa riqueza biológica como pelo seu enorme potencial como fonte de novos fármacos (BARREIRO; BOLZANI, 2009). Frente a essa grande diversidade de produtos é crucial que estes sejam economicamente acessíveis para a grande maioria da população (SANTOS et al., 2010).Nesse cenário, cada vez mais grupos de pesquisa vem trabalhando no estudo do uso de recursos naturais para o desenvolvimento e viabilização de novas drogas que possam contribuir para a melhora de doenças que afligem a sociedade.

Dessa maneira, nosso grupo de pesquisa vem trabalhando com a bioprospecção do látex da espécie nativa do Cerrado chamada de *Hancornia speciosa*, conhecida popularmente como mangabeira.Até o momento os resultados obtidos mostram que o látex extraído de *H. speciosa*possui alto potencial angiogênico e osteogênico (D'ABADIA et al., 2020; ALMEIDA et al., 2014, FLORIANO et al., 2016; DOS SANTOS NEVES et al., 2016), bem como atividades anti-inflamatórias (MARINHO et al., 2011) e antioxidantes (D'ABADIA et al., 2020). Além disso, não foram observados efeitos de citogenotóxicos do látex de *H. speciosa* nos ensaios em animais(ALMEIDA et al., 2014) e vegetais (RIBEIRO et al., 2016). Todas essas propriedades sugerem que o látex de *H. speciosa* possa ter potencial para o desenvolvimento de novos fármacos utilizados para melhorar o processo de cicatrização de feridas. A atividade biológica descrita para o látex de *H. speciosa* foi recentemente associada a fração soro desse látex (D'Abadia, 2020). Dessa forma, foi desenvolvido por nosso grupo de pesquisa um gel-creme a base do soro do látex de mangabeira para verificar a sua atividade no processo cicatricial em ratos. No entanto, todos os fitoterápicos antes de serem utilizados comercialmente, precisam ser analisados em relação aos riscos que eles podem causar a saúde de seus usuários.

Entre os riscos está a irritação dérmica, que é um processo inflamatório dose dependente que ocorre na área de contato com o produto, podendo ocorrer após a primeira aplicação ou com a continuidade do uso (SAMPAIO; RIVITTI, 2007). Dentre

os diversos métodos para avaliar a irritação está o teste da membrana corioalantóide de ovos de galinha fertilizados (HET-CAM).O teste HET-CAM é rotineiramente usado para avaliar o potencial de irritação ocular de matérias-primas, mas em alguns casos também pode ser usado para avaliar a irritação da pele (NÓBREGA et al., 2009). A irritação causa alterações no sistema vascular do HET-CAM que resultam em hiperemia, hemorragia e coagulação (CORRADO, 2007). Esse ensaio tem a vantagem de ser um método rápido, barato e de fácil realização, além de não exigir grande infraestrutura técnica e não envolver preceitos éticos de uso de animais (do PRADO et al., 2019).

Material e Métodos

1.Coleta do látex e fracionamento do látex:

As amostras de látex foram coletadas das espécies de árvores da coleção de mangabeiras da Universidade Estadual de Goiás do Câmpus de Ipameri, GO. Durante a coleta, o látex foi obtido por gotejamento após a sangria do tronco de árvores, e depositados em tubos falconesteréis. A metodologia para separação de fases será a centrifugação por 1 hora a 14.000 rpm á 4ºC. Foram coletadas duas fases: a fração de menor densidade, na qual é predominantemente composta por partículas de borracha (isopreno); a fração aquosa composta pelo soro, que contém íons, proteínas, carboidratos e outras substâncias.

2. Avaliação do potencial irritante:

O HET CAM (HensEgg Test-ChorionAllantoicMembrane)está sendo amplamente utilizado para avaliar potenciais graus de irritação de biomateriais, por ser um teste alternativo mais barato e que, diminui os impactos do uso de animas para experimentos. O método usado foi descrito por Luepke (1985).Para avaliar o

potencial irritante dafração soro do látex de *H. speciosa*foram utilizados 3 grupos de substâncias:1) hidróxido de sódio a 0,1% (NaOH) como controle positivo, 2) cloreto de sódio a 0,9% (NaCl) como controle negativo, e 3) fração aquosa do látex de *H. speciosa*. Dessa forma as membranas CAMs foram expostas á 300 µL de cada umas das substânciasteste. O número de ovos testados foram 4 e o experimento foi realizado em triplicata.

O experimento foi iniciado com ovos com no máximo 2 dias após a postura. Os ovos
foram incubados a 37 °C em uma câmara umidificada (60-70% de umidade relativa). No décimo dia de incubação, foi feito, com o auxílio de pinça, um orifício circular na extremidade maior da casca do ovo, local no qual se encontra a câmara de ar. A seguir, a membrana branca presente abaixo da casca foi removida e a membrana CAM exposta. Após a visualização da CAM, foi adicionado um anel de teflon para delimitar a área de exposição a substâncias teste. No interior desse anel foram aplicados 300 µL das substâncias testes. Após a exposição, foram avaliados e observados o potencial de irritação de acordo com a escala de Luepke, que fornece valor numérico dependente do tempo para fenômenos tais como: hiperemia, hemorragia e coagulação (Tabela 1). Este valor numérico indica o potencial de irritação de uma substância avaliada com um valor máximo de 21. Com esse valor numérico adquirido através da escala de Luepke foi possível avaliar o grau de irritação da substância avaliada (Tabela 2) em grau de não irritante, levemente irritante, moderadamente irritante e severamente irritante.

Tabela 1. Escala de Luepke para aparência dos fenômenos em relação ao tempo.

Fenômeno	T ≤30s	30s > T ≤ 2m	2m > T ≤ 5m
Hiperemia	5	3	1
Hemorragia	7	5	3
Coagulação	9	7	5

. **Tabela 2.** Classificação dos produtos de acordo com as pontuações dos fenômenos.

Potencial irritante	
Índice Het-CAM	**Classificação**
N ≤ 1	Não irritante
1 < N ≥ 5	Levemente irritante
5 < N ≥ 9	Moderadamente irritante
9 < N ≥ 21	Severamente irritante

Resultados e Discussões

A irritação causa alterações no sistema vascular do HET-CAM que resultam em hiperemia, hemorragia e coagulação (CORRADO, 2007). Os resultados obtidos nessa pesquisa mostraram queaexposição das membranas CAM saudáveis a fração soro do látex de *H. speciosa* produziu eventos de hemorragia e coagulação por períodos de 30 segundos, e dois minutos durante um período de cinco minutos, que classificam essa solução como levemente irritante (Tabela 3). Além disso, a solução de controle negativo (NaCl 0,9%) não produziu resposta visual durante o período de cinco minutos e o controle positivo (NaOH 0,1%) produziu uma severa, hemorragia instantânea, que aumentou em cinco minutos, classificando esta solução como severamente irritante.

Tabela 1. Valores médios experimentais em triplicata e classificação da fração aquosa do látex de *H. speciosa* de acordo com Luepke.

Substância teste	Média ± SD	Classificação
Controlenegativo (NaCl)	0 ± 0	Nãoirritante
Controlepositivo (NaOH)	15.5 ± 3.44	Severamenteirritante

Fração aquosa do látex de *H. speciosa*	2.5 ± 1.51	Levemente irritante

Considerando que o látex geralmente é uma substância adstringente associada à defesa das plantas, esse potencial levemente irritante diferencia o látex de *H. speciosa* do látex produzido por outras lactíferas (COSTA, 2020). Na literatura consta que espécies como a *Euphorbiamilli, Euphorbiapulcherrima* (bico de papagaio) tem potencial altamente irritante na sua composição do látex (SANTUCCIET al., 1985). Ao contrário, de espécies como *Caricacandamarcensis*que não possui potencial irritante, além de possuir potencial cicatrizante (LEMOS et al., 2011).

Considerações Finais

Os resultados obtidos até o momento dasugerem que o látex de *H. speciosa* possui um leve potencial irritante. A quantificação desse potencial irritante seria verificada pelo método da CAM-TBS, porém essa análise não foi realizada devido as restrições para realizaçãoatividades experimentais no laboratório por causa da pandemia do COVID-19. Esses resultados são importantes para determinar se o látex de *H. speciosa* pode causar riscos a saúde dos seus usuários.

Agradecimentos

Agradeço a UEG pelo auxílio financeiro.

Referências

ALMEIDA LM, et al. *Hancornia speciosa* latex for biomedical applications: physical and chemical properties, biocompatibility assessment and angiogenic activity. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 25, p. 2153-2162, 2014.

BRASIL, ANVISA. Guia para a condução de estudos não clínicos de toxicologia e segurança farmacológica necessários ao desenvolvimento de medicamentos. Brasília, ANVISA, 2013.

BARREIROE. J., BOLZANI V. S.Biodiversity: potential source for drug discovery.**Química Nova**, São Paulo, v.32, n.3,2009.

CORRADO, M. C. Uso do método het-cam como modelo alternativo ao teste de irritação da mucosa oral em hamsters na avaliação do potencial tóxico de dentifrícios. Dissertação de mestrado. Rio de Janeiro: INCQS/ FIOCRUZ, 2007.

COSTA, AF.Potencial irritante e alergênico ao látex de *Hancornia speciosa.*Dissertação (Mestrado em Recursos Naturais do Cerrado), Curso de Pós-Graduação em Recursos Naturais do Cerrado, Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, Goiás. 2020.

D'ABADIA, P.L. et al. *Hancornia speciosa* serum fraction latex stimulates the angiogenesis and extracellular matrix remodeling processes. **An. Acad. Bras. Ciênc.**, Rio de Janeiro , v. 92, n. 2, e20190107, 2020. https://doi.org/10.1590/0001-3765202020190107.

Do PRADO, A. D. L et al.The chick embryo chorioallantoic membrane assay as a model for the study of angiogenesis. **BioscienceJournal**, v. 35, n. 4, 2019.

DOS SANTOS NEVES, J. et al. Evaluation of osteogenic potential of *Hancornia speciosa* latex in rat calvaria and its phytochemical profile**. JournalofEthnopharmacology**, v. 183, p. 151-158. 2016.

FLORIANO, J. F. *et al*. Comparative study of bone tissue accelerated regeneration by latex membranes from *Heveabrasiliensis*and*Hancornia speciosa***.BiomedicalPhysics&Engineering Express,** v. 2, n. 4, 2016.

LEMOS O. F. et al.Skin-healing activity and toxicological evaluation of a proteinase fraction from *Caricacandamarcensis*. European Journal of Dermatology. n. 21, p. 722-730, 2011.

LUEPKE, N.P. Hen´s eggs chorioallantoic membrane test for irritation potential. **FoodChemicalToxicology**, v. 23, p. 287-291, 1985.

MARINHO, D. G. et al.The latex obtained from *Hancornia speciosa* Gomes possesses anti-inflammatory activity. **JournalofEthnopharmacology**, v. 135, n. 2, p. 530-537, 2011.

NOBREGA M.A. et al. Avaliação da irritabilidade ocular induzida por ingredientes de cosméticos através do teste de Draize e dos Métodos HET-CAM e RBC. **Universidade Federal de Ciências da Saúde,** v. 6, p. 103-120, 2008.

RIBEIRO, T.P et al.Evaluation of cytotoxicity and genotoxicity of *Hancornia speciosa* latex in *Allium cepa*root model. **Brazilian Journal of Biology,** v. 76, n. 1, p. 245-249. doi: 10.1590/1519-6984.20114. 2016.

SAMPAIO, S. A. P; RIVITTI, E. A. Dermatologia. 2 ed. São Paulo: Artes Médicas; 2001.

SANTOS, A.A.R. et al. Nursing students knowledge of wound evaluation and treatment. **Rev. Enferm.** UERJ, Rio de Janeiro, v.18, n.4, p.547-52, out/dez. 2010

SANTUCCIET B, PICARDO M, CRISTANDO A. Contactdermatitisfrom*Euphorbiapulcherrima*. **Contact Dermatitis**. n. 12, p. 285-286,

DECLARAÇÃO DE AUTORIA E RESPONSABILIDADE

Eu, (Myllena Tolentino Firmino), de CPF n° (70403436141), residente no endereço (Rua F1, Q:03, Lt: 43 Residencial Flamboyant), declaro, para fins de submissão de trabalho para avaliação e publicação junto ao 7º Congresso de Ensino, Pesquisa e Extensão, da Universidade Estadual de Goiás, que o artigo (ou resumo) (AVALIAÇÃO DO POTENCIAL IRRITANTE DO LÁTEX DE *H. Speciosa* NO ENSAIO DA MEMBRANA CORIOALANTÓIDE DE OVO DE GALINHA FERTILIZADO), é original e de completa autoria dos pesquisadores relacionados como autores do estudo, tendo todos eles equivalente participação no trabalho.

Declaro, também, na qualidade de autor do manuscrito (AVALIAÇÃO DO POTENCIAL IRRITANTE DO LÁTEX DE *H. Speciosa* NO ENSAIO DA MEMBRANA CORIOALANTÓIDE DE OVO DE GALINHA FERTILIZADO), que participei da construção e formação desse estudo, e assumo a responsabilidade pública pelo conteúdo desse.

Anápolis, 29 de setembro de 2020.

Myllena Tolentino Firmino
Responsável pela submissão

AVALIAÇÃO FISICO-QUÍMICA DA PHYSALIS SUBMETIDA A DIFERENTES DOSES DE RADIAÇÃO UV-C

Isa Borges Aguiar[1] (IC), Amanda Prager dos Santos[1] (IC), Daniela de Paula Morais[1] (IC), André José de Campos[1] (PQ).

[1]Campus Central – Sede: Anápolis – UEG, Anápolis-GO. isabaguiar@hotmail.com.br

Resumo: O fruto Physalis é considerado exótico e é pertencente à família Solanaceae, originário da Amazônia e dos Andes. No Brasil, a physalis é mais popular no Norte e Nordeste, mas já se encontra esse fruto nos supermercados dos estados de São Paulo e Rio de Janeiro. Uma tecnologia importante utilizada para manutenção da qualidade de frutos em pós-colheita é o uso da Radiação UV-C. Com isso o objetivo do presente trabalho foi avaliar o efeito da radiação UV-C na conservação pós-colheita da physalis, provenientes da região de Goiânia/GO, verificando suas características físico-químicas. Foram utilizadas frutas de physalis (Physalis peruviana L.), provenientes do pomar experimental da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás. Utilizou-se o delineamento inteiramente casualizado, em esquema fatorial duplo 3x6. As avaliações foram realizadas a cada 2 dias, em um período de 10 dias. Diante dos resultados, pode-se concluir que todos os parâmetros analisados seguiram seus padrões em relação ao amadurecimento da physalis, principalmente em relação aos dias, constatando armazenamento adequado até o 10° dia. Em relação as doses aplicadas, os tratamentos 2,26 e 1,13 kJ m^{-2} apresentaram melhores comportamentos para a firmeza de casca e acidez titulável, respectivamente, evidenciando resultado positivo da radiação UV-C no armazenamento das physalis.

Palavras-chave: Armazenamento. Pós-colheita. Firmeza. Acidez Total.

Introdução

O fruto Physalis é considerado exótico e é pertencente à família Solanaceae, originário da Amazônia e dos Andes. No Brasil, a physalis é mais popular no Norte e Nordeste, mas já se encontra esse fruto nos supermercados dos estados de São Paulo e Rio de Janeiro (ROCKENBACH et al., 2008).

A planta da physalis é considerada arbustiva e rústica, que pode chegar até dois metros de altura. O seu fruto é uma baga carnosa, em forma globosa, e desenvolve-se dentro de um cálice formado por cinco sépalas, este em sua fase de amadurecimento apresenta coloração alaranjada, com diâmetro que oscila entre 1,25 cm e 2,50 cm. (CHAVES et al., 2005).

Na maioria dos países essa fruta é cultivada em quintais, para consumo direto. Além disso, a physalis pode ser utilizada como ingrediente em alguns aperitivos, sobremesas, conservas entre outros. Mais um uso da physalis é destacado para o ramo medicinal, sendo usada na medicina popular como anticancerígeno, antibacteriano, antipirético entre alguns outros como também de malária, asma, hepatite, dermatite e reumatismo (ROCKENBACH et al., 2008).

Quando se fala do manejo pós-colheita de physalis, o armazenamento é um de seus fatores limitantes pelo fato deste fruto chegar no final do período de maturação com uma marcante elevação na taxa de respiração. E como a physalis possui um período de colheita extenso isso dificulta seu manejo interferindo no processo de armazenamento, transporte e vida útil pós-colheita (ALVARADO et al., 2004). Mas como uma alternativa viável para a manutenção da qualidade pós-colheita, de qualquer fruto, é utilizada a refrigeração no armazenamento destes (BRACKMANN et al., 2010).

O uso da radiação UV-C também é uma alternativa para a manutenção da qualidade pós-colheita de frutos. De acordo com Daiuto et al (2013), o uso da radiação UV-C é um método que auxilia na qualidade pós-colheita pelo fato de resultar em uma desinfecção superficial do fruto levando a uma redução do crescimento microbiano. Ela também atrasa o amolecimento dos frutos (STEVENS et al, 2004).

Diante disso, o objetivo do presente trabalho foi avaliar o efeito da radiação UV-C na conservação pós-colheita da physalis, provenientes da região de Goiânia/GO, verificando suas características físico-químicas.

Material e Métodos

Foram utilizadas physalis (*Physalis peruviana* L.), provenientes do pomar experimental da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Campus Samambaia em Goiânia/GO, com altitude de 749m, longitude 49º15'14" O, latitude 16º40'43" S, sendo colhidos no ponto de maturação fisiológica, ou seja, quando apresentaram coloração amarelada e com o cálice completamente seco. Após a colheita, os frutos foram transportados ao Laboratório de Pós-Colheita do curso de Engenharia Agrícola, pertencente ao Campus Central - CET da Universidade Estadual de Goiás (UEG), Anápolis/GO, aonde foram selecionados quanto ao tamanho e defeitos, visando uniformizar o lote.

No experimento foi utilizado o delineamento inteiramente casualizado, em esquema fatorial duplo 3x6 (doses de radiação UV-C x dias de análise), com 3 repetições em cada dia de análise, sendo 3 doses de radiação (0,00; 1,13 e 2,26 kJ m^{-2}), obtidas por 0, 2 e 4 minutos de exposição, respectivamente, e aplicados no interior do aparelho (Irradiador Ultravioleta C) recebendo irradiação (254 ηm) em todas as faces. As avaliações foram realizadas a cada 2 dias, em período de 10 dias (0, 2, 4, 6, 8 e 10 dias), sendo o armazenamento procedido em incubadora B.O.D (*Biochemical Oxygen Demand*), à 5±1ºC e 63±5%UR. Após a radiação, os frutos, de cada tratamento, foram colocados em embalagens de polietileno de baixa densidade (PEBD), sendo acondicionados 9 physalis por embalagem, no mesmo dia da instalação do experimento (10 de setembro de 2019).

As análises físico-químicas realizadas foram: perda de massa, pH, sólidos solúveis, acidez titulável e firmeza de casca e polpa.

Para a determinação da perda de massa os frutos foram pesados em todos os dias de análise, na balança de precisão Gehaka BG400, logo para a obtenção do percentual de perda diária, os dados foram submetidos a Equação (1):

$$PM\ (\%) = \frac{(Mi - Mj)}{Mi} * 100 \qquad (1)$$

Em que:

PM = perda de massa (%);

Mi = massa inicial do fruto (g);

Mj = massa do fruto no período subsequente a Mi (g);

A determinação do pH e dos sólidos solúveis foram realizados da seguinte maneira: os frutos de cada amostra foram submetidos à maceração por meio de cadinho e pistilo e em seguida para os sólidos solúveis, com o auxílio de uma pipeta, foi procedido a leitura no refratômetro mini digital Reichert, em °Brix, das amostras. E o pH obteve-se por meio do aparelho pHmetro portátil modelo K39 – 0014P da marca Kasvi.

A acidez titulável, expressa em porcentagem de ácido cítrico, foi determinada através da titulação de 5 g de polpa homogeneizada e diluída, com água destilada, até completar o volume de 100 mL, por meio da solução padronizada de hidróxido de sódio a 0,1 mol L^{-1}, tendo como indicador a fenolftaleína 1%.

A medição da firmeza de casca e polpa foi realizada com o uso do aparelho *Texture Analyser* CT3 (Brookfield), na velocidade de penetração de 7 mm s^{-1} a uma profundidade de 5 mm e os valores foram expressos em centiNewton (cN).

Os dados originados das análises dos frutos foram submetidos à análise de variância ($P<0,05$) e, quando significativos, foi feita a análise de Regressão. Para as análises estatísticas foi utilizado o Software SISVAR 5.6.

Resultados e Discussão

Para a análise de perda de massa não foi observada interação significativa entre as doses de radiação UV-C e dias de análise, sendo constatado somente significância do fator dias. Na Figura 1 pode-se observar que conforme os dias de

armazenamento foram passando a perda de massa foi aumentando. Isso foi relatado por Daiuto (2013), em um estudo com abacates, em que apresentaram crescente perda de massa, principalmente, para o tempo de 5 min de radiação UV-C e no 9º dia de armazenamento.

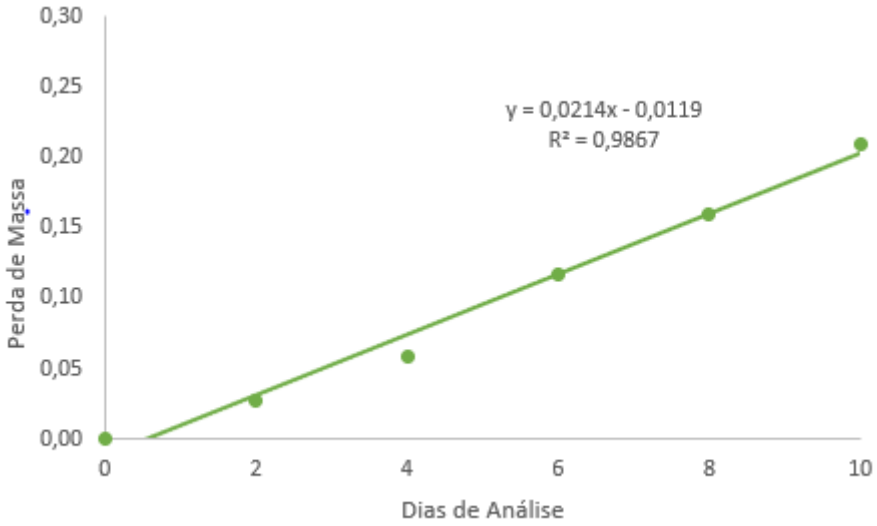


FIGURA 1 Perda de massa (%) da physalis irradiada com UV-C e armazenada ao longo de 10 dias. UEG, Anápolis, 2020.

Em relação às análises de pH e Sólidos Solúveis, ambas tiveram o mesmo comportamento, apresentando significância somente para o fator isolado dias. Na Figura 2 é notável que o pH da physalis aumentou com o tempo decorrido de armazenamento. E na Figura 3 é perceptível um comportamento semelhante, onde com o passar dos dias, se nota aumento em relação aos sólidos solúveis. O comportamento observado na análise de pH foi o mesmo constatado por Rodrigues et al. (2014), em um estudo com physalis, onde suas médias também ficaram em torno de 3,46±0,14, considerando que de acordo com as normas do Instituto Colombiano de Normas Técnicas (ICONTEC) está dentro do padrão de comercialização.

Segundo Oliveira et al. (2011), o teor de sólidos solúveis está diretamente ligado a qualidade do fruto, e, portanto, em seu estudo foi obtido para a physalis o valor de 12°Brix, um valor próximo ao que foi encontrado por Rodrigues et al. (2013) e abaixo das médias encontradas neste presente trabalho (18±1°Brix).

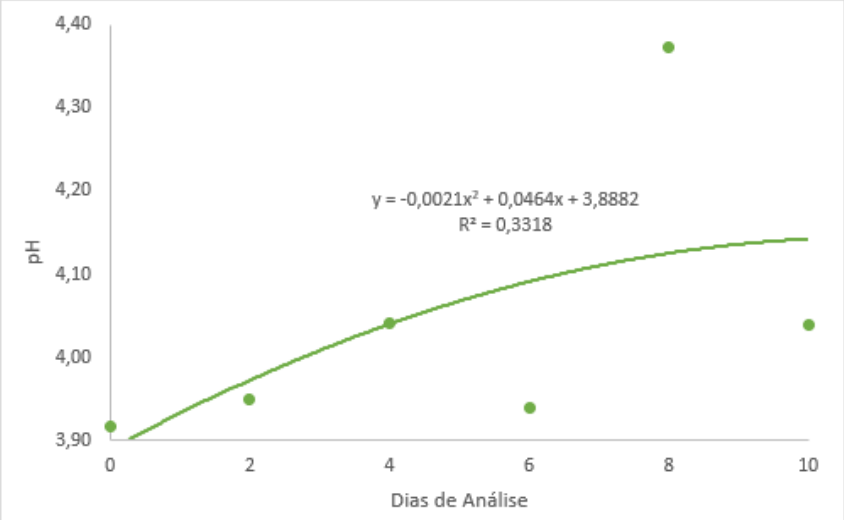


FIGURA 2 Potencial hidrogeniônico (pH) da physalis irradiada com UV-C e armazenada ao longo de 10 dias. UEG, Anápolis, 2020.

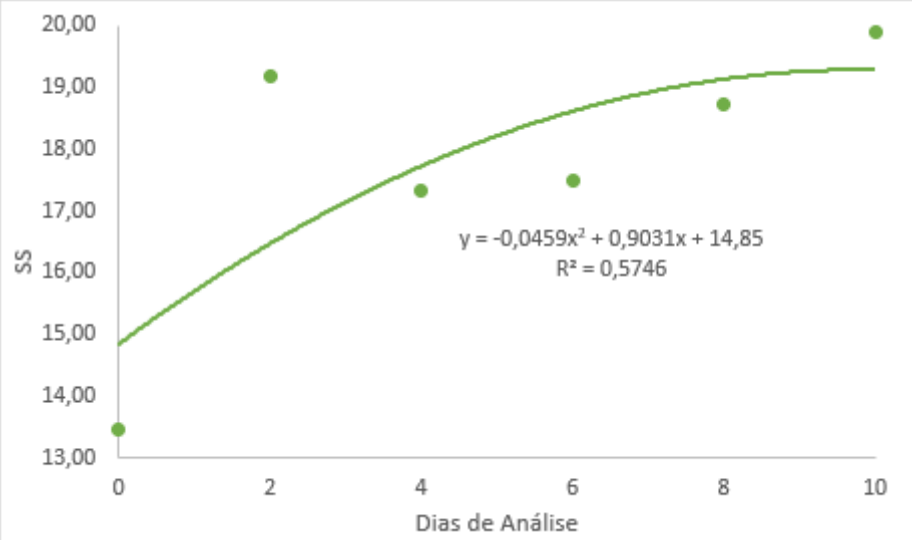


FIGURA 3 Sólidos Solúveis (°Brix) da physalis irradiada com UV-C e armazenada ao longo de 10 dias. UEG, Anápolis, 2020.

A firmeza de polpa, apresentou significância para os fatores isolados dias e doses, onde mostra que, com o decorrer do armazenamento, a firmeza da polpa do fruto physalis foi diminuindo (Figura 4A). E em relação a dose, Figura 4B, observa-se que a dose de 1,13 kJ m^{-2} apresentou menor firmeza de polpa em relação as demais.

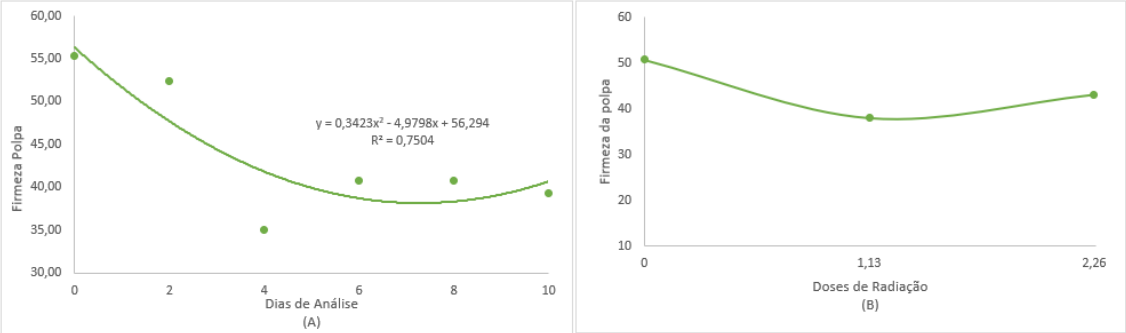


FIGURA 4 Firmeza de Polpa (cN) da physalis ao longo de 10 dias de armazenamento (A) e em relação as doses de radiação UV-C (B). UEG, Anápolis, 2020.

Na firmeza de casca, Figura 5, é evidente que nas doses de radiação a firmeza de casca teve decaimento em relação aos dias, até o 6° dia, com posterior manutenção e/ou ligeiro aumento. Dando destaque a dose de 2,26 kJ m^{-2} por apresentar a maior manutenção ao longo do armazenamento.

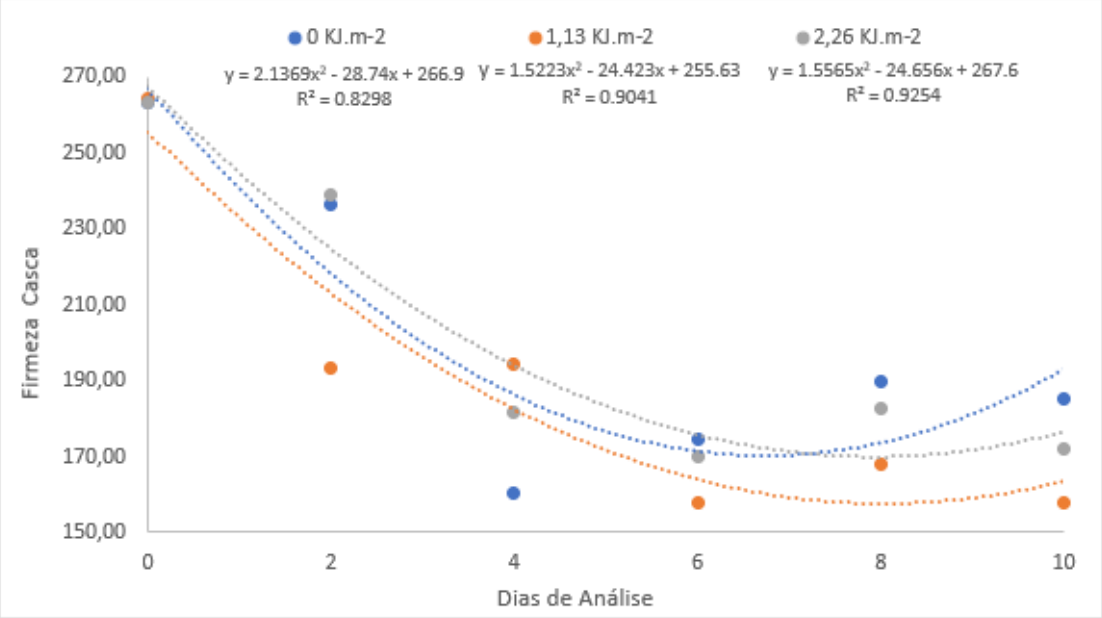


FIGURA 5 Firmeza de Casca (cN) da physalis submetida a diferentes doses de radiação UV-C ao longo de 10 dias de armazenamento. UEG, Anápolis, 2020.

Segundo Rodrigues et al. (2014), a firmeza não está somente ligada a estrutura e a composição das paredes celulares, mas também a manutenção de sua integridade. Logo a redução na firmeza já era esperada devido ao amadurecimento do fruto. O que também foi constatado por Sanches et al. (2015), em seu estudo realizado com tangerinas.

Em relação a acidez titulável (Figura 6), foi evidenciado resultados significativos na interação entre as doses de radiação UV-C e dias de análise. Sendo assim, a dose de 1,13 kJ m^{-2} foi a que obteve maior destaque por ter proporcionado maiores teores na acidez titulável ao final do experimento, diferindo do resultado do controle que tendeu a diminuir até o 10° dia. As médias encontradas foram próximas do estudo realizado por Oliveira (2016), com physalis, em que afirma que os valores médios encontrados (1,25±0,03% ácido cítrico) se encontram dentro dos referidos nas literaturas.

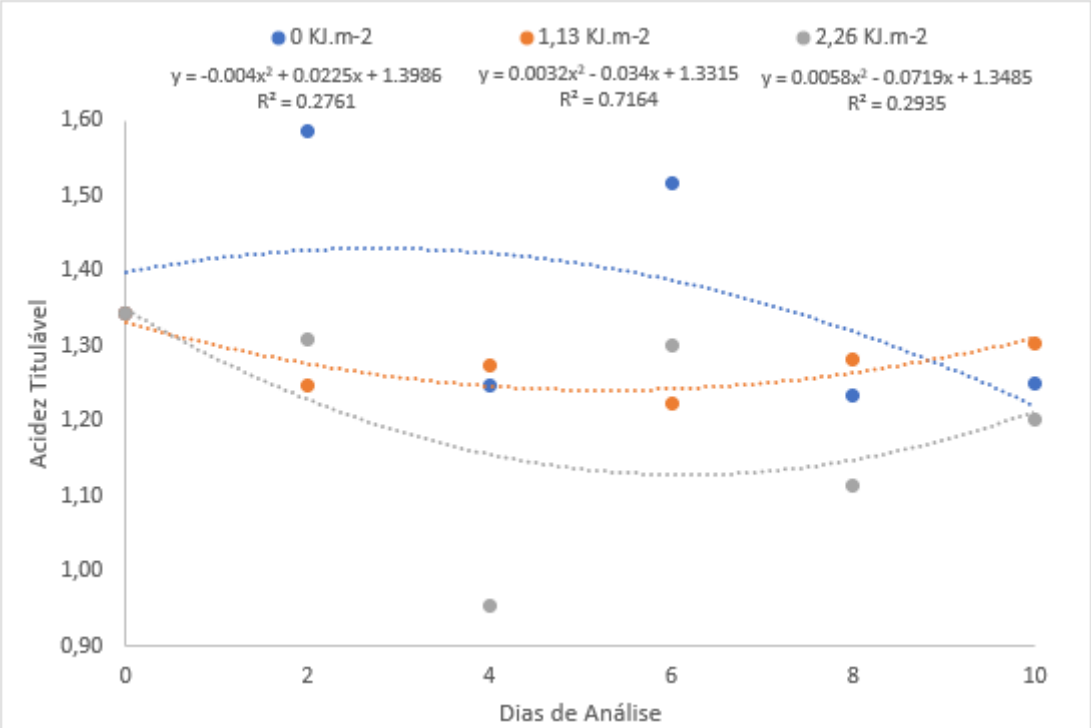


FIGURA 6 Acidez Titulável (% ácido cítrico) da physalis submetida a diferentes doses de radiação UV-C ao longo de 10 dias de armazenamento. UEG, Anápolis, 2020.

Considerações Finais

Diante dos resultados, pode-se concluir que todos os parâmetros analisados seguiram seus padrões em relação ao amadurecimento da physalis, principalmente em relação aos dias, constatando armazenamento adequado até o 10° dia.

Em relação as doses aplicadas, os tratamentos 2,26 e 1,13 kJ m^{-2} apresentaram melhores comportamentos para a firmeza de casca e acidez titulável, respectivamente, evidenciando resultado positivo da radiação UV-C no armazenamento das physalis.

Agradecimentos

REALIZAÇÃO
PRG Pró-Reitoria de Graduação
PRP Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação
PRE Pró-Reitoria de Extensão e Assuntos Estudantis
Universidade Estadual de Goiás

À UEG pela bolsa de iniciação científica e tecnológica concedida e apoio durante a condução das atividades.

Referências

ALVARADO, P.A.; BERDUGO, C.A.; FISCHER, G. **Efecto de un tratamiento de frío (a 1,5° C) y la humedad relativa sobre las características físico-químicas de frutos de uchuva Physalis peruviana L. durante el posterior transporte y almacenamiento**. Agronomía Colombiana, 2004 - 22:147-159.

BRACKMANN, A.; ANESE, R.O.; GIEHL, R.F.H.; WEBER, A.; EISERMANN A.C.; SESTARI, I. **Pré-resfriamento para conservação pós-colheita de melões Cantaloupe 'Hy Mark'.** Bragantia, 2010 - 70:672- 676.

CHAVES, A.C.; SCHUCH, M.W.; ERIG, A.C. **Estabelecimento e multiplicação in vitro de Physalis peruviana L**. Revista Ciência e Agrotecnologia, Lavras, v. 29, p.1.281-1.287, 2005.

DAIUTO, E. R; VIEITES, R. L.; TREMOCOLDI, M. A.; CARVALHO, L. R.; FUMES, J. G. F. **Pós colheita do abacate 'Hass' submetido a radiação UV-C**. Revista colombiana de ciências hortícolas, v. 7, n. 2, p. 149-160, 2013.

OLIVEIRA, J. A. R.; MARTINS, L. H. S.; VASCONCELOS, M. A. M.; PENA, R. S. P.; CARVALHO, A. V. **Caracterização física, físico-química e potencial tecnológico de frutos de camapu (Physalis angulata L.)**. Embrapa Amazônia Oriental-Artigo em periódico indexado (ALICE), 2011.

OLIVEIRA, S. F. **Estudo das propriedades físico-químicas e avaliação de compostos bioativos em'Physalis peruviana L.'**. 2016. Tese de Doutorado.

ROCKENBACH, I. I.; RODRIGUES, E.; CATANEO, C.; GONZAGA, L. V.; LIMA, A.; MANCINI-FILHO, J.; FETT, R. **Ácidos fenólicos e atividade antioxidante em fruto de Physalis peruviana L.** Alimentos e Nutrição Araraquara, v. 19, n. 3, p. 271-276, 2009.

RODRIGUES, F. A.; PENONI, E. S.; SOARES, J. D. R.; SILVA, R. A. L.; PASQUAL, M. **Caracterização física, química e físico-química de physalis cultivada em casa de vegetação**. Ciência Rural, v. 44, n. 8, p. 1411-1414, 2014.

SANCHES, A. G.; SILVA, M. B.; MOREIRA, E. G. S.; COSME, S. S.; CORDEIRO, C. A. M. **Radiação uv-c na longevidade pós-colheita de tangerinas sob refrigeração**. Agrarian, v. 10, n. 36, p. 129-135, 2017.

STEVENS, C., J. LIU, V.A. KHAN, J.Y Lu, M.K. KABWE, C.L. WILSON, E.C.K. IGWEGBE, E. CHALUTZ e S. DROBY. 2004. **The effects of low-dose ultraviolet light treatment on polygalacturonase activity, delay ri-pening and Rhizopus soft rot development of toma-toes.** Crop Prot. 23, 551-554.

AVALIAÇÃO MICROBIOLÓGICA DE CARCAÇA NO PROCESSO DE ESFOLA MECANIZADA ATRAVÉS DO *TAIL PULLER*

Julia Camargo Lisita[1]* (IC), Fernanda de Britto Rocildes Abreu[2] (IC), Giovana Santos Feitosa[2] (IC), Cláudia Peixoto Bueno[3] (PQ).

[1] Discente do curso de Medicina Veterinária da Universidade Estadual de Goiás, PIBIT/UEG, Câmpus Oeste – São Luís de Montes Belos – GO. julialisita@gmail.com

[2] Discente do curso de Medicina Veterinária da Universidade Estadual de Goiás, Câmpus Oeste – São Luís de Montes Belos – GO.

[3] Docente do curso de Medicina Veterinária da Universidade Estadual de Goiás, Câmpus Oeste – São Luís de Montes Belos – GO.

Resumo: O Brasil está entre os maiores exportadores de carne, uma atividade bastante importante para a economia do país. Logo, as indústrias criam estratégias para tentar melhorar os seus procedimentos, buscando uma melhora econômica e sanitária dos produtos. O processo de esfola, por exemplo, se define como a retirada da pele e anexos do animal, sendo uma importante etapa do fluxograma industrial. A esfola é um processo manual que pode gerar bastante contaminação cruzada se feita de forma inadequada. Poucos frigoríficos utilizam esfola mecanizada, no intuito de minimizar as contaminações geradas no processo. Este trabalho objetiva avaliar a contaminação microbiológica da carcaça oriunda da esfola mecanizada, realizando coletas em carcaças antes e após esfola automática com a utilização de *Tail Puller*, equipamento usado na segunda etapa da esfola sendo responsável pela retirada do couro da região lombar. Foram coletadas amostras de swabs de superfície na região da oclusão do reto, antes e depois da esfola de 30 carcaças, para contagem de Enterobactérias, Bactérias ácido-láticas e Contagem de microrganismos mesófilos aeróbios. Os resultados encontrados indicaram que a contagem de microrganismos mesófilos aeróbios viáveis estavam acima do padrão utilizado e a contagem de enterobactérias permaneceu dentro de um padrão aceitável.

Palavras-chave: Carne. Segurança do alimento. Vida de prateleira.

Introdução

Segundo Silva (1997), a microbiota da carcaça bovina depende das condições em que os animais foram criados, abatidos e processados. Como fatores relevantes que podem interferir na qualidade microbiológica da carne citam-se a higiene do animal antes do abate, as condições higiênicas nos abatedouros e durante o processamento, tempo de exposição à temperatura ambiente, as condições de estocagem e distribuição nos locais de comercialização. Conforme Roça e Serrano (1995), a contaminação da carne por outros microrganismos pode ocorrer por contato com a pele, pêlos, patas, conteúdo gastrintestinal, leite do úbere, equipamentos, água utilizada para lavagem das carcaças, o ar dos locais de abate e armazenamento.

A esfola abrange a etapa de remoção da pele do animal e seus anexos, podendo ser um processo realizado manualmente pelos colaboradores ou mecanizado. Durante a realização do procedimento é feita a oclusão do reto e do esôfago. A etapa da esfola apresenta importância para definir a intensidade e natureza da contaminação das carnes (BONESI e SANTANA, 2008).

A família *Enterobactereacea* possui bactérias anaeróbias facultativas e quimioorganotróficas, podendo possuir o metabolismo aeróbico ou fermentativo. Grande parte das espécies se desenvolve bem a temperatura de 37°C, mas algumas possuem temperatura ótima entre 25 e 30°C (FELIPE, 2008). Conforme Brenner (1992), os principais gêneros da família *Enterobacteriaceae* apontados como deteriorantes de carne e produtos cárneos são *Citrobacter, Enterobacter, Hafnia, Klebsiella, Kluyvera, Proteus, Providência,Serratia, Escherichia* e *Yersinia.* A presença de enterobactérias pode ser utilizada como indicador para possível contaminação fecal decorrente de inadequado processamento ou contaminação pós-processamento (TORNADIJO et al., 2001).

Conforme Gandra (2011), os microrganismos definidos como aeróbios mesófilos são aqueles que conseguem se multiplicar em temperaturas que variam de 5 a 45ºC e possui temperatura ótima de crescimento entre 35 e 37ºC em

condições de aerobiose. A contagem de microrganismos aeróbios mesófilos em produtos tem sido bastante utilizada como indicadores microbiológicos de qualidade sanitária em alimentos (NERO et al, 2000; ICMSF, 2005). O *Staphylococcus sp.* é um importante componente da microbiota da pele dos animais (ICMSF, 1980).

As bactérias láticas são gram-positivas, não formadoras de esporos, estritamente fermentativas produzindo ácido láctico como principal produto final. Não possuem citocromo e são anaeróbicos naturais, mas toleram o oxigênio, chamadas de microaerófilas (LYHS, 2002). Os gêneros *Carnobacterium, Lactobacillus e Leuconostoc* de bactérias láticas se destacam por serem considerados importantes deteriorantes da carne crua refrigerada (LABADIE, 1999 apud FELIPE, 2008).

Como medidas de prevenção da contaminação de processos e de colaboradores para o produto é importante ressaltar a implantação dos Programas de Autocontrole (PAC). Conforme Felix (2020), os PAC apresenta importância para o controle do processo de elaboração do produto, visto que realizam monitoramentos e verificações de todos os pontos passíveis de originar contaminação na matéria-prima ou produto acabado, sendo possível prevenir e corrigir desvios que possuem potencial para gerar contaminação.

Diante disso, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a contaminação microbiológica da carcaça oriunda da esfola mecanizada, realizando coletas em carcaças na linha de abate antes e após esfola automática com a utilização de *Tail Puller*, equipamento usado na segunda etapa da esfola sendo responsável pela retirada do couro da região lombar, para fazer análises microbiológicas de enterobactérias, bactérias ácido-láticas e mesófilos aeróbios estritos e facultativos viáveis das amostras.

Material e Métodos

O experimento foi realizado em um abatedouro frigorífico de grande porte, sob regime de Inspeção Federal, seguindo o fluxograma que é proposto pelo Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento – MAPA (BRASIL, 2017), com capacidade de matança de 800 a 1000 animais/dia e sendo localizado no Estado de Goiás. A planta frigorífica faz a utilização de equipamentos que realizam a esfola de forma automática. Os equipamentos desse processo são denominados pullers, utilizados em três diferentes etapas na linha de esfola. O *Tail puller* é o equipamento usado na segunda etapa, sendo responsável pela retirada do couro da região lombar. Foram coletadas amostras de swab de superfície de carcaça antes e após a etapa de esfola com a utilização do *Tail puller*.

A escolha das carcaças aconteceu de forma aleatória durante os dois turnos de trabalho. Ao todo foram coletadas e analisadas 30 carcaças, 2 carcaças por dia, durante 15 dias, onde foram coletados swabs de superfície na região da oclusão do reto, utilizando-se swab esponjas, delimitador de espaço e água peptonada. Realizou-se as coletas em carcaças quentes antes da esfola e no Ponto Crítico de Controle (PCC 1B) e após a esfola.

A coleta das amostras realizou-se pelo método *swab test* da *Association Official Analytical Chemists*, por meio de fricção da esponja esterilizada, umedecida em solução de água peptonada 0,1%, na superfície da carcaça com o auxílio de gabarito em 100 cm². As amostras coletadas foram transportadas sob refrigeração para um laboratório credenciado de Controle de Qualidade para contagem de microrganismos mesofílicos aeróbios, contagem de enterobactérias e bactérias ácido láticas e analisadas de acordo com os padrões legais vigente.

Para os resultados finais do projeto realizou-se a análise estatística descritiva dos dados obtidos. Para a análise das *Enterobacteriacea* usou como padrão a Instrução Normativa nº 60 de 2018 do MAPA e para a Contagem de Mesófilos Aeróbios Estritos e Facultativos Viáveis Totais usou o Memorando nº 6 de 2018 do MAPA. Em ambos os casos utilizou-se um plano de 3 classes, para resultados menores que m ($3{,}2 \times 10^1$ UFC/ cm²), sendo estes aceitáveis; entre m e M

(3,2 x10^1 e 3,2x10^2 UFC/ cm^2), considerados valores intermediários, e acima de M (maior que 3,2x10^2 UFC/ cm^2), sendo estes valores considerados inaceitáveis.

Resultados e Discussão

Os resultados da Contagem de Mesófilos Aeróbios Estritos e Facultativos Viáveis antes e após a esfola pelo *Tail puller* (Tabela 1) mostraram que ocorreu uma redução das bactérias em 23 carcaças (76,66%), porém comparando os dados obtidos após a esfola, com o Memorando nº 6 do MAPA os valores ainda se apresentaram acima do padrão utilizado. Após a realização da esfola e conforme os valores de utilizados como referência, 15 carcaças (50%) estão com os valores acima de 3,2x10^2 UFC/ cm^2, ou seja, é um resultado inaceitável e indica falta de controle do processo com necessidade de adequações. Outras 15 carcaças (50%) apresentaram resultados intermediário entre 3,2x10^1 e 3,2x10^2 UFC/ cm^2, assim, é um resultado intermediário e indica que existe uma tendência ao desvio do processo. Desse modo, os valores obtidos ainda estão altos e indicam a necessidade de revisão do processo e melhores condições higienico sanitárias, já que foi utilizado um padrão bastante rigorozo em relação a contagem total de microrganismos mesofílicos.

Tabela 1: Classificação e frequência absoluta e relativa de microrganismos Mesófilos Aeróbios Estritos e Facultativos Viáveis, após a esfola.

	Frequência absoluta	**Frequência relativa**
Aceitável (< m)	0/30	0,0%
Intermediário (m e M)	15/30	50%
Inaceitável (> M)	15/30	50%

França Filho (2005) em seu experimento com contagem de microrganismos mesofílicos em carcaças quentes, utilizou como padrão microbiológico a contagem $>10^6$ como inaceitável devido a ocorrência de más condições higienicas. Se no presente experimento o padrão considerado fosse semelhante ao de França (2005), teríamos 100% dos resultados dentro do padrão.

Segundo Bonesi e Santana (2008), deve-se observar as etapas do transporte até a fase final de lavagem da carcaça numa sala de abate e reduzir ou eliminar as contaminações microbianas proporcionam melhorias na qualidade e segurança dos produtos.

Os resultados obtidos pouco se assemelha com os do trabalho de França Filho (2005), que em 13 repetições para contagem de mesófilos observou-se que em 4 repetições (30,7%) os resultados encontraram acima de $3,2x10^2$ UFC/ cm^2 e em 4 repetições (30,7%) encontrou valores entre $3,2 x10^1$ e $3,2x10^2$ UFC/ cm^2.

Os valores dos resultados das análise de Enterobactérias antes e após a esfola (Tabela 2) mostraram que obteve uma melhora em 19 carcaças (63,33%) e comparando com a IN nº 60 do MAPA observa-se que os dados estão dentro dos padrões aceitáveis.

Tabela 2: Classificação e frequência absoluta e relativa de *Enterobacteriacea,* após a esfola.

	Frequência absoluta	**Frequência relativa**
Aceitável (< m)	29/30	96,66%
Intermediário (m e M)	0/30	0,0%
Inaceitável (> M)	1/30	3,34%

Conforme expresso na Tabela 2, 29 carcaças (96,66%) apresentaram valores menores que 3,2x10 UFC/ cm^2, isso significa que estão dentro do padrão aceitável e que o processo está sob controle. Apenas 1 carcaça (3,34%) apresentou valor acima de $3,2x10^2$ UFC/ cm^2, ou seja, é um resultado inaceitável e indica falta

de controle do processo. Vale ressaltar que a maioria das enterobactérias são consideradas patogênicas, causando problemas de saúde pública. Conclui-se que o produto está apto para consumo, visto que passou por um processo que reduziu a carga bacteriana e está dentro do padrão.

O valor acima de 3,2x10² UFC/cm², resultado considerado inaceitável, em 1 das 30 carcaças analisadas pode ter ocorrido devido a falhas na higiene do animal antes do abate, as condições higiênicas durante o processamento e tempo de exposição à temperatura ambiente, esta informação pode ser corroborada com o autor SILVA (1997).

Os resultados encontrados no presente trabalho se assemelham aos do trabalho realizado por Elmi Filho (2020), em que 92,86% das amostras coletadas apresentaram valor menor que m (<3,2x10 UFC/cm²), sendo considerados aceitáveis conforme a IN 60 do MAPA.

No trabalho realizado por Felix (2020), os resultados obtidos para contagem de Enterobactérias encontratam aceitáveis conforme a IN 60 do MAPA. O trabalho obteve 100% das amostras consideradas aceitáveis e apresentou na contagem total a média de 1,47 UFC/cm².

Para as bactérias láticas não existe um padrão legal vigente, mas observou-se uma redução da contagem de bactérias láticas após a esfola em 18 carcaças (60%), em 8 carcaças (26,66%) não teve variação na contagem no antes e após a esfola e em 4 carcaças (13,34%) observou-se uma aumento na contagem após a esfola.

Considerações Finais

Após a exposição dos dados nota-se a importância de realizar mais treinamentos com a equipe do frigorífico para que se melhore os valores obtidos. A

esfola automática é um equipamento novo e precisa que se tenha mais testes e adaptações para avalia-lo, visto que é um equipamento que apresenta alto custo.

Agradecimentos

Agradeço aos meus pais e irmã que sempre me apoiaram em minhas escolhas, à minha professora e orientadora Cláudia Peixoto Bueno por ter me convidado a participar do projeto, me ajudado e agregar ainda mais conhecimento, à Universidade Estadual de Goiás por me proporcionar essa opurtunidade e pela bolsa PIBIT/UEG e à minha amiga Giovana Santos Feitosa por estar ao meu lado e ajudando sempre que necessário.

Referências

BONESI, G. L.; SANTANA, E.H.W. de.. **Fatores Tecnológicos e Pontos Críticos de Controle de Contaminação em Carcaças Bovinas no Matadouro**. UNOPAR Cient., Ciênc. Biol. Saúde, Londrina, v. 10, n. 2, p. 39-46, Out. 2008.

BRASIL, Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. **Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA.** Brasília. 2017.

BRENNER, D.J. Introduction to the family *Enterobacteriaceae*, in the Prokaryotes. In: BALOWS, A.; TRÜPER, H.G.; DWORKIN, M.; HARDER, W; SCHLEIFER, K.H. (Ed.). **A handbook on habitats, isolation and identification of bacteria.** 2 ed. New York Springer Verlag, 1992. p. 2673-95.

ELMI FILHO, J. **OCORRÊNCIA DE ENTEROBACTERIACEAE EM MEIAS CARCAÇAS BOVINAS ORINDAS DE UM MATADOURO FRIGORIFICO. Trabalho de Conclusão de Curso.** Universidade Estadual de Goiás–Campus São Luís de Montes Belos, 2020.

FELIPE, L. M. **Associação de bactérias da família *Enterobacteriaceae* e *Clostridium estertheticum* com a deterioração "blown pack" em cortes cárneos embalados a vácuo.** Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, 2008.

FELIX, D. DA C. **OCORRENCIA DE CONTAMINAÇAO EM CARCAÇAS BOVINAS DURANTE O PROCESSAMENTO ORIUNDAS DE UM ABATEDOUROFRIGORÍFICO. DISSERTAÇÃO (MESTRADO).** Universidade Estadual de Goiás–Campus São Luís de Montes Belos, 2020.

FRANÇA FILHO, A. T**. QUALIDADE BACTERIOLÓGICA DE MEIAS-CARCAÇAS BOVINAS ORIUNDAS DE MATADOUROS-FRIGORÍFICOS DO ESTADO DE GOIÁS HABILITADOS PARA EXPORTAÇÃO.** Dissertação (mestrado). Escola de Veterinária da Universidade Federal de Goiás, 2005.

GANDRA, T. K. V. **Identificação de pontos de contaminação por Salmonella spp. e por indicadores de qualidade higiênico-sanitária no abate e processamento de bovinos.** Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Agroindustrial. Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel. Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, 2011.

ICMSF- International Commission on Microbiological Specifications For Foods. **Microbial ecology of foods**. Food commodities. New York: Academic Press, 1980.

INTERNATIONAL COMMISSION ON MICROBIOLOGICAL SPECIFICATIONS FOR FOODS - ICMSF. **Microorganisms in Foods 6:. Microbial Ecology of Food Commodities**. EUA: Kluwer Academic/Plenum Publishers v. 6, 2th ed., 2005.

LYHS, U. **Lactic acid bacteria associated with the spoilage of fish products**.2002.81f. Dissertação (Mestrado em Veterinária) – Faculty of Veterinary Medicine, University of Helsink, Finlândia.

MAGALHÃES, M. A., DIAS, G., MILAGRES, M. P., Ottomar, M., & Soares, C. F. **Implantação das boas práticas de fabricação em uma indústria de laticínios da Zona da Mata Mineira**. In: Congresso Brasileiro de Qualidade do Leite, Goiânia, 2006. Disponível em: <http://www.terraviva.com.br>. Acesso em: 22 mai. 2020.

Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento – MAPA. **Instrução Normativa Nº 60, de 20 de Dezembro de 2018.** Disponível em: < https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/56641896>. Acesso em: 29 de set. 2020.

NERO, L. A. **Métodos rápidos e automatizados para enumeração de microrganismos indicadores em leite** – utilização no Brasil. **Ciências Agrárias**, Londrina, v. 21 , n. 1, p. 115-126, 2000.

ROÇA, R. O.; SERRANO, A. M. **Abate de Bovinos**: Alterações microbianas da carcaça. V.9, nº.35, p. 8-11. 1995.

SILVA, J. A. **Microbiologia da carcaça bovina**: uma revisão. Revista Nacional da Carne. v. 24, p.62-87, 1997.

TORNADIJO, M. E., et al. **Study of *Enterobacteriaceae* during the manufacture and ripening of San Simo´n cheese**. Food Microbiology, London, v.18, p. 499–509, 2001.

Caracterização de níveis de não linearidades em sistemas dinâmicos: Aplicação no sistema dinâmico de Duffing.

Eduardo dos Reis Mendes da Silva[1*] (IC), Marcelo H. Belonsi[2] (PQ)

[1]reise2119@gmail.com

[1,2] Universidade Estadual de Goiás- UEG - Campus Sudeste

Resumo: Neste trabalho foi será implementado o sistema dinâmico de Duffing, por ser um sistema dinâmico de um grau de liberdade que permite a representação da força não linear como uma perturbação do sistema conservativo. Visando identificar a ocorrência e evolução do nível de não linearidade. A metodologia utilizada foi baseada em extensa pesquisa bibliográfica, a partir de artigos de revistas científicas especializadas e livros; a partir do desenvolvimento do trabalho se desenvolveu rotinas e processos computacionais visando obter as respostas dinâmicas do sistema bem como avaliar a evolução do fenômeno de não linearidade imposto ao sistema. A partir das simulações numéricas realizadas constataram-se as respostas temporais bem como alguns dos fatores que mais influenciam o efeito não linear. De acordo com os resultados obtidos foi possível observar que o sistema dinâmico simulado é um modelo físico muito rico para representar e incorporar diversas propriedades físicas e matemáticas, em particular, a incorporação do fenômeno não linear a partir da incorporação da excitação não linear.

Palavras-chave: Sistema Dinâmico. Não linearidade. Equações Diferenciais. Oscilador de Duffing. Newmark.

Introdução

Durante as etapas de investigação dinâmica de sistemas mecânicos envolvendo a concepção, projeto, análise e teste pressupõe aplicação de procedimentos de modelagem matemática e implementação computacional para

predizer os níveis de vibrações nestes sistemas. Diante disso, os trabalhos de Duvaut e Lions (1972) , Jiang, Pierre e Shaw (2005), Ohayon (2006) dentre outros que tratam do estudo de vibrações em sistemas mecânicos visam considerar muitas vezes os sistemas mecânicos somente em comportamento linear, de forma a delimitar regiões de operação para os sistemas de forma que os efeitos das vibrações mecânicas não sejam suficientemente elevado a fim de produzir nestes sistemas os efeitos não lineares.

Apesar de existirem trabalhos dedicados ao estudo de vibrações em sistemas mecânicos deve-se levar em consideração que a tendência cada vez maior de utilização de estruturas mais extensas e leves e do aumento considerável da velocidade de operação das máquinas e equipamentos, agravam sobremaneira os problemas de vibração e ruído, de forma observar o surgimento de fenômenos que não obedecem a uma relação linear entre os fatores de causa e efeito, delineando a ocorrência dos fenômenos não lineares, neste caso pode-se mencionar o trabalho de Lima *et al*. (2015).

Nestas situações, os fenômenos não lineares que são, muitas vezes, correntes nestes sistemas, sendo o comportamento linear de tal sorte, uma exceção (GERGES, 2013; LIMA *et al.* 2015). Além disso, a característica potencialmente imprevisível de um sistema dinâmico não linear pode levá-lo com mais facilidade a uma falha catastrófica (Castillo & Cruchaga, 2012). Por exemplo, na indústria aeronáutica, os movimentos não lineares podem ter graves consequências sobre a vida útil de componentes estruturais como fuselagens e asas. Já no setor automobilístico, os sistemas de freio e suspensão do motor possuem inerentemente um comportamento não linear. Diante disso, uma das diretrizes desse trabalho consiste na consideração do efeito não linear no sistema mecânico de Duffing.

Nesse sentido, as não linearidades podem apresentar-se sob diversas formas em um sistema dinâmico, por exemplo elas podem ter origem geométrica, no comportamento do material, podem estar associadas à presença de esforços não

lineares, ou ainda, devido às condições de contorno mecânicas e a junção entre as peças de uma estrutura. Assim, no que diz respeito às não linearidades geométricas, elas estão associadas ao movimento do sistema, podendo ser causadas por grandes deslocamentos e rotações (Savi, 2006), podendo ser caracterizadas de natureza local ou global. Nos dois casos, o comportamento não linear pode se manifestar como resultado do deslocamento aplicado.

Por outro lado, as não linearidades locais aparecem em pontos particulares de uma estrutura e a relação entre o esforço e o deslocamento é normalmente modelada por um polinômio de ordem dois ou três. Um exemplo clássico é o oscilador de Duffing ilustrado na Fig. 1. Neste sistema de um grau de liberdade, o termo não linear está associado a uma rigidez que assume comportamento linear para pequenos deslocamentos e não linear à medida que os deslocamentos aumentam (Savi, 2006).

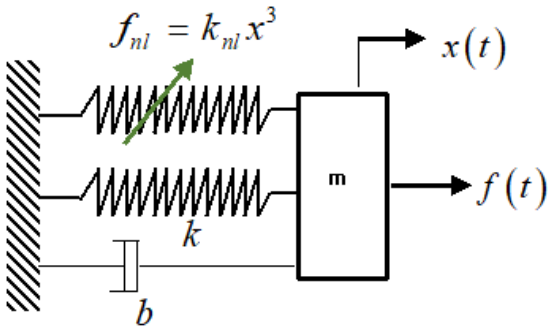


Figura 1 – Ilustração de um sistema de um grau de liberdade com a presença de força restauradora não linear (adaptado de Savi (2006)).

$$m\ddot{x}(t) + b\dot{x}(t) + kx(t) + k_{nl}x^3(t) = f(t) \quad (1)$$

Diante disso, este trabalho visa implementar rotinas computacionais e realizar simulações numéricas de sistemas dinâmicos não lineares, utilizando técnicas de perturbação para o tratamento do efeito não linear do sistema e método de resolução das equações de estado via método de Newmark, tendo como foco a caracterização da evolução do nível de não linearidade incorporada ao sistema mecânico a partir da evolução (crescente/decrescente) do fator de não linearidade cúbica associada.

Material e Métodos

A metodologia, inicialmente, perpassa por uma extensa pesquisa bibliográfica a partir, especialmente, em artigos científicos, para a apropriação dos conhecimentos já disponibilizados nas literaturas especializadas (MENDONÇA, *et al*, 2003). Visando dotar, paulatinamente o discente de iniciação científica dos conhecimentos básicos e recentes sobre o tema abordado (SEVERINO, 2007).

Neste plano será implementado o sistema dinâmico denominado oscilador de Duffing ilustrado na Fig. 1 por ser um sistema dinâmico de um grau de liberdade que permite a representação da força não linear como uma perturbação do sistema conservativo (SAVI, 2006). Ele verifica a equação do movimento (1), onde K_{nl} representa a rigidez não linear.

Para a implementação das rotinas e procedimentos foi utilizado o ambiente de programação Matlab®, para a obtenção das respostas do sistema dinâmico simulado, equação (1), foi utilizado o método de Newmark.

Resultados e Discussão

Na Fig. 2 estão os resultados das simulações da Equação (1) ilustrando o movimento do sistema de Duffing representado na Figura 1, considerando os parâmetros de massa (m), coeficiente de amortecimento (b), rigidez linear (k) e amplitude de excitação externa (A) iguais a m=1 [kg], b = 0.1 [N.m], k = 1 [N/m] e A = 2 [N], respectivamente e, diferentes valores para a rigidez não linear. Considerando, ainda, a excitação externa é expressa por: $f(t) = A\cos(\pi t)$.

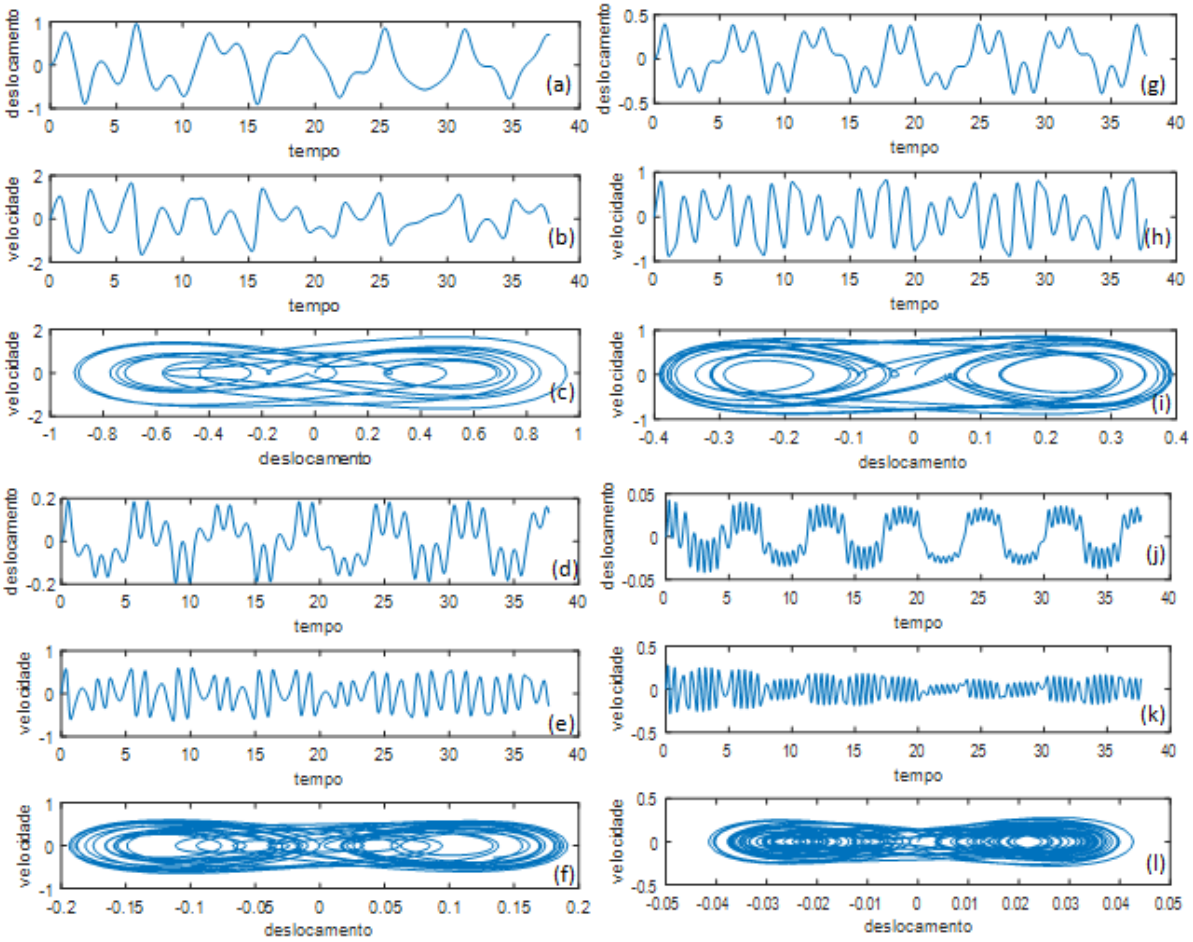


Figura 2 Deslocamento, velocidades e diagrama de causa e efeito ilustrando a identificação do efeito não linear em diferentes valores de rigidez não linear: (a-c) k_{nl} = 10; (d-f) k_{nl} =100; (g-i) k_{nl} =1000; (j-l) k_{nl} =100.000.

Nas simulações acima, houve variações na rigidez não linear, sendo possível observar maior influencia do efeito não linear a partir do aumento do fator de rigidez não linear.

A observar a Figura 2 (c, f, i, l) consta-se que as simulações realizadas trata-se de simulações em cenários puramente sob efeito do fenômeno não linear, k_{nl} não nulo. Entretanto é possível observar a partir destas figuras a evolução do efeito não linear sob o sistema mecânico, bem como o efeito que o fenômeno não linear influencia nas respostas (deslocamento e velocidade) do sistema, Figura 2 (a, b, d, e, g, h, j, k).

Considerações Finais

A partir das simulações numéricas realizadas observa-se que o sistema dinâmico simulado é um modelo físico muito rico para representar e incorporar diversas propriedades físicas e matemáticas, em particular, a incorporação do fenômeno não linear a partir da incorporação da excitação não linear.

Por meio da simulação observa-se que à medida que o fator de não linear evolui é possível identificar a evolução do efeito não linear sobre o sistema dinâmico. Contudo, não foi possível caracterizar a evolução do efeito não linear.

Nesse sentido, em trabalho futuro espera-se atacar o problema de caracterização do efeito não linear visando identificar sua influencia no sistema a partir da análise espectral advindas das respostas do sistema. Com isso, espera-se estabelecer uma técnica de identificação e caracterização de não linearidade em sistemas mecânicos não lineares de um ou mais graus de liberdade.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Universidade Estadual de Goiás-UEG pelo apoio, incentivo e recursos dispensados ao desenvolvimento das atividades propostas no plano de trabalho de iniciação científica.

Referências

MENDONÇA, A. F. D. E. A. **Metodologia científica**: guia para elaboração e apresentação de trabalhos acadêmicos. Goiânia: Faculdades Alves Faria: [s.n.], 2003.

NEWMARK, N. A method computation for structural dynamics. **Journal of Vibration Acoustic**s, v. 85, p. 67-94, 1959.

CASTILHO, E. F., &Cruchaga, M. A. (2012**). Experimental vibrationanalysis for a 3D scaled modelo f a three-floorsteelstructure**.*Latin American JournalofSolidsandStructures*, 9(5).

De LIMA, A. F., De Lima, A. M., & Borges, R. A. (2015). **Simulação numérico-computacional de placas finas em grandes deslocamentos**. *Blucher Mathematical Proceedings, 1*, pp. 886-893.

DUVAUT, G., & LIONS, J. (1972). *Les* ***Inéquations em mécanique et en physique****.*

GERGES, Y. (2013). ***Méthodes de reduction de modèles en vibroacoustique non-linéaire****.* Besançon, França.

JIANG, D., PIERRE, C., & SHAW, S. W. (2005). ***Nonlinear normal modes for vibratory systems under harmonicexc itation***. *Journal of Sound and Vibration, 288*, 791-812.

OHAYON, R. (2006). ***Linear vibrations of structures coupled with an internal fluid***. *Eccomas School, 3*.

SAVI, M. A. (2006). *Dinâmica* **Não-Linear e Caos**(1 ed.). Rio de Janeiro: E-pappers.

SEVERINO, A. J. (2017). **Metodologia do trabalho científico***.* Cortez.

ESTUDO DA ESTABILIDADE COLOIDAL DE ÓXIDO DE FERRO FUNCIONALIZADO COM ÁCIDOS α-HIDROXICARBOXÍLICOS.

Flávia Alessandra de Oliveira[1] (IC); Luciana Rebelo Guilherme[2]

[1] Acadêmica de Química Industrial – CCET/UEG E-mail: flaviatecquimica@gmail.com

[2] Profª. Drª. Orientadora– CCET/UEG – E-mail: luciana.r.guilherme@gmail.com

Resumo

Nanopartículas de óxido de ferro são promissores materiais no desenvolvimento de produtos para saúde. Dentre suas potencialidades destacam-se estudos para transporte de fármacos, liberação de fármacos e imagem por ressonância magnética. Em aplicações biológicas é necessário evitar que as preparações nanoparticuladas sedimentem e percam a homogeneidade. Para tanto, dispersões coloidais estáveis podem ser preparadas por meio de funcionalização das nanopartículas. Neste contexto, este trabalho realizará funcionalizações e preparos de nanopartículas de óxido de ferro, com ácidos α-hidroxicarboxílicos. Para a caracterização dos materiais sintetizados pretende-se utilizar, espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho (IV); espectroscopia de absorção atômica (AAS); concentração de hidrogênio (pH); microscopia eletrônica de transmissão (TEM); difração de raiosX (XRD) e Medidas de magnetização SQUID. As referidas técnicas fornecerão informações para compreender as propriedades morfológicas, estruturais e magnéticas. Com a intenção determinar a estabilidade coloidal dessas nanopartículas funcionalizadas, serão realizadas análises de Potencial Zeta. Durante as sínteses espera-se obter a formação das nanopartículas de óxido de ferro, magnetita (Fe_3O_4) ou maghemita (Fe_2O_3), e observar o efeito de ácidos α-hidroxicarboxílicos na estabilidade coloidal destes óxidos, visando futuros usos biotecnológicos.

Palavras-chave: Nanopartículas. Óxido de ferro. Estabilidade coloidal. Uso biotecnológico.

Introdução

As nanopartículas magnéticas (NPMs) são materiais granulados, de ordem nanométricas (10^{-9} m), que variam em suas propriedades químicas e físicas. Essas propriedades dependem do tamanho, morfologia e estrutura cristalina (FRANCISQUINI; SCHOENMAKER; SOUZA, 2014).

As determinações das características morfológicas, estruturais, estequiométricas e magnéticas desses materiais são a maior dificuldade na obtenção de nanopartículas. Diante disso, as sínteses químicas em solução são mais simples e eficientes, possuem controle de tamanho e forma das nanopartículas (ALVES, 2007). Dentre as nanopartículas magnéticas mais utilizadas temos o óxido

de ferro que, apresentam vantagens em relações a outros óxidos por possuir uma síntese mais simples, apresenta magnetismo, baixa toxicidade, biocompatibilidade, alta capacidade de adsorção e baixo custo (HUA et al., 2012; L TONG, 2011).

As nanopartículas de óxidos de ferro possuem comportamento superparamagnético (SOUZA, 2008), ou seja, partículas organizadas por um único domínio magnético, capazes de apresentar um comportamento magnético característico, chamado de superparamagnetismo (BECK JÚNIOR, 2016). As nanopartículas de óxido de ferro são uma grande promessa nas áreas de bioaplicações e biomecânicas, como: transporte de fármacos, liberação de fármacos e ressonância magnética (BLOEMEN et al., 2014). Um dos óxidos de ferros mais estudados para aplicações biotecnológicas é a magnetita, pois há comprovação da sua biocompatibilidade. Segundo Soares (2014), essas nanopartículas quando possuem tamanhos na ordem de dezenas de nanômetros, possuem o superparamagnetismo, ou seja, há momentos magnéticos que agem em toda a partícula, portanto quando um campo magnético é aplicado, as nanopartículas se alinham a ele.

As nanopartículas de óxido de ferro são ótimos catalisadores, isto é, aumentam a velocidade das reações, podem agir como ácidos de Lewis formando ligações coordenadas com bases de Lewis. Isto acontece, pois quando estão meio aquosos à superfície pode obter um caráter positivo ou negativo, que varia de acordo com o pH. Além de poder reagir formando um revestimento superficial, a funcionalização com grupos ácidos (FERREIRA; RANGEL, 2009). Nanopartículas de óxido de ferro tendem a ser instáveis em solução, ou seja, tendem a se agregar rapidamente, para aplicações biomédicas é necessário que a partícula seja estável para isso as nanopartículas (NPs) de óxido de ferro necessitam de um revestimento, para aumentar sua biocompatibilidade, estabilidade e diminuir sua citotoxicidade (SOARES et al., 2014).

Para evitar a sedimentação e a homogeneidade das preparações para aplicações biológicas, faz-se a dispersão coloidal, ou seja, as nanopartículas precisam ser dispersas em uma fase líquida, para a formação de um fluido magnético, nesse caso um ferrofluido. A estabilização dos ferrofluidos é conseguida através do revestimento de partículas magnéticas com moléculas de cadeia longa, como os ácidos carboxílicos e graxos (GARCÍA-CERDA et al., 2003; TEJA; KOH, 2009).

Um dos reagentes utilizado para funcionalizar as NPMs, será o ácido láctico, sua formula molecular é ($C_3H_6O_3$), a interação com as nanopartículas ocorre com a complexação do carboxilato com a superfície carregada negativamente do ferro, garantindo uma repulsão eletrostática entre a fase dispersante e a dispersa, ou seja, maior estabilidade (MATOS, 2016; JUNIOR.; VARANDA, 1999). O ácido láctico foi empregado por sua não-toxicidades até em altas doses, estabilidade térmica e química, biodegradabilidade e leve acidez (SOARES, 2014). O ácido glicólico também empregado cuja formula molecular é ($C_2H_4O_3$), a interação entre as nanopartículas e esse composto funciona formando complexos utilizados vastamente por seu efeito quelato de íons metálicos (SILVA, 2013).

As NPMs de óxido de ferro funcionalizada com agentes estabilizantes (α-hidroxi ácidos, polímeros etc..), tem bastante utilidade na área da saúde, englobando os setores farmacêutico, odontológico e médico como: incorporação de fármacos, *drug delivery*, utilização em dispositivos médicos que entram em contato com proteínas, células e órgãos sem causar maiores danos (FARIA-TISCHER; TISCHER, 2012).

Neste contexto, este trabalho realizou síntese e caracterização de nanopartículas de óxido de ferro, funcionalizada com ácidos α-hidroxicarboxílicos.

Material e Métodos

Síntese das nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4).

O método utilizado na síntese das NPs de óxido de ferro foi a coprecipitação em meio aquoso, utilizada principalmente para a preparação de nanopartículas de óxidos puros ou mistos nesse caso magnetita e maghemita. A preparação consiste na solubilização dos íons metálicos em solução aquosa, através de reações de hidrólise alcalina (DURAN, 2006), a temperatura para a síntese da magnetita permaneceu em torno de 70ºC, o Hidróxido de amônio foi adicionado sob agitação, o tamanho das nanopartículas pode ser controlado por meio da velocidade de agitação, tipo de base e concentração da mesma.

Preparado 50 mL de duas soluções, uma contendo 6,0g de $FeCl_2.4H_2O$ e outra 12,0g de $FeCl_3.6H_2O$. Sob agitação mecânica de 3000 RPM, as soluções foram unidas em um béquer, em seguida adicionados 100 mL de hidróxido de amônio 25%. Instantaneamente, um precipitado negro se formou e o sistema permaneceu sob agitação por 20 minutos. Com o auxílio de um ímã, as partículas foram sedimentadas e o sobrenadante retirado. Em seguida, lavadas com uma solução 5% de hidróxido de amônio 25% em água (v/v) (KHALAFALLA; REIMERS, 1980), e lavadas em torno de 10 vezes com água destilada.

Síntese das nanopartículas de maguemita (γ-Fe_2O_3) via oxidação de nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4).

As nanopartículas de maghemita foram obtidas pela oxidação da magnetita em meio ácido, nesse caso as nanopartículas foram adicionadas no ácido nítrico, sob agitação. Nanopartículas de óxido de ferro em meio ácido possuem baixa estabilidade química (DURAN; MATTOSO; MORAIS, 2006). Para diminuir a solubilidade e aumentar a estabilidade das nanopartículas, adicionamos uma solução de nitrato de ferro (III) na temperatura de ebulição durante 1 hora, chamado de tratamento hidrotermal das nanopartículas. Após a oxidação, as nanopartículas sedimentadas com o auxílio de um ímã e o sobrenadante retirado e lavado com água destilada duas vezes. Uma pequena quantidade será separada para

caracterização após seca (MASSART, 1981; KANG et al., 1996; EWIJK; VROEGE; PHILIPSE, 1999).

Funcionalização das nanopartículas.

As nanopartículas sintetizadas como descrito anteriormente, dispersas em 50 mL de água e sob agitação o sistema aquecido (80ºC), em seguida, sob agitação adicionado o ácido (glicólico e láctico) para funcionalização das nanopartículas. O sistema será mantido nessas condições por 7 minutos (KHALAFALLA; REIMERS, 1980). Após esse período, o fluido formado foi submetido à diálise em membrana semipermeável por 48 horas, a amostra autoclavada à 121ºC por 30 minutos. Uma pequena quantidade deste fluido será separada, seca e identificada para realizar as caracterizações.

Caracterização das nanopartículas.

A espectroscopia vibracional na região do infravermelho baseia-se na absorção de radiação no infravermelho pela molécula. Quando a molécula absorve a radiação, determinam-se as frequências vibracionais dos grupos funcionais presentes na amostra, comparando com padrões existentes na literatura (PAVIA et al., 2010). As medidas foram realizadas na Universidade Estadual de Goiás com um equipamento PerkinElmer. Para a realização dessa medida, as amostras de suspensão coloidal contendo as nanopartículas funcionalizadas foram secas em uma estufa por 24 horas, a 50°C. Foram preparadas pastilhas com KBr, as leituras foram realizadas no intervalo espectral de 600 – 4000 cm^{-1}.

A difração de raios X foi utilizada para estimar o tamanho médio das partículas de óxido de ferro, os difratôgramas de raios X foram obtidos em um difratômetro de Raios x Shimadzu XRD 6000, com fonte de radiação CuK_{α} (λ= 1,54056 Å), os dados foram analisados, comparados com padrões conhecidos na literatura. As medidas foram realizadas na Universidade Federal de São Carlos, UFSCar.

Para estimar o tamanho médio das partículas utiliza-se a equação de

Scherrer para o cálculo (CULLITY, 1978).

$$d = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$$

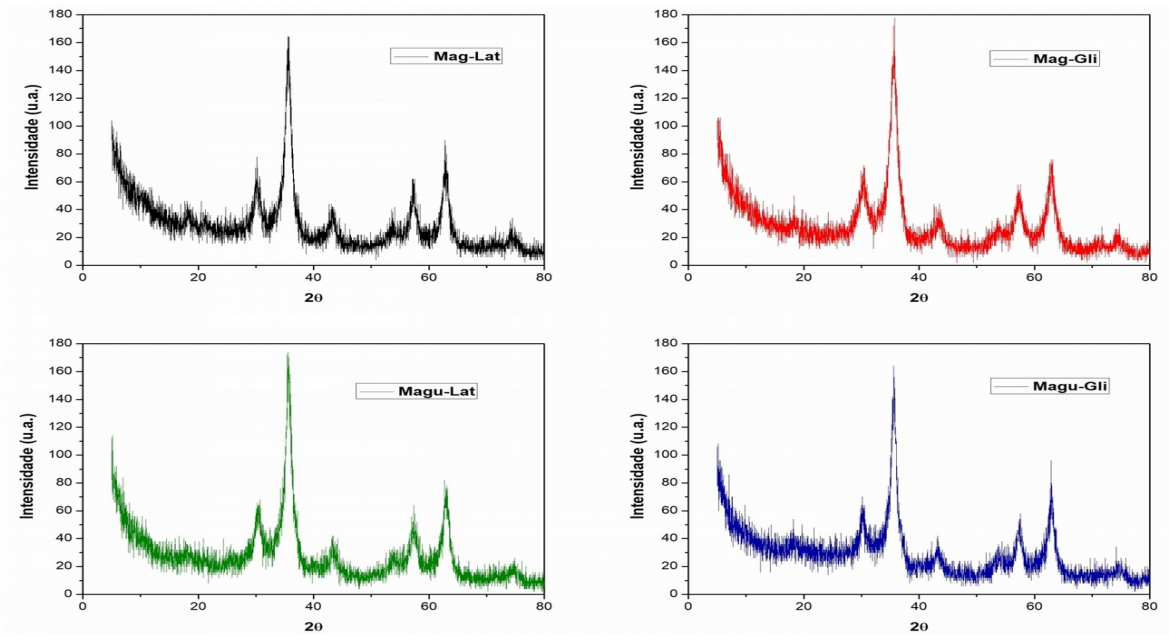
O potencial Zeta é utilizado para determinar a energia de interação entre as partículas, está relacionado diretamente com a estabilidade das partículas. O potencial zeta também se correlaciona com o comportamento de sedimentação dos sistemas coloidais. Analisando a carga da superfície da partícula, se for alta as partículas se repelem, sendo assim, estáveis em suspensão (HUNTER, 1988). As medições foram realizadas na Embrapa Instrumentação em São Carlos-SP com o equipamento Zetasizer Nanoseries da Malvern Instruments.

Espalhamento dinâmico de luz (DLS, do inglês, dynamic light scattering) e uma técnica utilizada para determinar o diâmetro hidrodinâmico das partículas, ou seja, tamanho de partículas em soluções coloidais, com diferentes revestimentos no pH de síntese. (MATOS, 2016; COSTA, 2018). As medições foram realizadas na Embrapa Instrumentação em São Carlos-SP com o equipamento Zetasizer Nanoseries da Malvern Instruments.

Resultados e Discussão

Para identificação da estrutura cristalina e estimar o tamanho médio das nanopartículas de óxido de ferro, as amostras (Mag-Lat; Mag-Gli; Magu-Lat e Magu-Gli) foram submetidas à técnica de raios X. A Figura 1 apresenta os difratogramas das amostras.

Figura 1: Difratogramas de raios X das nanopartículas de óxido de ferro.



Para estimar o tamanho médio das partículas foi utilizada a equação de Scherrer, para isso, utilizou-se o software *Origin 8.5* para fazer os gráficos acima, e observar melhor os picos. A Tabela 1 apresenta os tamanhos médios dos domínios cristalinos das partículas de ferro magnetita e maghemita funcionalizadas com diferentes ácidos. Estes valores foram calculados a partir da largura a meia altura do pico de maior intensidade, cujo valor foi determinado a partir dos dados fornecidos pelo programa computacional do equipamento (XRD 6000), considerando-se o pico mais intenso (311), estes planos indexados são consistentes com os padrões JCPDS (International Centre for Diffraction Data) da magnetita (código de referência: nº 88-0866) e da maghemita (código de referência: nº 39-1346).

Tabela 1- Tamanhos médios cristalinos das partículas de ferro.

Amostra	Funcionalização	Parâmetros			
		(h k l)	2θ/(graus)	β	Domínio de coerência cristalográfica (nm)
MAGNETITA	LÁCTICO	3 1 1	35,78	0,02872	4,83
MAGNETITA	GLICÓLICO	3 1 1	35,71	0,02236	6,19

MAGHEMITA	**LÁCTICO**	**3 1 1**	**35,62**	**0,01802**	**7,67**
MAGHEMITA	**GLICÓLICO**	**3 1 1**	**35,96**	**0,31381**	**8,87**

De acordo com a literatura as nanopartículas de Magnetita deveriam ser maiores que as maghemita, porém na tabela acima podemos observar que o resultado preliminar foi o contrário para a as amostras estudadas. Para uma avaliação profunda desses resultados a fim de entender o motivo dessa diferença, há necessidade da realização de outras técnicas para explicar a real estabilidade desse sistema nanoparticulado.

Considerações Finais

Esse trabalho ainda não foi concluído, pois a pandemia limitou o uso de laboratórios nas instituiçoes de ensino do país, pretendo continuar esse projeto quando as universidades voltarem a funcionar normalmente, para avaliar de fato as caracteristicas desses sistemas nanoparticulados.

Agradecimentos

Gostaria de começar os agradecimentos primeiramente ao Francisco Neto e o professor Emerson Camargo por me receber no laboratório em São Carlos, as pessoas que dividiram o laboratorio comigo Guilherme Gonçalves Mendes e João Victor Ivo Moreira. A minha familia por sempre me apoiar. Meu muito Obrigada a todos!

Referências

ALVES, T. M. M. T. **Síntese e caracterização de nanopartículas de óxidos de ferro para aplicações biomédicas**. 2007. Universidade Estadual de Campinas, 2007.

BECK JÚNIOR, W. **Síntese e caracterização de nanomateriais superparamagnéticos do tipo *core-shell* para aplicação em catálise e biomedicina**. 2016. Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

BLOEMEN, M.; VANDENDRIESSCHE, S.; GOOVAERTS, V.; BRULLOT, W.; VANBEL, M.; CARRON, S.; GEUKENS, N.; PARAC-VOGT, T.; VERBIEST, T. **Synthesis and characterization of holmium-doped iron oxide nanoparticles**. **Materials**, v. 7, n. 2, p. 1155–1164, 2014.

COSTA, R. L. **Estudo das propriedades de superfície de nanopartículas magnéticas de magnetita recobertas com alcoóxisilanos**. Orientador: Juliano Alexandre Chaker. 2018. 42 p. Monografia de conclusão de curso (Bacharelado em Farmácia) - Graduação, Brasília, 2018.

CULLITY, B. D. **Elements of X-raio Diffraction**. Massachussetts: Addison Wesley – Reading, 1978.

DURAN, N.; MATTOSO, L. H. C.; MORAIS, P. C. Técnicas de preparação de nanopartículas magnéticas e fluidos magnéticos. *In*: **NANOTECNOLOGIA: Introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação**. São Paulo: Artliber, 2006. cap. 4, p. 83-99.

EWIJK, G. A. Van; VROEGE, G. J.; PHILIPSE, A. P. Convenient preparation methods for magnetic colloids. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 201, p. 31–33, 1999.

FARIA-TISCHER, P. C. S.; TISCHER, Cesar A. Nanobiotecnologia: plataforma tecnológica para biomateriais e aplicação biológica de nanoestruturas. **BBR - Biochemistry and Biotechnology Reports**, [S.l.], v. 1, n. 1, p. 32-53, set. 2012. ISSN 2316-5200.

FERREIRA, H. S.; RANGEL, M. D. C. Nanotecnologia: Aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise. **Quimica Nova**, v. 32, n. 7, p. 1860–1870, 2009.

FRANCISQUINI, E.; SCHOENMAKER, J.; SOUZA, J. A. Nanopartículas Magnéticas e suas Aplicações. **Química Supramolecular e Nanotecnologia**, p. 269–288, 2014.

GARCÍA-CERDA, L. A.; RODRÍGUEZ-FERNÁNDEZ, O. S.; BETANCOURT-GALINDO, R.; SALDÍVAR-GUERRERO, R.; TORRES-TORRES, M. A. Síntesis y propiedades de ferrofluidos de magnetita. **Superficies y Vacío**, v. 16, n. 1, p. 28–31, 2003.

HUA, M.; ZHANG, S.; PAN, B.; ZHANG, W.; LV, L.; ZHANG, Q. Heavy metal removal

from water/wastewater by nanosized metal oxides: A review. **Journal of Hazardous Materials**, v. 211–212, p. 317–331, 2012.

HUNTER, R. J. Zeta potential in colloid Science: Principles and applications. **Australia: Academic press**, 2013. v. 2. ISBN 0123619610.

JUNIOR M. J.; VARANDA L.C.O mundo dos coloides. **Química nova na escola**, N° 9, MAIO 1999.

KANG, Y.; RISBUD, S.; RABOLT, J.; STROEVE, P. Synthesis and characterization of nanometer-size Fe_3O_4 and γ-Fe_2O_3 particles. **Chemistry of Materials**, v. 5, n. 96, p. 2209–2211, 1996.

KHALAFALLA, S.; REIMERS, G. Preparation of dilution-stable aqueous magnetic fluids. **Magnetics, IEEE Transactions on**, v. M, n. 2, p. 178–183, 1980.

MASSART, R. Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media. **Magnetics, IEEE Transactions on**, v. M, n. 2, p. 1980–1981, 1981.

MATOS, H. L. S. **Síntese de nanopartículas de óxido de ferro funcionalizadas para remoção de Pb2+**. Orientador: Emília Celma de Oliveira Lima. 2016. 109 p. Dissertação (Mestrado) - Pós-Graduação, Goiás, 2016.

Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Vyvyan, J.R. **Introdução à espectroscopia**. 4. ed. [*S. l.*: *s. n.*], 2010. 708 p.

SANTOS, J. M. C. **Preparação de Bioadesivos a partir de ácido láctico**. Universidade de Coimbra, 2014.

SILVA, E. D. **Eletro-oxidação do glicerol para produção de alfa-hidroxiácidos**. Recife, 2013. 105 f. Tese (doutorado) - UFPE, Centro de Tecnologia e Geociências, Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, 2013.

SOARES, P. IP et al. Effects of surfactants on the magnetic properties of iron oxide

colloids. **Journal of colloid and interface science**, v. 419, p. 46-51, 2014.

SOUZA, N. S. de. **Síntese e Caracterização de Nanopartículas de Óxido de Ferro e de Grafite Magnética Fluida (GMF)**. Universidade Federal de São Carlos, 2008.

TEJA, A. S.; KOH, P. Y. Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. **Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials**, v. 55, n. 1–2, p. 22–45, 2009.

Tong, L., Zhao, M., Zhu, S., & Chen, J. (2011). Synthesis and application of superparamagnetic iron oxide nanoparticles in targeted therapy and imaging of cancer**.** ***Frontiers of medicine***, *5*(4), 379-387.

Otimização da extração de marcadores presentes nas folhas de *Azadirachta indica* A. Juss (Meliaceae)

Eduardo Júnio Pelegrini dos Santos*(IC), Leiza Fagundes Soares(PG), Luana Cristina Machado(IC), Joelma Abadia Marciano de Paula(PQ)

eduardo.junio2015@outlook.com*

Universidade Estadual de Goiás – Campus Anápolis de Ciências Exatas e Tecnológicas, Henrique Santillo – CCET; Br 153 Quadra Área Km 99 - Zona Rural, Anápolis - GO, 75132-903.

Resumo: O trabalho investiga a extração de flavonoides presentes nas folhas de *Azadirachta indica*, assistida por ultrassom (EAU), com o intuito de otimizar o processo extrativo e comparar com método clássico de extração. Amostras de folhas foram coletadas em Santo Antônio, Goiás, Brasil (exsicata n° UFG-48590), dessecadas e pulverizadas em moinho de facas. Uma bateria de 15 EAU, conforme modelo Box Behnken (3^3), foram reallizadas, com 3 variáveis independentes em três níveis: graduação alcoólica (70, 50 e 30% p/p), tempo (10, 30 e 50 min) e proporção droga-solvente (0,1; 0,15 e 0,2 g/mL). A váriável resposta foi concentração de flavonoides totais (FT), expressos como rutina (µg/mL). A Metodologia de Superfície de Resposta indicou como condições ótimas de extração: graduação alcoólica de 31,598% (p/p), proporção droga-solvente de 0,19993 g/mL e tempo de 33,545 min, para obter 5052,62 µg/mL de FT. Extrações em refluxo foram realizadas em triplicata utilizando 2g de material vegetal e 60 mL de etanol 30% (p/p), durante 60 minutos. O teor de FT nos extratos obtidos em refluxo foi de 2,19%, valor próximo ao teor obtido na EAU (2,75%). A EAU apresentou rendimento compatível com à extração por refluxo, mostrou ser um processo simples e com gasto energético menor.

Palavras-chave: Neem. Métodos extrativos. Flavonoides. Teor etanólico. Temperatura. Planejamento.

Introdução

Azadirachta indica A. Juss (Meliaceae) é uma planta oriunda da Ásia e tem sido cultivada em vários países das Américas, da África e na Austrália (VIANA; PRATES; RIBEIRO, 2006). As menções mais antigas sobre a árvore conhecida como nim (Neem) datam de 4.500 anos atrás (BITTENCOURT *et al.*, 2008). Os

componentes fitoquímicos presentes nas folhas da planta: flavonoides, taninos, alcaloides e cumarinas (SILVA NETO *et al*., 2020), são os responsáveis por suas atividades biológicas descritas na literatura, em que se destacam potenciais antioxidantes (MANANDHAR; MAHARJAN; SHRESTHA, 2019), atividade anticâncer (SUPRIYANTO *et al*., 2020), antiviral (GUPTA; CHAPHALKAR; JAGTAP, 2014) e antidiabética (MOSTOFA *et al*., 2007).

Devido ao potencial dos compostos polifenólicos figura-se como principal atividade descrita na literatura, a ação hipoglicemiante. A atividade antioxidante é a propriedade farmacológica substancial dos flavonoides, que tem papel de suma importância no tratamento da diabete mellitus, visto que o início da resistência à insulina está associado ao estresse oxidativo, o que explica a ação antidiabética da planta estudada (SARIAN *et al*., 2017). Percebe-se a potencialidade de um possível desenvolvimento à fitoterápico.

A etapa de extração é um ponto crítico na pesquisa com produtos naturais. A eficácia do procedimento depende de diferentes parâmetros, e, entre eles, o método utilizado. Processos extrativos convencionais, como refluxo tem reais desvantagens como tempo elevado para extração e uso de solvente tóxicos, elevado gasto energético, que interferem diretamente na viabilidade do método (KONG *et al*., 2010).

As dificuldades presentes nos processos extrativos convencionais levaram a utilização de técnicas aprimoradas e com possibilidades de automação, como a extração por ultrassom (PRUDENCIO; VERRUCK, 2018). A mesma tem sido muito utilizada nos últimos anos na extração de metabólitos oriundos de materiais vegetais (SILVA; GARCIA; FRANCISCATO, 2016; SCHONS, *et al*., 2017) e se destaca por ser altamente eficiente em pequenos espaços de tempo. Também apresenta um menor consumo de tempo quando comparada à percolação (CARDOSO, 2017). A técnica permite alta reprodutibilidade, reduz consumo de solvente, simplifica a manipulação e o processamento, eleva a pureza do produto final e consome menos energia (PRUDENCIO; VERRUCK, 2018).

No presente trabalho, investigamos a extração assistida por ultrassom de flavonoides presentes nas folhas de *A. indica*, juntamente com a influência das variáveis independentes da extração, visando uma análise econômica e ambiental, com o intuito de otimização do processo extrativo, a fim de correlacionar os cuidados já citados e parâmetros de máxima extração.

Material e Métodos

Material vegetal

Amostras de folhas de *A. indica* foram coletadas na Embrapa Arroz e Feijão, na cidade de Santo Antônio de Goiás, estado de Goiás (S16º 30' 26,0994"; O 49º 16' 58,8720"; Altitude: 821 m). Confeccionou-se exsicatas que foram depositadas no Herbário da Universidade Federal de Goiás (registro UFG-48590). Após a coleta, limpou-se e submeteu-se o material à secagem em estufa com circulação forçada de ar à 40ºC até atingir o teor de umidade entre 8 a 14% (BRASIL, 2019). Após a secagem o material seco foi pulverizado em moinho de facas.

Estudo preliminar de Extração Assistida por Ultrassom (EAU)

Investigou-se os parâmetros graduação etanólica, temperatura de extração, tempo de extração e proporção droga vegetal/solvente para verificação do grau de interferência das variáveis na eficiência da extração de flavonoides totais, expressos como rutina, nas folhas de *A. Indica*. Para tanto, extrações em banho de ultrassom, com 1g de material vegetal em 10 mL de líquido extrator, foram conduzidas em triplicata. As seguintes variáveis foram investigadas: líquido extrator - etanol 70% (p/p) e etanol 50% (p/p); temperatura - ambiente (25° C) e 60° C.

Planejamento fatorial de EAU

Definidas as variáveis independentes (Tabela 1), elaborou-se e executou-se planejamentos fatoriais em três níveis, conforme modelo Box Behnken (3^3). Foram gerados 15 experimentos aleatórios com o auxílio do software Statistica® versão 12.0 (STATSOFT, 2010), e fixou-se a temperatura em 60º C, com base nos estudos preliminares realizados.

Tabela 1. Variáveis independentes e seus níveis avaliados por Metodologia de Superfície de Resposta em um modelo Box-Behnken 3^3, para a otimização da EAU de flavonoides totais, expressos como rutina, nas folhas de *A. indica*.

Graduação alcoólica (GA) (° INPM)	Tempo de extração (minutos)	Proporção droga solvente (m/v)
70	50	0,2
50	30	0,15
30	10	0,1

A Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) foi empregada com objetivo de determinar as melhores condições de extração da variável resposta de interesse, analisando como essa variável é influenciada pelos fatores independentes. As análises estatísticas foram realizadas com o auxílio do programa Statistica versão 12.0.

Foram realizadas outras baterias de experimentos envolvendo a EAU (dados não demonstrados), com modificações nos níveis dos fatores avaliados, com o intuito de confirmar as melhores condições extrativas. O experimento ora apresentado foi o que mostrou melhor correspondência entre os resultados observados e os preditos pelo modelo estatístico.

As condições avaliadas e consideradas ótimas foram validadas em triplicata, avaliando-se a concentração e o teor de flavonoides totais, expressos como rutina, e comparando-as com os valores preditos pelo modelo.

Extração por refluxo

Investigados os resultados da EAU, buscou-se chegar ao limite de extração de flavonoides totais, expressos como rutina, para comparação com o método utilizado. Para tanto, escolheu-se a extração por refluxo, uma das técnicas mais utilizadas em métodos extrativos farmacopeicos (BRASIL, 2019).

Para tanto, foram pesados 2 gramas de material vegetal, que foram transferidos para balão de fundo redondo de 250 mL. Adicionou-se 60 mL de etanol 30% (m/m) e levou-se para manta aquecedora. Ao balão contendo a amostra e o

líquido extrator foi acoplado um condensador de bolas. O sistema foi mantido em refluxo por 60 minutos (contados a partir do início da ebulição). Esse experimento foi realizado em triplicata, de forma independente.

Quantificação de flavonoides totais expressos como rutina nos extratos

A quantificação de flavonoides totais, expressos como rutina (variável dependente) nos diferentes experimentos foi realizada por técnica espectrofotométrica, com leitura a 364nm, de acordo com Rolim *et al*. (2005), com adaptações. A técnica espectrofotométrica empregada nesta etapa do projeto foi determinada e validada, simultaneamente, por outro pesquisador da equipe.

As concentrações de flavonoides (µg/mL) foram calculadas com o auxílio da equação da reta obtida no teste de linearidade (realizado em outra etapa do projeto por outro pesquisador da equipe), considerando a diluição utilizada nos experimentos. O padrão analítico rutina (Sigma) nas concentrações de 20 a 80 µg/mL foi utilizado para a confecção da curva de calibração. O Quadro 1 resume as equações e parâmetros considerados nos cálculos das concentrações (µg/mL) e dos teores (%) de flavonoides, expressos como rutina.

Quadro 1. Equações e parâmetros considerados nos cálculos das concentrações (µg/mL) e dos teores (%) de flavonoides totais, expressos como rutina, nos diferentes experimentos.

Equação da reta obtida no teste de linearidade: f(x) = 0,026x + 0,0072
Concentração de flavonoides (em µg/mL): fator de diluição para leitura * f(x)
Em que: f(x)= Absorvância mensurada e x= Concentração de flavonoides.
Teor de Flavonoides (%) = (Absorvância * 10^{-6})*(volume utilizado/perda por dessecação)*(100)
Em que: Perda por dessecação (%); Absorvância (A) e Volume utilizado (mL).

Resultados e Discussão

O primeiro experimento, o qual norteia o seguimento do projeto, demonstrou-se promissor no processo de otimização. Os resultados evidenciaram um teor médio

de flavonoides de 0,11% (±0,011) nos extratos obtidos nos experimentos conduzidos em temperatura ambiente e etanol 70% (p/p). Um aumento de três vezes no teor de flavonoides (0,34%± 0,3143) foi verificado nos extratos obtidos em temperatura de 60°C e etanol 50% (p/p).

Esses resultados demonstraram que a elevação da temperatura de extração para 60°C aumentou consideravelmente a eficiência extrativa. Por isso esse parâmetro da extração foi fixado para os subsequentes experimentos de otimização, uma vez que o equipamento de ultrassom disponível não trabalha com temperaturas superiores a 60°C.

A redução da graduação etanólica (de 70% para 50% p/p) nos experimentos preliminares também indicou que esse parâmetro afeta a eficiência de extração de flavonoides. Por isso, as graduações etanólicas de 30, 50 e 70% p/p foram escolhidas para os experimentos de otimização.

Os resultados dos experimentos do planejamento Box-Behnken 3^3 são apresentados na Tabela 2.

A ANOVA e a regressão linear/quadrática múltipla empregando a MSR demonstraram que no experimento, o modelo empregado teve um coeficiente de determinação (R^2) de 0,99768 e o r^2 ajustado de 0,99351 para flavonoides totais. Na Tabela 3 observa-se um efeito linear e quadrático significativo ($p<0,05$) da graduação alcoólica (1L+Q), proporção droga/solvente (2L+Q) e tempo (3L+Q).

Os gráficos de superfície de resposta (Figura 1) mostram a interferência das variáveis independentes sobre a concentração de flavonoides extraída. A Figura 1A mostra que a extração máxima de flavonoides foi observada em graduações alcoólicas próximas a 30% (º INPM) e proporção droga/solvente aproximadamente 0,2 g/mL, demonstrando o efeito linear dos fatores. Na Figura 1B, o máximo de extração de flavonoides foi conquistado em torno de 30 minutos de extração e teores de etanol de 30% (ºINPM). A Figura 1C evidencia que a máxima dos teores de flavonoides foi observada quando utilizado proporção droga/solvente 0,2 g/mL, porém a variável tempo não exerceu interferência nesse caso.

Tabela 2. Resultados dos 15 experimentos de EAU das folhas de *A. indica*, modelo Box Behnken (3^3), demonstrados como concentração de flavonoides (µg/mL) e teor de flavonoides totais, expressos como rutina.

Amostra	Graduação alcoólica (°INPM)	Proporção droga/solvente (g/mL)	Tempo (min)	Concentração (µg/mL)	Teor de Flavonoides (%)
1	30	0,1	30	2519,38461	2,74084
2	70	0,1	30	1670,15384	1,81696
3	30	0,2	30	5051,69230	2,63218
4	70	0,2	30	3624,00000	1,88828
5	30	0,15	10	3531,69230	2,48850
6	70	0,15	10	1805,53846	1,27222
7	30	0,15	50	3633,23076	2,56005
8	70	0,15	50	3122,46153	2,20015
9	50	0,1	10	1907,07692	2,07471
10	50	0,2	10	3984,00000	2,07586
11	50	0,1	50	2217,84615	2,41280
12	50	0,2	50	4710,15384	2,45422
13	50	0,15	30	3390,15384	2,38877
14	50	0,15	30	3537,84615	2,49284
15	50	0,15	30	3534,76923	2,49067

A MSR indicou uma graduação alcoólica de 31,598% (m/m), uma proporção droga-solvente de 0,19993g/mL e um tempo de 33,545 minutos, como condições ideais de extração, conforme o modelo utilizado.

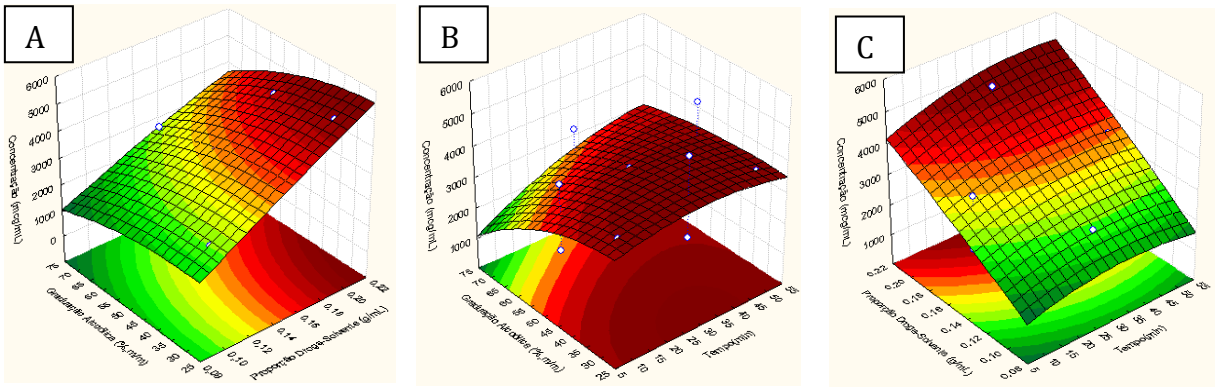
Para confirmação da predição do modelo, fez-se um experimento nas condições ideais, com um teor etanólico de 30%, uma proporção droga-solvente de 0,2 g/mL em uma extração de 33 minutos, predizendo uma concentração de 5052,62µg/mL. Os resultados obtidos com as variáveis propostas pelo modelo, tiveram um Desvio Padrão (DP) de 0,123265297 e um Desvio Padrão Relativo (DPR) de 4,476405879, chegando a uma concentração de 5281,6666 µg/mL, demonstrando um teor de 2,75%, que expressa 104% do valor predito.

Tabela 3. Análise de variância do modelo de regressão quadrática polinomial para a extração assistida por ultrassom de flavonoides totais, expressos como equivalentes de rutina, nas folhas de *A. indica.*

Fator	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	p
(1) L+Q	883501	2	441751	62,0203	0,015868**
(2) L+Q	9176098	2	4588049	644,1462	0,001550**
(3) L+Q	959391	2	479696	67,3476	0,014631**
1*2	84717	3	28239	3,9647	0,207953
1*3	387486	2	193743	27,2009	0,035460**
2*3	43136	1	43136	6,0562	0,132969
Erro puro	14245	2	7123		
Soma dos quadrados total	14450477	14			

Legenda: 1 – Graduação alcoólica (% °INPM); 2 – Proporção droga/solvente(g/mL); 3 - Tempo de extração (minutos); L - linear; Q – quadrático, **p≤0,05.

Figura 1. Gráficos de Superfície de Resposta, demonstrando as relações entre as variáveis independentes e a consequente interferência que causam no processo extrativo.



O experimento de refluxo originou como resultados, em uma extração exaustiva, um teor médio de flavonoides de 2,192%. Esses valores se aproximam dos observados na EAU descritos acima. Esses resultados demonstram que o processo

de extração por refluxo, para atingir teores de flavonoides próximos aos extraídos na EAU, necessita de maior quantidade de solvente, maior tempo de extração, consequentemente, maior custo energético.

Vê-se ao longo do projeto a diferença de resultados encontrados após experimentos visando otimização. Ao início do projeto, o teor de flavonoides totais das folhas de *A. indica* encontrado foi de 0,11%, e após estudos de otimização do processo o rendimento cresceu cerca de 25 vezes. A EAU apresentou um ótimo rendimento em relação à extração exaustiva por refluxo. É um processo simples que demanda menos trabalho, um gasto de tempo cerca de 2 vezes menor, e, consequentemente, um gasto energético menor.

Considerações Finais

Observou-se uma resposta extrativa do EAU semelhante ao refluxo, que é um método convencional exaustivo. Aproxima-se das condições ideais de extração de flavonoides totais de *A. indica*. Também houve um aumento do rendimento em 25 vezes, do início da otimização ao final do trabalho, o que demonstra um aumento considerável na eficiência extrativa, e a grande necessidade de um planejamento e execução de otimização na grande maioria dos processos laboratoriais.

Agradecimentos

À Universidade Estadual de Goiás pelo suporte financeiro por meio do Programa de Bolsas de Iniciação Científica e Tecnológica (PBIT-UEG).

Referências

BITTENCOURT, A. M. *et al*. **Coleção Plantar Nim**. A cultura do Nim. 1. ed. Brasília (DF): Embrapa, 2008.

BRASIL. AGENCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Farmacopeia Brasileira**. V.1, 6. Ed. Brasília: ANVISA, 2019. 874p.

CARDOSO, I. C. *et al*. Influência da técnica de extração e do tamanho de partícula do material vegetal no teor de compostos fenólicos totais da tintura das folhas de *Alpinia zerumbet*. **Revista Fitos**, Rio de Janeiro, v. 11, n. 1, p. 62-68, 2017.

GUPTA, A.; CHAPHALKAR, S. R.; JAGTAP, R. B. Anti-viral activity of *Azadirachta indica* leaves against Newcastle disease virus: A study by in vitro and in vivo immunological approach. **International Journal of Current Trends in Pharmaceutial Research**, v. 2, n. 6, p. 494-591, 2014.

KONG, F. *et al*. A comparative study on the extraction process of Astragalus total flavonoids by the ultrasonic method and continuous reflux method. **China Pharmacy**, n. 19, p. 1752-1754, 2010.

MANANDHAR, S.; MAHARJAN, B.; SHRESTHA, R. L. Antioxidant, antibacterial and GC-MS analysis of methanolic extract of *Azadirachta indica* Juss. **The Pharma Innovation Journal**, v. 8, n.12, p.178-180, 2019.

MOSTOFA, M. *et al*. Antidiabetic effects of *Catharanthus roseus*, *Azadirachta indica*, *Allium sativum* and glimepride in experimentally diabetic induced rat. **Bangladesh Journal of Veterinary Medicine**, v. 5, n.1&2, p. 99-102, 2007.

PRUDENCIO, E. S.; VERRUCK, S. **Ultrassom na Indústria de Alimentos: Aplicações no processamento e conservação.** Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018.

ROLIM, A. *et al*. Validation assay for total flavonoids, as rutin equivalents, from *Trichilia catigua* A. Juss (Meliaceae) and *Ptychopetalum olacoides* Bentham (Olacaceae) commercial extract. **Journal AOAC International**, v. 88, p. 1015-1019, 2005.

SARIAN, M. N. *et al*. Antioxidant and antidiabetic effects of flavonoids: A structure-activity relationship based study. **BioMed research international**, v. 2017. p.1-14. 2017.

SCHONS, J. I. *et al*. Extração assistida por ultrassom e caracterização do óleo da castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa* HBK). **Interciencia**, v. 42, n. 9, p. 586-590, 2017.

SILVA, C.; GARCIA, V. S.; FRANCISCATO, L. S. Extração assistida por ultrassom de compostos bioativos das cascas de lichia (*Litchi Chinensis* Sonn.). RECEN - **Revista Ciências Exatas e Naturais**, v. 18, n. 1, p. 81-96, 2016.

SILVA NETO, I. F da. *et al*. Bioprospecção Farmacológica: Avaliação Fitoquímica Do Nim Indiano (*Azadirachta indica* A. Juss.). **Journal of Biology & Pharmacy and Agricultural Management**, v. 16, n. 2, p. 215-226. 2020.

STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 12. 2010.

SUPRIYANTO, S. *et al*. Potential Use of Compounds from Neem Leaves (*Azadirachta indica* Juss) as PPARg and ERa Inhibitors to Control Breast Cancer Cell Growth In Silico Model. **ALCHEMY**, v. 8, n. 1, p. 18-22, 2020.

VIANA, P. A.; PRATES, H. T.; RIBEIRO, P. E. A. Uso do extrato aquoso de folhas de nim para o controle de *Spodoptera frugiperda* na cultura do milho. **Embrapa Milho E Sorgo**. Circular técnica, 2006.

Rendimento e qualidade de linhagens de feijão-vagem de crescimento Indeterminado em sistema orgânico

Larissa Karulem de Oliveira Silva [(1)] (IC) [*], Alef da Silva Fonseca [(1)] (IC), Diogo Wanderson de Lima [(1)] (IC), Kalil da Silva Fonseca [(1)] (IC), Leticia A. L. Lina [(1)] (IC), Nei Peixoto [(1)] (PQ).

karulem.larissa@outlook.com

Universidade Estadual de Goiás – Unidade Universitária de Ipameri

Resumo:

O feijão-vagem *(Phaseolus vulgaris L.)* é uma planta anual, pertence à família Fabaceae, se apresenta como ótimo alimento para atender as necessidades nutricionais básicas da população, é uma das dez hortaliças mais consumidas no Brasil, sendo poucas as cultivares disponíveis no mercado brasileiro. O objetivo desse trabalho foi Analisar, em condição de campo sob sistema orgânico, o rendimento de 10 genótipos de feijão-vagem com crescimento indeterminado, visando o desenvolvimento das plantas e a produção de sementes, desenvolvidas pelo programa de melhoramento da UEG. Os dados foram submetidos à análise de variância e as médias foram comparadas pelo teste de Scott-Knott, ao nível de 5% de probabilidade, utilizando o aplicativo Sisvar. Apesar da diferença de stand os demais genótipos se igualaram em produtividade, considerada alta para a cultura, incluindo a testemunha Favorito, mostrando que as linhagens, com exceção de UEG 0412,que foi prejudicada pela diferença de vigor, tem potencial para utilização no sistema orgânico.

Palavras-chave: Produtividade, Comercial, *Phaseolus vulgaris L*, hortaliça.

Introdução

O feijão-de-vagem é uma hortaliça consumida e cultivada em quase todo o mundo, e é constituída por uma grande fonte de proteína. Originária da América Central foi levada para a Europa no século XVI, e daí foi difundida para outros continentes. Pertence à família Fabaceae, seus frutos são vagens de formato afilado,

dentro dos quais se desenvolvem as sementes. A exploração comercial tem por finalidade o aproveitamento das vagens produzidas pela planta em seu estado imaturo. Nesse estágio, as vagens são utilizadas na alimentação de várias formas, podendo ser industrializadas ou consumidas “in natura”, o que o diferencia dos outros feijões (EMBRAPA, 2007; FILGUEIRA, 2003; PEIXOTO e CARDOSO, 2016).

Em comparação com as culturas cultivadas em sistemas convencionais, à medida que aumenta a demanda e os preços elevados por produtos orgânicos, muitos produtores são atraídos pela agricultura orgânica, os quais buscam agregar valor e qualidade em seus produtos (VIDAL et al., 2018). A produção de feijão-vagem no sistema orgânico tem sido realizada sem muitas dificuldades, pois, quando as plantas são tratadas como parte integrada de um sistema, elas estão menos expostas a pragas e doenças, visto que os inimigos naturais exercem o papel o controle com eficiência (PEIXOTO e CARDOSO, 2016).

Além do manejo adequado, pode-se salientar como fator determinante para o rendimento o ambiente, o que de acordo com Gomes et al. (2016), o desempenho produtivo do feijão-vagem arbustivo depende do genótipo e do meio ambiente. Vidal et al. (2018) contribuindo com está discussão, destacam as cultivares de feijão-vagem Festina, Tendergreen Improved e Commodore Improved, sendo aquelas que mais se destacaram no número de vagens por planta e em produtividade, logo, apresentaram alto potencial para serem utilizadas no sistema orgânico de cultivo em Anápolis, GO.

O consumo e a produção de alimentos orgânicos vêm crescendo de forma rápida no Brasil mudando até então a posição que ele ocupava com comidas industrializadas. Os indicadores mais recentes mostram que atualmente existem cerca de 2 milhões de agricultores orgânicos no mundo cujo faturamento anual chega a 60 bilhões de dólares (IFOAM, 2016). E o mais interessante: 80% destes produtores estão localizados em países em desenvolvimento, como o Brasil. Os consumidores se preocupam em ser saudável, entretanto, existem vários motivos que explicam esse

crescimento, sendo: críticas sobre o modelo alimentar convencional, o abundante uso agroquímicos e os efeitos negativos com a saúde e o meio ambiente.

Atrelado ao que tem sido discutido até o momento e visando menos impacto ambiental, o uso de adubo organomineral vem ganhando destaque nas áreas de cultivo. Nas últimas décadas questões ambientais vem sendo abordadas, com objetivo e com a necessidade de ser desenvolvida e produzida em uma forma sustentável. Com isso, mudanças do modelo de produção vem sendo realizado na agricultura orgânica (PERES et al., 2020). Portanto, o presente trabalho se baseia na relevância de investigar o desempenho quanto ao rendimento e qualidade de linhagens de feijão-vagem, com crescimento indeterminado, em sistemas de produção convencional e orgânico, no município de Ipameri, GO.

Material e Métodos

O presente trabalho foi realizado para o município de Ipameri-GO com latitude 17º 43’ 29” S; longitude 48º9’ 35” W; altitude 766 m. A pesquisa foi desenvolvida no segundo semestre de 2019. Foi utilizado o delineamento em blocos casualizados com 4 blocos e 10 tratamentos, tendo em cada parcela 20 plantas disposta em 5 m, no espaçamento de 1 m x 0,25 m, sendo as plantas fixadas por fitilhos plásticos, apoiados em fios de arames, sendo o superior no topo das estacas e o inferior a 10 cm acima do solo, onde foram fixadas mangueiras gotejadoras para irrigação quando era necessário.

Na preparação para o plantio entre 30 e 40 dias antes da semeadura, foi incorporado o composto que foi misturado com a matéria orgânica que obtinha todos os nutrientes necessários para planta e foi curtido, e nesse tempo foi preparado o terreno para implantação do experimento. Para preparar a área, foram semeadas, de forma alternada, nabo e forrageiro de feijão de porco, no espaçamento de 50 cm entre

fileiras. O nabo forrageiro, foi ceifado no período de florescimento, e deixado sobre o solo, onde foi aberto o sulcos de semeadura. A adubação foi feita com 600 kg de ha^{-1} de termofosfato Yoorin, Master, aplicado no sulco de plantio na data da semeadura. Em cobertura aos 21 dias após a semeadura, foi aplicado 30 m^3 ha^{-1} de composto produzido a partir da folhas e cama de frango.

Resultados e Discussão

Os genótipos diferiram quanto ao número de plantas por parcela, em função da emergência de campo que mostrou diferenças fisiológicas entre os mesmos, apesar de terem a mesma idade após colheita e condições de armazenamento. As linhagens UEG 0412 e UEG 0712 tiveram os piores desempenhos, seguidas da cultivar Favorito e as linhagens UEG 0612, UEG 1012 e UEG 3512. As demais se igualaram quanto essa variável. Em função do baixo stand a linhagem UEG 0412 foi a menos produtiva (Tabela 1).

Tabela 1. Número de plantas por parcela (STAND), produtividade de vagens comerciáveis, número de vagens por planta, e peso médio das vagens comerciáveis. Ipameri-GO 2020.

Genótipo	STAND	Produtividade t ha^{-1}	Número de vagens por planta	Peso médio de vagens (g)
Favorito	17,8 b	18,34 a	67,25 a	9,39 b
UEG 0412	3,3 c	2,96 b	76,50 a	7,60 c
UEG 0612	19,8 b	18,31 a	58,25 b	9,84 a
UEG 0712	8,8 c	12,57 a	82,25 a	10,87 a
UEG 0912	29,3 a	17,51 a	42,50 b	8,93 b
UEG 1012	22,3 b	15,79 a	41,00 b	10,20 a
UEG 1312	26,5 a	14,05 a	39,75 b	9,00 b
UEG 0714	30,0 a	16,94 a	44,75 b	8,64 b
UEG 2514	26,0 a	16,37 a	49,75 b	7,98 c
UEG 3512	21,8 b	17,00 a	49,50 b	9,17 b

CV %	19,71	22,85	29,00	7,62

Médias seguidas da mesma letra, na coluna, não diferem entre si pelo teste de Scott-Knott, ao nível de 5% de probabilidade de erro.

Apesar da diferença de stand os demais genótipos se igualaram em produtividade, considerada alta para a cultura, incluindo a testemunha Favorito, mostrando que as linhagens, com exceção de UEG 0412,que foi prejudicada pela diferença de vigor, tem potencial para utilização no sistema orgânico.

As linhagens tratamentos UEG 0612, UEG 0712 e UEG 1012 apresentaram os maiores pesos médios, enquanto que UEG 0412 e UEG 2512 menor massa média. A cultivar Favorito e as demais linhagens ficaram intermediarias quanto a essa variável.

Considerações Finais

Com exceção de o UEG 0412, as linhagens, sendo liberadas como novas cultivares, mostraram-se promissoras, quanto à produção comercial.

Agradecimentos

Em primeiro lugar, a Deus, por ter permitido que eu tivesse saúde determinação para não desanimar durante a realização deste experimento. À UEG pela possibilidade de treinamento em pesquisa e pela concessão de bolsa de iniciação científica.

Referências

BARILI, L.D.; VALE, N.M. do.; MORAIS, P.P.P.; BALDISSERA, J.N. da C.; ALMEIDA, C.B.de; ROCHA, F. da; VALENTINI, G.; BERTOLDO, J.G.; COIMBRA,

J.L.M.; GUIDOLIN, A.F. Correlação fenotípica entre componentes do rendimento de grãos de feijão comum (Phaseolus vulgaris L.). Semina: Ciências Agrárias, v.32, n.4, p.1263-1274, 2011.

EMBRAPA. **Feijão-de-vagem**. Embrapa Hortaliça. 2017. Disponível em: <http://www.cnph.embrapa.br/paginas/dicas_ao_consumidor/feijao_de_vagem .htm>. Acesso em: 13 ago. 2020.

FILGUEIRA, F.A.R. **Novo Manual de Olericultura:** agrotecnologia moderna na produção e comercialização de hortaliças. 2a edição revista e ampliada. Viçosa: UFV, 2003. 412p.

GOMES, G.R.; MORITZ, A.; FREIRIA, G.H.; FURLAN, F.F.; TAKAHASHI, L.S.A. Desempenho produtivo de genótipos de feijão-vagem arbustivo em dois ambientes. **Scientia Agropecuaria**, v.7, n.2, p.85-92, 2016.

IFOAM. Growth continues: 43.7 million hectares of organic agricultural land worldwide. Disponível em: <http://www.ifoam.bio/sites/default/files/press-releaseworld-2016-english.pdf>. Acesso em: 18 mar. 2016.

PEIXOTO, N., CARDOSO, A.I.I. Feijão-vagem. In: NASCIMENTO, W.M. **Hortaliças Leguminosas**. Brasilia-DF: Embrapa, 2016. v. 1, cap. 2, p. 61-86.

PERES, L.A.C.; TERRA, N.F.; REZENDE, C.F.A. Productivity of industrial tomato submitted to organo-mineral fertilization in cover. **Brazilian Journal of Development**, v.6, n.3, p.10586-10599, 2020.

VIDAL, V.L.; PEIXOTO, N.; SALES, R.N.; ASSUNÇÃO, A.; COELHO, M. Desempenho de cultivares de feijão-vagem arbustivo sob cultivo orgânico em Anápolis-GO. **Cadernos de Agroecologia,** v.13, n.1, p.1-5, 2018.

Síntese de poliésteres a partir das reações entre glicerol, ácido esteárico e ácido decanodióico

Gabriella Martins Andrade (IC)[1], Fabyana Aparecida Soares (PG)[1], Olacir Alves Araújo (PQ)[1]

***gabriella.martins22@outlook.com**

[1)] Universidade Estadual de Goiás – Campus Central

Resumo: O glicerol conhecido comercialmente como glicerina, é um líquido viscoso, incolor, inodoro e higroscópico, solúvel em água e álcool, insolúvel em éter e clorofórmio. É o principal subproduto gerado na produção de biodiesel, correspondendo a aproximadamente 10% do volume total. Apesar da indústria utilizar parte do glicerol gerado na produção de biodiesel ainda existem grandes quantidades estocadas sem uma destinação final. E com isso faz-se necessária a busca de novas alternativas para sua utilização. Este trabalho visou investigar as reações de condensação do glicerol com o ácido esteárico, originando o glicerol funcionalizado e a reação de policondensação do glicerol funcionalizado com o ácido decanodióico. Os produtos obtidos foram caracterizados por meio de espectroscopia na região do infravermelho e termogravimetria. Os resultados obtidos por meio da análise termogravimétrica mostraram que os produtos obtidos apresentaram uma estabilidade térmica maior que os materiais de partida e a caracterização da amostra evidenciou que houve a esterificação do glicerol. Na etapa da policondensação foi observada a formação dos produtos com o GF 0,75; GF 1 e glicerol.

Palavras-chave: Glicerol. Espectro Infravermelho. Termogravimetria. Glicerol Funcionalizado.

Introdução

O biodiesel é um combustível renovável produzido a partir de óleos vegetais, gordura animal, ou ceras. Sua estrutura química é aquela de um éster alquílico de ácidos graxos (GUIMARÃES, et al., 2018). Pelo fato de ser produzido inteiramente a partir de óleos vegetais ou gordura animal, é renovável, benéfico ao meio ambiente, biodegradável, contém pouca quantidade de enxofre e não contém hidrocarbonetos aromáticos policíclicos ou resíduos de óleo cru (FERNANDES, et al, 2018). O processo dominante de produção do biodiesel, a transesterificação, envolve a

reação de um álcool alquílico (geralmente metanol) com o óleo vegetal ou gordura animal, na presença de um catalisador para produzir o éster alquílico (biodiesel) e glicerol (ou glicerina) como subproduto (TORRES e CHAVES, 2019).

O glicerol é o principal subproduto gerado na produção de biodiesel, correspondendo a aproximadamente 10% do volume total de biodiesel (ORO, et al., 2019). O glicerol que recebe o nome comercial glicerina, é um líquido viscoso, incolor, inodoro e higroscópico, solúvel em água e álcool, insolúvel em éter e clorofórmio. (RODRIGUES, et al., 2019). Dentre as novas aplicações do glicerol no Brasil, tem-se a produção de propeno, utilizado na produção de polipropileno, que encontra aplicação na indústria de automóveis, eletrodomésticos, produção de ração para alimentação animal, produção de etanol e hidrogênio por processos biotecnológicos, produção de ácido fórmico a partir da oxidação do glicerol, além da sua polimerização e produção de aditivos de combustíveis (EZE e HARVEY, 2018; RODRIGUES, et al. 2019; LEMOS, 2018).

A adição de ésteres de glicerol no diesel visa melhorar sua cetanagem, uma vez que o aumento de aditivos melhora o desempenho do combustível, facilitando a partida a frio do motor (MOTA, et al., 2009). Assim, o uso eficiente do glicerol está se tornando, na atualidade, um ramo de pesquisa promissor. Nesse sentido, os processos de esterificação para a síntese de aditivos de combustíveis são considerados como vias promissoras para a conversão de glicerol em produtos de maior valor agregado.

Material e Métodos

Reação de condensação entre o glicerol e o ácido esteárico (funcionalização)

Nas reações de condensação entre o glicerol e o ácido esteárico foi utilizado um reator tipo Kettle de 1,0 L ao qual foi acoplado um tubo de Dean Stark e um condensador de bolas, resfriado por meio de um banho termostático. Ao reator foram adicionadas quantidades pré-determinadas de glicerol, ácido esteárico e catalisador.

O cálculo da quantidade dos reagentes teve como parâmetro 25,0 mL de glicerol, teor de ácido esteárico na proporção molar glicerol:ácido esteárico igual a 1, usando como catalisador o Nafion 417®, o qual trata-se de uma membrana perfluorinada e reforçada com politetrafluoroetileno (PTFE) sulfonado, na forma de fita de 1cm². O sistema reacional foi aquecido, em manta aquecedora, com o limite máximo de 180 °C, mantendo nessa durante 5 horas.

Reação de policondensação entre o glicerol funcionalizado e ácido decanodióico (sebácico)

As reações de policondensação entre o glicerol funcionalizado e o ácido decanodióico foram conduzidas no mesmo sistema usado nas reações de funcionalização do glicerol. Aos sistemas contendo o glicerol funcionalizado foram adicionadas quantidade de ácido decanodióico na proporção molar glicerol: ácido decanodióico de 1:1, tendo como parâmetro os 25,0 mL de glicerol iniciais, e usando como catalisador Nafion 417®. O sistema reacional foi aquecido, em manta aquecedora, até temperatura máxima de 180°C, mantendo nestas condições durante 5 h, sendo que o fim da reação evidenciada pela diminuição na quantidade de água eliminada.

Caracterização das amostras

As amostras foram caracterizadas por espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho, utilizando um espectrômetro Perkin Elmer, modelo Spectrum Frontier, e análise termogravimétrica, usando um equipamento Perkin Elmer modelo Pyris 1 TGA no CAITEC, ambos no Centro de Análises, Inovação e Tecnologia da UEG, CAITEC.

Resultados e Discussão

Reação de condensação entre o glicerol e o ácido esteárico (funcionalização)

Os produtos gerados na reação da condensação do glicerol variando a proporção de ácido esteárico, denominados de glicerol funcionalizado, possuem como

subproduto da reação à água sendo coletada durante toda a reação, sendo também um indicativo de que a reação está ocorrendo correlacionando o fim da reação ao fim da produção de água. Os produtos formados possuem aspecto ceroso e o tempo da reação foi de 5 horas. Inicialmente para as reações utilizou-se o catalisador acetil acetonato de manganês 0,1% e o Nafion 417®, porém o rendimento das reações foram maiores com o Nafion 417®, então optou-se pela utilização somente desse catalisador para realização das sínteses. Após a realização das sínteses os produtos gerados, glicerol funcionalizado – GF, foram caracterizados qualitativamente por meio das técnicas de espectroscopia vibracional de absorção na região de infravermelho e análise termogravimétrica.

Na Figura 1 está o espectro vibracional de absorção na região do infravermelho por transformada de Fourrier (FTIR) do glicerol. Nesse espectro pode-se observar a banda larga centrada em 3392 cm^{-1}, que é atribuída ao estiramento da ligação O—H de álcool. As bandas em 2944 e 2882 cm^{-1} são características dos estiramentos assimétrico de C—H em -CH_2 e simétrico de C—H terciário (metina), respectivamente. A banda em 1639 cm^{-1} é atribuída a deformação angular da ligação O—H e as bandas de absorção em 1116 e 1053 cm^{-1} são atribuídas ao estiramento C—O de álcoois saturados secundário e primário, respectivamente.

Figura 1: Espectro vibracional de absorção na região do infravermelho do glicerol.

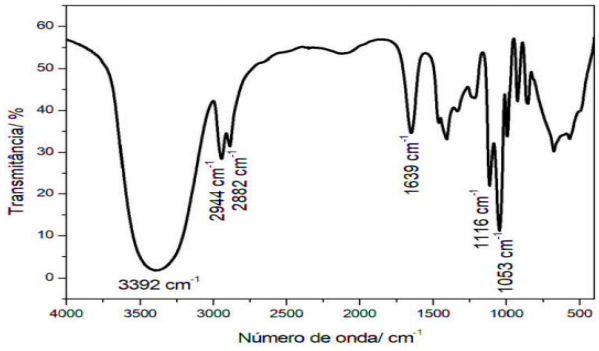
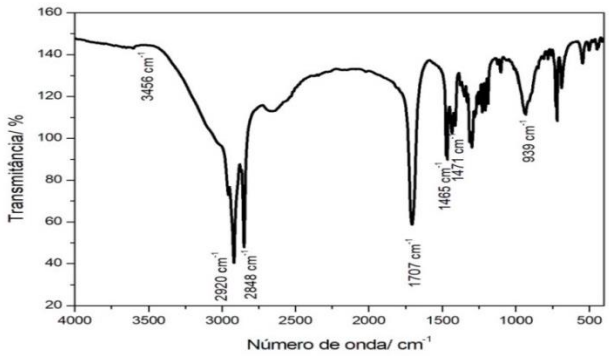


Figura 2: Espectro vibracional de absorção na região do infravermelho do ácido esteárico.

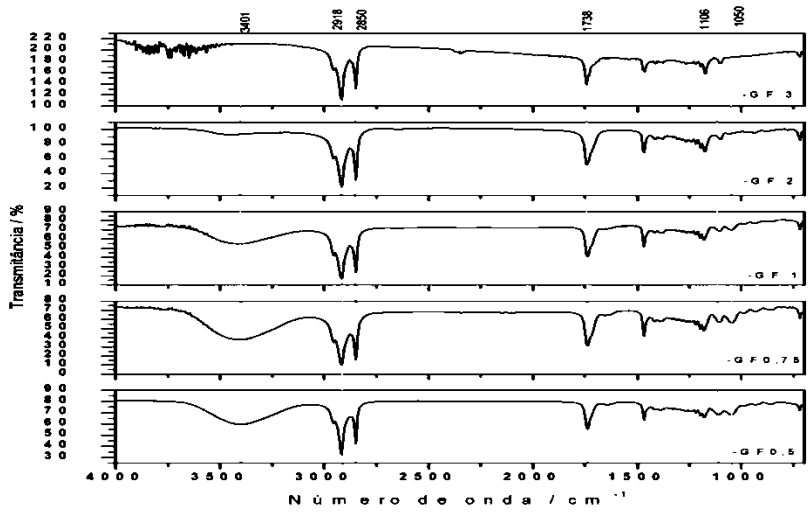


A Figura 2 apresenta o espectro vibracional de absorção no infravermelho do ácido esteárico. Nesse espectro pode-se observar uma banda larga em aproximadamente 3456 cm^{-1} característica do estiramento O—H de ácido carboxílico. As absorções em aproximadamente 2920 e 2848 cm^{-1} correspondem aos estiramentos C—H de grupos metila e metileno. A banda em 1707 cm^{-1} foi atribuída ao estiramento C=O do grupo carboxílico, e foi usado como referência para monitorar a ocorrência da funcionalização do glicerol, por meio da formação de C=O de grupo éster que apresenta a absorção deslocada para maior número de onda. A banda em 1465 cm^{-1} é característica de dobramento angular simétrico no plano tipo tesoura (*scissoring*) de C—H em CH_2. A banda em 1406 cm^{-1} pode ser atribuída ao dobramento angular simétrico fora do plano tipo balanço (*wagging*) de C—H em CH_2 e o dobramento angular assimétrico no plano (*rocking*) de C—H em CH_2 é evidenciado pela presença da banda em 735 cm^{-1}. As bandas localizadas em 1280 e 939 cm^{-1} foram atribuídas respectivamente às absorções de estiramento C—O e dobramento fora do plano de C—O—H de ácidos carboxílicos.

A Figura 3 apresenta os espectros vibracionais de absorção na região do infravermelho dos produtos gerados na reação de condensação do glicerol variando a proporção de ácido esteárico. A banda de estiramento C=O do ácido esteárico foi observada em 1707 cm^{-1}, já no espectro dos produtos essa absorção foi observada em 1737 cm^{-1}, esse deslocamento indica a conversão do grupo carboxílico em grupo éster. Verificou-se também que com o aumento da concentração do ácido ocorre a diminuição na intensidade relativa da banda em 3400 cm^{-1} que é característica de estiramento O—O, assim como a banda em 1639 cm^{-1} associada à deformação angular da ligação O—H no glicerol. Esses resultados indicam que uma maior quantidade de ácido favorece a funcionalização de mais de uma hidroxila do glicerol. No entanto, nos espectros das amostras das sínteses correspondentes aos maiores teores de ácido nota-se um ombro em torno de 1700 cm^{-1}, indicando presença de

ácido esteárico que não reagiu. Os estiramentos da ligação C—O de álcool secundário e primário localizam-se respectivamente em 1109 e 1046 cm^{-1}. No espectro do glicerol a banda em 1046 cm^{-1} apresenta maior intensidade relativa, no entanto, nos produtos a banda em 1106 cm^{-1} possui maior intensidade relativa, indicando a diminuição na quantidade de ligações C—O de álcool primário e sugerindo maior facilidade de a reação ocorrer em O—H do álcool primário.

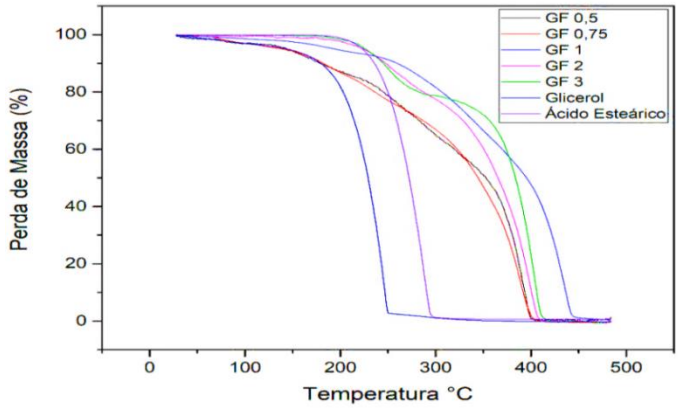
Figura 3: Espectros vibracionais de absorção na região do infravermelho do glicerol funcionalizado com ácido esteárico.



Na Figura 4 estão as curvas termogravimétricas das amostras de glicerol, ácido esteárico e glicerol funcionalizado nas proporções molares de 0,5, 0,75, 1, 2 e 3. Na curva do glicerol, observa-se que a curva apresenta um estágio de perda de massa que inicia em 140 ºC e termina em 255 ºC, com velocidade máxima de perda de massa em 246 ºC, e 100% de perda de massa. A perda de massa em uma etapa e a inclinação instantânea na curva indica uma taxa de perda de massa relativamente rápida, sugerindo que o evento térmico está associado principalmente à vaporização por ebulição do glicerol, ocorrendo também decomposição térmica simultânea. Na curva do ácido esteárico observou-se uma etapa com 100% de

perda de massa, iniciando em 250 ºC e terminado em 300 ºC, com velocidade de perda máxima em 286 ºC. O perfil da curva apresenta uma inclinação rápida, que é característica de eventos térmicos associados à vaporização por ebulição. Portanto, a perda de massa foi atribuída principalmente à vaporização do composto por ebulição. Já os produtos GF 0,5; GF 0,75; GF 1; GF 2; GF 3 apresentaram, respectivamente, temperatura de velocidade máxima de volatilização de 394, 388, 404, 398 e 405 °C. Esses valores indicam um aumento na temperatura máxima de volatilização, demostrando que o glicerol funcionalizado possui estabilidade térmica maior que as substâncias precursoras.

Figura 4: Curvas termogravimétricas do ácido esteárico, do glicerol, e das amostras do glicerol funcionalizado.



Nas curvas das amostras GF 2 e 3 observou-se 2 etapas de perda de massa, 3 etapas na amostra 0,5 e 0,75, e 4 etapas na amostra 1. De uma forma geral, observa-se o aumento na estabilidade térmica em todas as amostras de GF quando comparados com os constituintes puros, glicerol e ácido esteárico, indicando que houve a formação de uma nova espécie química, nesse caso o glicerol funcionalizado com ácido esteárico. As inclinações das curvas mostram que a taxa de perda de massa ocorre gradativamente, indicando a ocorrência de diferentes eventos térmicos, como a liberação de mais de um tipo de espécie química por

etapa. Na amostra GF 0,5 a primeira etapa de 71-210 ºC, com 14,10% de perda de massa, foi atribuída a vaporização simultânea de água e do glicerol, a segunda etapa de 210-339 ºC, com 31,90% de perda de massa, foi atribuída à vaporização do glicerol em excesso, a terceira etapa de 339-420 ºC, com 54,00% de perda de massa, foi atribuída à decomposição térmica. Na amostra GF 0,75, a primeira etapa de 107-215 ºC, com 15,80 % de perda de massa, foi atribuída a vaporização simultânea de água e glicerol em excesso, a segunda etapa de 215-308 ºC, com 19,70% de perda de massa, corresponde vaporização parcial da amostra, e a terceira etapa na faixa de 308-428 ºC, com 64,50% de perda de massa, foi atribuída à decomposição térmica. Na amostra GF 1, a primeira etapa de 135-237 ºC, com 6,43% de perda de massa, foi atribuída a vaporização simultânea de água e glicerol que não reagiu, a segunda etapa de 237-294 ºC, com 10,70% de perda de massa, corresponde à vaporização parcial da amostra, e a terceira etapa na faixa de 394-356 ºC, com 18,56% de perda de massa, corresponde a vaporização parcial da amostra, e a quarta etapa na faixa de 356-461°C, com 64,31% de perda de massa, foi atribuída à decomposição térmica. Na amostra GF 2, a primeira etapa de 168-305 ºC, com 23,71% de perda de massa, foi atribuída a vaporização do ácido esteárico em excesso, a segunda etapa de 305-429 ºC, com 76,29% de perda de massa foi atribuída à vaporização da amostra com a ocorrência simultânea de decomposição térmica. Na amostra GF 3, a primeira etapa de 188-307 ºC, com 21,84% de perda de massa, foi atribuída a vaporização do ácido esteárico em excesso, a segunda etapa de 307-444 ºC, com 78,16% de perda de massa foi atribuída à vaporização da amostra com a ocorrência simultânea de decomposição térmica. Os resultados de análise térmica sugerem a presença de água residual nas amostras, originada como subproduto das reações de condensação e que não foi completamente eliminada. Sugerem também a existência de frações de glicerol que não reagiu, associado à fração de água, a qual diminui com o aumento do teor de ácido esteárico. Estes resultados são coerentes com aqueles obtidos por FTIR.

Reação de policondensação entre o glicerol funcionalizado e ácido decanodióico (sebácico)

Para realização da policondensação foi utilizado como referência 25,00 mL de glicerol e também se optou pela continuidade do catalisador Nafion 417®. Foi inicialmente realizada uma síntese somente do glicerol com o ácido decanodióico, cuja fotografia do produto está apresentada na Figura 5. A reação durou aproximadamente 15 minutos, sendo coletado água durante o processo.

Figura 5: Fotografia do produto obtido da policondensação do ácido decanodióico com o glicerol.

Foi realizada a policondensação do GF 0,75 a reação durou cerca de 2,5 h levando a formação de um produto com aspecto de goma, e na policondensção do GF 1 a reação durou aproximadamente 5 h, observando a coleta de água até metade do tempo da síntese, o produto formado apresentou um aspecto mais ceroso. A diferença dos produtos pode-se supor que seja por meio das ligações cruzadas que ocorrem devido os grupos O—H do glicerol.

Considerações Finais

Por meio das análises dos espectros de infravermelho e análise termogravimétrica foi possível verificar a formação do glicerol funcionalizado, observando como a variação na concentração do ácido interfere nos produtos, e a

resistência térmica do produto ser maior que as dos materiais de partida. Na etapa da policondensação foi observada a formação dos produtos com o GF 0,75; GF 1 e glicerol como reagentes apesar de ter obtidos os produtos seria necessário análises mais detalhadas, como RMN, para saber as características dos poliésteres gerados.

Agradecimentos

BIT/UEG – Bolsas de Iniciação Tecnológica da UEG

Referências

Eze, V. C.; Harvey, A. P. Continuous reactive coupling of glycerol and acetone – A strategy for triglyceride transesterification and in-situ valorisation of glycerol by-product. **Chemical Engineering Journal**, 347, 41–51, 2018.

Fernandes, C. H. M.; Yamasaki, M. M.; Silva, F. L.; Vasconcelos, V. M.; Rocha, R. S.; Lanza, M. R. V.; Castilho, M.; Dall'Óglio, E. L; Terezo, A. J. Tratamento eletroquímico de efluente da produção de biodiesel usando um eletrodo do tipo ade: Ti/IrO_2-Nb_2O_5. **Química Nova**, 41 (1), 17-22, 2018.

Guimarães, C. C.; dos Santos, V. M. L; Cortez, J. W.; dos Santos, L. D. G. Redução da emissão de material particulado em função da inserção de misturas do biodiesel de soja e mamona ao diesel. **Eng Sanit Ambient**, 23 (2), 355-362, 2018.

Lemos, C. O. T. Estudo da eterificação catalítica de glicerol em reator contínuo. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Programa de Pós-Graduação em Enegraria Química da Universidade Federal de Uberlândia – Minas Gerais.

Mota, C. J. A.; da Silva, C. X. A.; Gonçalves, V. L. C., Gliceroquímica: novos produtos e processos a partir da glicerina de produção de biodiesel. **Química Nova**, 32 (3), 639-648, 2009.

Oro, C. E. D.; Bonato, M.; Oliveira, J. V.; Tres. M. V.; Mignoni, M. L.; Dallago, R. M. A new approach for salts removal from crude glycerin coming from industrial biodiesel production unit. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, 7, 1-6, 2019.

Rodrigues, C. V.; Nespeca, M. G.; Sakamoto, I. K.; de Oliveira, J. E.; Varesche, M. B. A.; Maintinguer, S. I. Bioconversion of crude glycerol from waste cooking oils into hydrogen by sub-tropical mixed and pure cultures. **International Journal of Hydrogen Energy**, 44, 144-154, 2019.

Torres, N. B. D.; Chaves, G. L. D. Uma abordagem de dinâmica de sistemas para a avaliação do biodiesel: uma revisão bibliométrica. **Res. Soc. Dev**., 8(2), 1-18, 2019.