



A CIÊNCIA DOS ALIMENTOS



EDITORA CONHECIMENTO LIVRE

Frederico Celestino Barbosa

A ciência dos alimentos

1ª ed.

Piracanjuba-GO
Editora Conhecimento Livre
Piracanjuba-GO

1ª ed.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Barbosa, Frederico Celestino
B238A A ciência dos alimentos

/ Frederico Celestino Barbosa. – Piracanjuba-GO

Editora Conhecimento Livre, 2023

58 f.: il

DOI: 10.37423/2023.edcl712

ISBN: 978-65-5367-312-0

Modo de acesso: World Wide Web

Incluir Bibliografia

1. nutrição 2. regulação 3. energia I. Barbosa, Frederico Celestino II. Título

CDU: 613

<https://doi.org/10.37423/2023.edcl712>

O conteúdo dos artigos e sua correção ortográfica são de responsabilidade exclusiva dos seus respectivos autores.

EDITORIA CONHECIMENTO LIVRE

Corpo Editorial

MSc Edson Ribeiro de Britto de Almeida Junior

MSc Humberto Costa

MSc Thays Merçon

MSc Adalberto Zorzo

MSc Taiane Aparecida Ribeiro Nepomoceno

PHD Willian Douglas Guilherme

MSc Andrea Carla Agnes e Silva Pinto

MSc Walmir Fernandes Pereira

MSc Edisio Alves de Aguiar Junior

MSc Rodrigo Sanchotene Silva

MSc Wesley Pacheco Calixto

MSc Adriano Pereira da Silva

MSc Frederico Celestino Barbosa

MSc Guilherme Fernando Ribeiro

MSc. Plínio Ferreira Pires

MSc Fabricio Vieira Cavalcante

PHD Marcus Fernando da Silva Praxedes

MSc Simone Buchignani Maigret

Dr. Adilson Tadeu Basquerote

Dra. Thays Zigante Furlan

MSc Camila Concato

PHD Miguel Adriano Inácio

MSc Anelisa Mota Gregoleti

PHD Jesus Rodrigues Lemos

MSc Gabriela Cristina Borborema Bozzo

MSc Karine Moreira Gomes Sales

Dr. Saulo Cerqueira de Aguiar Soares

MSc Pedro Panhoca da Silva

MSc Helton Rangel Coutinho Junior

MSc Carlos Augusto Zilli

MSc Euvaldo de Sousa Costa Junior

Dra. Suely Lopes de Azevedo

MSc Francisco Odecio Sales

MSc Ezequiel Martins Ferreira

MSc Eliane Avelina de Azevedo Sampaio

CAPÍTULO 1	5
EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL, TÉRMICA E ÓPTICA DOS COMPOSTOS QUÍMICOS PRESENTES NA PITAYA (HYLOCEREUS POLYRHIZUS)	
João Gomes de Oliveira Neto	
Jad Lorena Feitosa Simplicio	
Marinaldo Vilar de Souza Júnior	
Kamila Rodrigues Abreu	
Otávio Cândido da Silva Neto	
Jailton Romão Viana	
Francisco Dimitre Rodrigo Pereira Santos	
Carla Fregona da Silva	
Denúsia Maria de Moraes Alves	
Adenilso Oliveira dos Santos	
DOI 10.37423/230407567	
CAPÍTULO 2	17
DESENVOLVIMENTO DE PRESUNTO DEFUMADO A PARTIR DE CMS DE TAMBAQUI (COLOSSOMA MACROPOMUM)	
Fabiola Helena dos Santos Fogaca	
Francimeire Bezerra de Albuquerque	
Karla Fernanda da Silva Freitas	
DOI 10.37423/230407581	
CAPÍTULO 3	25
INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SECAGEM DE SEMENTES DE NIM (AZADIRACHTA INDICA) NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO OBTIDO POR EXTRAÇÃO MECÂNICA	
Evelly Degraf Terra Parckert	
José Roberto Delalibera Finzer	
DOI 10.37423/230407600	

Capítulo 1



10.37423/230407567

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL, TÉRMICA E ÓPTICA DOS COMPOSTOS QUÍMICOS PRESENTES NA PITAYA (HYLOCEREUS POLYRHIZUS)

João Gomes de Oliveira Neto

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Jad Lorena Feitosa Simplicio

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Marinaldo Vilar de Souza Júnior

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Kamila Rodrigues Abreu

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Otávio Cândido da Silva Neto

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Jailton Romão Viana

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Francisco Dimitre Rodrigo Pereira Santos

*Unidade de Ensino Superior do Sul do
Maranhão - Unisulma*

Carla Fregona da Silva

*Unidade de Ensino Superior do Sul do
Maranhão - Unisulma*

Denúsia Maria de Moraes Alves

*Unidade de Ensino Superior do Sul do
Maranhão - Unisulma*

Adenilso Oliveira dos Santos

*Universidade Federal do Maranhão - campus
avançado de Imperatriz*

Resumo: A pitaya vermelha, considerada uma fruta exótica e rica em compostos fitoquímicos e bioativos, tem despertado interesse nas indústrias alimentícias no processo de extração de pigmentos, devido à presença de betalaínas e apresentar uma cor atraente. Nesse contexto, a presente pesquisa teve como objetivo a obtenção de um extrato aquoso da pitaya vermelha (*Hylocereus polyrhizus*), bem como a investigação da presença de compostos fitoquímicos por análises qualitativas e quantitativas. Além disso, um estudo abrangente abordando as propriedades estruturais, térmicas e espectroscópicas foi realizado para uma caracterização físico-química do fruto. O padrão de difração de raios X indicou que o material apresenta uma estrutura amorfa com presença de dois halos relacionados aos compostos moleculares antocianinas, antocianidinas, flavonóides e xantonas, encontrados em extratos aquosos da fruta. As análises térmicas apontaram que o extrato possui estabilidade até 50 °C e acima disso, eventos de decomposição dos compostos carbônicos foram observados. O ensaio óptico-eletrônico apresentou bandas de absorção referentes a compostos de catequinas em torno de 250 a 315 nm e betacianinas em 380 a 630 nm. A presença de mais compostos orgânicos foi verificada por meio de análises fitoquímicas, tais como antocianidinas, antocianinas, catequinas, fenóis e xantonas, que mostraram reações positivas para os testes, enquanto que apenas o grupo das saponinas exibiu uma reação negativa. Por fim, o teor do conteúdo fenólico total indicou a presença de compostos fenólicos, tais como ácidos fenólicos, galotaninos e elagitaninos que são tipos de polifenóis. Portanto, o presente estudo mostrou que o extrato de pitaya vermelha (*Hylocereus polyrhizus*) apresenta propriedades promissoras visando o desenvolvimento de biomateriais e bioprodutos, devido seus inúmeros compostos serem considerados antioxidantes.

Palavras-chave: Pitaya; Compostos fitoquímicos; Fenóis; Difração de raios X; Análises térmicas e espectroscópicas.

INTRODUÇÃO

A pitaya, conhecida como fruto do dragão, é um fruto exótico tropical que provém de várias espécies de cactos. É nativa da América Central, mas é amplamente cultivada em regiões tropicais e subtropicais em todo o mundo (BHAT & PALIYATH, 2016). Dependendo da espécie, a pitaya tem uma pele exterior rosa ou vermelha brilhante com escamas verdes, a polpa no seu interior é branca (*Hylocereus undatus*) ou vermelha (*Hylocereus polyrhizus*) com minúsculas sementes pretas (SILVA, 2014). No entanto, a mais conhecida é a pitaya vermelha, espécie *Hylocereus polyrhizus*, por possuir uma variedade de fitoquímicos, compostos bioativos, fonte de aditivos naturais, atividade anti-inflamatória e antimicrobiana (FATHORDOOBADY, 2016; LUO et al., 2014; LIRA et al., 2019).

Pela escolha popular como um alimento funcional, o fruto apresenta um sabor suave, ligeiramente doce e é frequentemente descrito como sendo semelhante ao kiwi ou à pêra (MOßHAMMER et al., 2005). A pitaya vermelha contém componentes importantes, como vitamina B1, B2, B3, vitamina C, fitoalbumina, glicose e pigmentos naturais de betalaínas, o que a configura como um fonte rica de agentes antioxidantes, dada a presença de compostos como o ácido ascórbico, fibras, carotenóides e polifenóis (LUO et al., 2014; ROHIN et al., 2014; ARIFFIN et al., 2009).

Compostos polifenólicos têm sido estudados como antioxidantes, na qual estão associados a benefícios para a saúde (MACHADO et al., 2021). Os compostos fenólicos e polifenólicos podem fornecer respostas de sabor que vão desde as chalconas doces e alguns flavonóides glicosilados até compostos de taninos amargos e adstringentes. A investigação epidemiológica demonstrou uma ligação entre o consumo elevado de frutas e legumes e a diminuição dos riscos de neoplasia maligna. O consumo de frutos tem sido associado à redução do risco de doenças cardiovasculares. A cardioproteção tem sido na maioria das vezes associada a flavonóides e polifenóis antioxidantes (SOTO-VACA et al., 2012; MACHADO et al., 2021).

Estudos demonstraram que a ingestão média de compostos polifenólicos na dieta é de 780 mg/dia para as mulheres e 1058 mg/dia para os homens, sendo metade destes compostos de hidroxicinamatos, 20-25% de flavonóides totais e aproximadamente 1% de antocianinas. Existem atualmente pesquisas de que os polifenóis dos frutos silvestres são absorvidos em vários graus no corpo e proporcionam benefícios positivos aos humanos, no entanto, é necessário realizar mais investigação para determinar quais os compostos ou combinações de compostos que proporcionam os benefícios (SOTO-VACA et al., 2012; LIRA et al., 2019) estão presentes nas frutas.

Neste contexto, a presente pesquisa teve como objetivo a obtenção de um extrato aquoso da pitaya vermelha (*Hylocereus polyrhizus*), bem como a investigação da presença de compostos fitoquímicos por análises qualitativas e quantitativas. Além disso, um estudo conciso abordando as propriedades estruturais, térmicas e espectroscópicas foi conduzido para melhor compreensão das características físico-químicas deste produto.

METODOLOGIA

Esta pesquisa foi desenvolvida no campus avançado da Universidade Federal do Maranhão (UFMA) em parceria com a Unidade de Ensino Superior do Sul do Maranhão (UNISULMA), na cidade Imperatriz/MA.

As frutas de pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) foram obtidas na feira local da cidade de Imperatriz/MA. Após a higienização, as mesmas foram descascadas e processadas em um liquidificador industrial para extração da polpa, em seguida foi feito o processo de separação da fase líquido/sólido por filtração como apresentado na Figura 1.



Figura 1. Procedimentos realizados para o processo de obtenção do extrato aquoso da pitaya (*Hylocereus polyrhizus*).

PROCESSO DE OBTENÇÃO DO EXTRATO DA FRUTA

Para obtenção do extrato aquoso da pitaya, cerca de 450 g da polpa foram submetidas ao processo extrativo com etanol (Sigma-Aldrich, > 99,5%), na proporção de polpa de pitaya/solvente 1:2 (m/v) sob agitação magnética constante (280 RPM) durante 30 min. Após esse período, a polpa de pitaya em meio etanólico foi filtrada utilizando papel filtro sob vácuo para remoção de partículas sólidas. A

solução de pitaya filtrada foi transferida para um balão de fundo redondo e concentrada a vácuo em um rotaevaporador (Marconi) a 40 °C. O extrato concentrado da pitaya foi obtido e em seguida submetido à secagem em uma estufa (GeneralMed) com temperatura controlada de 35 °C por 48 h. Depois de seco, o extrato de pitaya foi armazenado sob refrigeração (4 °C) para posteriores análises e caracterizações.

TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

A natureza estrutural do extrato obtido foi determinada a partir de um difratômetro PANalytical, modelo Empyrean, utilizando uma radiação Cu-K α (1,5418 Å) com tensão de 40kV e corrente de 40mA. O difratograma do material foi registrado na faixa angular de $2\theta = 5 - 60^\circ$, com passos de 0,02° e tempo de aquisição de 2 s.

ANÁLISE TERMOANALÍTICAS

Medidas de termogravimetria (TG) e análise térmica diferencial (DTA) foram realizadas simultaneamente em um analisador térmico DTG-60 da Shimadzu. As condições experimentais adotadas para esta caracterização foram baseadas em uma atmosfera inerte de nitrogênio com fluxo de ar de 100 mL/min, na faixa de temperatura de 30 a 900 °C sob taxa de aquecimento constante de 10 °C/min, utilizando aproximadamente 5,00 mg da amostra em um cadinho de alumina.

ANÁLISE ÓPTICA

A análise de espectroscopia de absorção na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) foi mensurada para verificação da absorvidade óptica da solução do extrato de pitaya. As medidas foram realizadas em um espectrofotômetro UV-Vis-NIR (Thermo Scientific - Evolution 220), utilizando-se cubetas de quartzo em uma região espectral com comprimentos de onda entre 190 e 900 nm.

ANÁLISES FITOQUÍMICAS

ENSAIOS FITOQUÍMICOS QUALITATIVOS

Análises fitoquímicas qualitativas foram realizadas de forma sistemática para identificação dos compostos: antocianidinas, antocianinas, catequinas, fenóis, saponinas e xantonas, baseadas nos métodos relatados por Matos, 2009. Esta metodologia é fundamentada na mudança de coloração das

soluções contendo a amostra, bem como a formação de precipitados. Para a verificação de compostos fenólicos foram adicionadas 3 gotas de uma solução de cloreto férrico (FeCl_3 - 0,1 M) em um tubo de ensaio contendo o extrato aquoso de pitaya e em seguida foi observada a variação de coloração por agitação manual. As antocianidinas, antocianinas, catequinas e xantonas, foram identificadas a partir de 3 tubos de ensaios com o extrato da amostra em diferentes tipos de pH (3, 8 e 11), na qual foi analisada a mudança de cor das soluções nos meios distintos. Por fim, as saponinas foram avaliadas por meio da dissolução do extrato da fruta em água sob agitação, onde foram averiguadas a presença de espumas para o teste positivo.

DETERMINAÇÃO DO CONTEÚDO FENÓLICO TOTAL

Foram dissolvidos 20 mg do extrato seco em 10 mL de etanol (70%) em um banho ultrassônico (solução estoque). Em seguida, amostras foram preparadas em triplicata contendo 2,8 mL de H_2O , 1 mL de carbonato de sódio, 100 μL da solução estoque e 100 μL de Folin-Ciocalteu. Para o branco (amostra isenta de extrato de pitaya) utilizou-se 2,9 mL H_2O , 1 mL de carbonato de sódio e 100 μL de Folin-Ciocalteu. As amostras foram solubilizadas e levadas ao abrigo da luz por 2 h. Após, fez-se a leitura das misturas em um espectrofotômetro UV-Vis (Gehaka UV-vis 340G) a 538 nm, similar a metodologia de Dutra et al., 2014.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 apresenta o padrão de DRX obtido para o extrato da pitaya (*Hylocereus polyrrhizus*) na faixa angular de 5 a 60° , 2θ . Conforme observado, o difratograma revela a presença de dois halos largos centralizados em torno de $2\theta=17^\circ$ (maior intensidade) e 35° (menor intensidade), que estão relacionados aos compostos moleculares antocianinas, antocianidinas, flavonóides e xantonas, encontrados em extratos aquosos da fruta. Além disso, a ausência de picos cristalinos no padrão de DRX indica que o material apresenta uma estrutura amorfa, provavelmente devido a celulose presente na amostra, em outras palavras, a interação entre os grupos químicos e o solvente presentes no extrato não propicia uma natureza ordenada atômica de longo alcance.

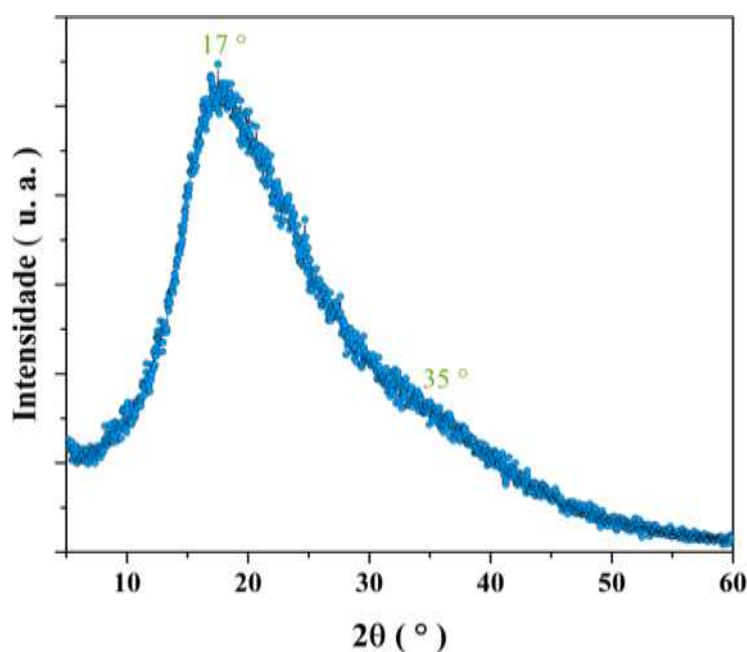


Figura 2. Padrão de DRX obtido para o extrato da pitaya (*Hylocereus polyrhizus*).

Além da caracterização estrutural, técnicas termoanalíticas possuem grande importância na área de ciência e engenharia de materiais, devido exibirem variadas propriedades térmicas, tais como: estabilidade, temperatura de decomposição, eventos físicos, calor específico, dentre outros. Nesse contexto, medidas de TG-DTA foram realizadas de forma simultânea e seus respectivos termogramas são mostrados na Figura 3.

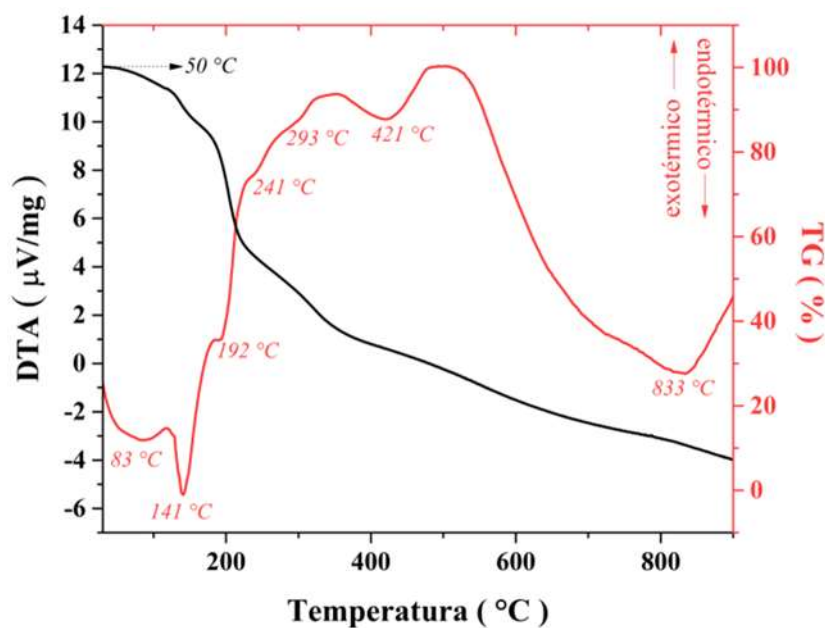


Figura 3. Curvas de TG-DTA obtidas para o extrato da pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) no intervalo de temperatura entre 30 a 900 °C.

A partir da curva TG (linha preta) é verificado que o extrato aquoso da pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) obtido apresenta estabilidade térmica até 50 °C, visto que em torno desta temperatura o material não apresenta variação de massa. Entretanto, acima deste valor é observado um decaimento acentuado conforme o aumento de temperatura. Esta perda de massa está associada a evaporação do solvente e a decomposição dos compostos carbônicos em vários estágios presentes no extrato da fruta. De forma complementar, os eventos endotérmicos destacados na curva DTA concordam com os dados extraídos da curva TG, sendo os dois primeiros eventos em 83 e 141 °C, relacionados a evaporação do solvente residual e estrutural, e os demais picos (192, 241, 293, 421 e 833 °C) correspondentes a fragmentação e decomposição das moléculas constituintes do extrato.

Visando explorar um pouco mais sobre os constituintes presentes no extrato aquoso obtido da pitaya (*Hylocereus polyrhizus*), um ensaio óptico-eletrônico por meio de espectroscopia UV-Vis foi conduzido para avaliar a absorção dos principais grupos aromáticos. Nesse contexto, a Figura 4 apresenta um espectro óptico registrado no intervalo de comprimento de onda entre 190 e 900 nm, onde é possível verificar a presença de 3 bandas de absorção largas localizadas em 270 nm (1), 288 nm (2) e 538 nm (3).

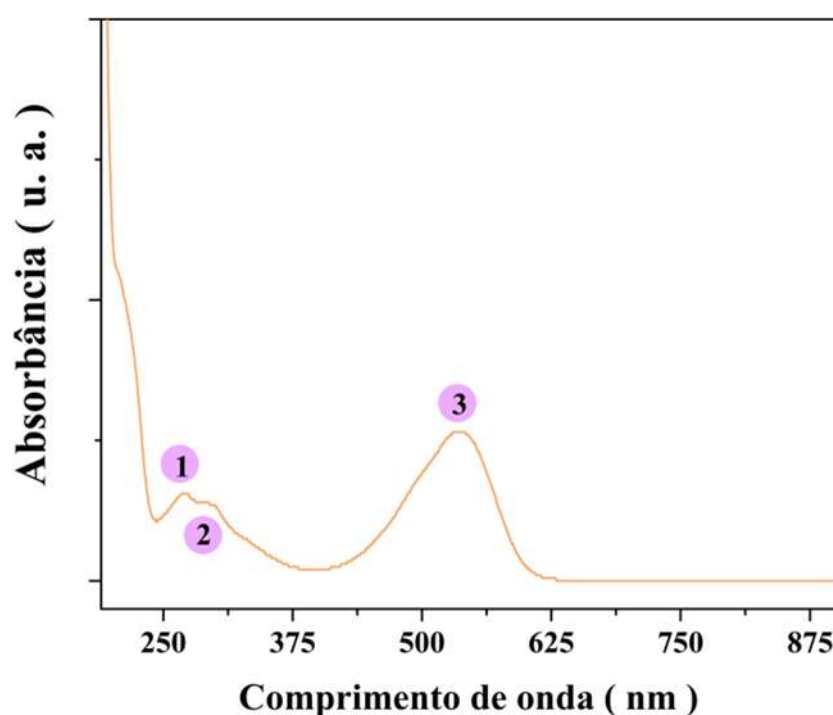


Figura 4. Espectro de absorção óptica obtido para o extrato da pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) na faixa da região UV-Vis entre 190 e 900 nm.

De acordo com trabalhos previamente publicados (LIRA et al., 2019; (LUO et al., 2014) , as duas bandas de menor absorção registradas na região UV são características de compostos de catequinas, que são

moléculas polifenólicas que apresentam efeito antioxidante. Enquanto que a banda larga registrada em 380 a 630 nm, é oriunda das betacianinas que são complexos aromáticos do grupo das antocianinas responsáveis pelo pigmento avermelhado presente no extrato da pitaya (*Hylocereus polyrrhizus*). Além disso, registros apontam que a ação antioxidante desta classe de moléculas é de aproximadamente 3 a 4 vezes mais potentes que as catequinas e outros compostos fitoquímicos, tais como ácido ascórbico e rutina.

Motivados pelos resultados ópticos extraídos a partir do espectro de absorção apresentado na Figura 4, um experimento adicional foi realizado para identificar os compostos químicos presentes no extrato aquoso da pitaya (*Hylocereus polyrrhizus*) obtido por meio de uma análise fitoquímica. A Tabela 1 apresenta um resumo dos constituintes químicos encontrados no extrato aquoso da fruta.

Tabela 1. Compostos fitoquímicos determinados a partir do extrato aquoso da pitaya (*Hylocereus polyrrhizus*).

Compostos fitoquímicos	Tipo de reação
Antocianidinas	Positiva
Antocianinas	Positiva
Catequinas	Positiva
Fenóis	Positiva
Saponinas	Negativa
Xantonas	Positiva

De acordo com os dados sumarizados na Tabela 1, foi verificado que os compostos antocianidinas, antocianinas, catequinas, fenóis e xantonas apresentaram reações positivas, enquanto que apenas o grupo das saponinas exibiu uma reação negativa. A presença dos compostos antocianidinas e antocianinas foi identificada por meio da coloração avermelhada e da absorção máxima no espectro UV-Vis em torno de 538 nm, devido a conjugação dos anéis aromáticos do grupo indol presente nas moléculas destes compostos. As catequinas e os compostos fenólicos também foram identificados pela absorção em baixo número de onda do espectro de absorção e por causa do surgimento da cor amarelada do extrato quando disposto em uma solução de pH ácido e da cor alaranjada em solução com meio básico. Ademais, a presença destes compostos fitoquímicos já é bem conhecida na fruta pitaya, visto que trata-se de um alimento rico em flavonoides. A resposta negativa no teste de

verificação das saponinas ocorreu em virtude da ausência de espumas quando o extrato aquoso foi homogeneizado em água, testando negativo para esta classe. Por fim, os resultados dos grupos xantonas resultaram em um teste positivo, devido a variação de cor apresentada na solução em pH básico, assim como verificado para os compostos fenólicos.

A partir da média das absorbâncias mensuradas na análise quantitativa, o teor do conteúdo fenólico total apresentou-se em torno de $35,04 \pm 6,21\%$, indicando que o extrato de pitaya obtido nesse estudo apresenta fonte rica de compostos bioativos comprovados pelas análises espectroscópicas com potenciais benefícios para a saúde, incluindo a atividade antioxidante, que está relacionada com a presença de compostos fenólicos, tais como ácidos fenólicos, galotaninos e elagitaninos que são tipos de polifenóis, que apesar de exibirem um teor em menor quantidade, observamos que esses compostos precisam ser estudados e preservados. Sendo que, a identificação da composição química e das substâncias antioxidantes é importante para a compreensão da atividade biológica do fruto pitaya (*Hylocereus polyrhizus*).

CONCLUSÕES

A partir do método de extração utilizado nesta pesquisa, foi possível obter um extrato aquoso do fruto pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) concentrado e identificar alguns fitoquímicos presentes na amostra. Tais compostos possuem grande relevância na área da medicina, nutrição e ciência de materiais, pois são moléculas com atividade antioxidante que apresentam propriedades promissoras visando o desenvolvimento de biomateriais. Além disso, utilizando técnicas de caracterização foi possível a realização de um estudo estrutural, térmico e espectroscópico. Por meio do difratograma extraído da análise de DRX, foi verificado que o extrato apresenta uma natureza amorfa. Complementarmente, este produto apresentou estabilidade térmica em torno de 50 °C, seguido de eventos de decomposição das cadeias carbônicas presentes nos fragmentos constituintes do extrato da pitaya. Por fim, 3 bandas de absorção foram detectadas na região do UV-Vis inerente aos compostos fitoquímicos antioxidantes presentes na pitaya (*Hylocereus polyrhizus*).

REFERÊNCIAS

- ARIFFIN, Abdul Azis et al. Essential fatty acids of pitaya (dragon fruit) seed oil. Food chemistry, v. 114, n. 2, p. 561-564, 2009. Doi: 10.1016/j.foodchem.2008.09.108.
- BHAT, R.; PALIYATH, G. Fruits of tropical climates: Biodiversity and dietary importance. 2016. Doi: 10.1016/B978-0-12-384947-2.00337-8.
- DUTRA, Richard Pereira et al. Phenolic acids, hydrolyzable tannins, and antioxidant activity of geopropolis from the stingless bee *Melipona fasciculata* Smith. Journal of agricultural and food chemistry, v. 62, n. 12, p. 2549-2557, 2014. Doi: 10.1021/jf404875v.
- FATHORDOOBADY, Farahnaz et al. Effect of solvent type and ratio on betacyanins and antioxidant activity of extracts from *Hylocereus polyrhizus* flesh and peel by supercritical fluid extraction and solvent extraction. Food chemistry, v. 202, p. 70-80, 2016. Doi:10.1016/j.foodchem.2016.01.121.
- LIRA, Sandra Machado et al. Caracterização Fitoquímica dos Extratos Bruto e Aquoso da Polpa e da Casca de Pitaya Vermelha (*HYLOCEREUS POLYRHIZUS*). A Face Multidisciplinar das Ciências Agrárias, capítulo 8; 2019.
- LUO, H. et al. Chemical composition and in vitro evaluation of the cytotoxic and antioxidant activities of supercritical carbon dioxide extracts of pitaya (dragon fruit) peel. Chemistry Central Journal, v. 8, n. 1, p. 1-7, 2014.
- MACHADO, W. R. C. et al. Incorporação de compostos fenólicos em produtos alimentícios: uma revisão. Brazilian Journal of Development, v. 7, n. 5, p. 46470-46499, 2021. Doi: 10.34117/bjdv7n5-184.
- MATOS, F. J. A. Introdução à fitoquímica experimental. 3rd ed. [S. l.]: Fortaleza: UFC, 2009.
- MORHAMMER, M. R.; STINTZING, F. C.; CARLE, R. Colour studies on fruit juice blends from *Opuntia* and *Hylocereus cacti* and betalain-containing model solutions derived therefrom. Food Research International, v. 38, n. 8-9, p. 975-981, 2005. Doi: 10.1016/j.foodres.2005.01.015.
- ROHIN, M. A. K.; ABU BAKAR, C. A.; ALI, A. M. Isolation and characterization of oligosaccharides composition in organically grown red pitaya, white pitaya and papaya. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, v. 6, n. S2, p. 131-136, 2014.
- SILVA, A.C.C. Pitaya: melhoramento e produção de mudas. 2014. Tese (Doutorado em Produção Vegetal) - Centro de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, 2014.
- SOTO-VACA, A. et al. Evolution of phenolic compounds from color and flavor problems to health benefits. Journal of agricultural and food chemistry, v. 60, n. 27, p. 6658-6677, 2012. dx.doi.org/10.1021/jf300861c.

Capítulo 2



10.37423/230407581

DESENVOLVIMENTO DE PRESUNTO DEFUMADO A PARTIR DE CMS DE TAMBAQUI (COLOSSOMA MACROPOMUM)

Fabiola Helena dos Santos Fogaca

Embrapa Agroindústria de Alimentos

Francimeire Bezerra de Albuquerque

Universidade Estadual do Piauí

Karla Fernanda da Silva Freitas

Universidade Federal do Piauí



Resumo: Devido à grande demanda por produtos com maior praticidade de preparo, indústrias que trabalham com processamento de pescado têm apresentado grande interesse no desenvolvimento de novos produtos, utilizando a carne mecanicamente separada de pescado. O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento e avaliação da composição nutricional, segurança microbiológica e aceitação sensorial de embutido defumado tipo presunto, elaborado com carne mecanicamente separada (CMS) de tambaqui (*Colossoma macropomum*). Para a elaboração do presunto obteve-se 2 kg de CMS de peixes frescos, provenientes de uma produção comercial, em Ilha Grande, PI. Foram adicionados alguns ingredientes, como: ácido cítrico, estabilizante, urucum, sal, açúcar e fécula de mandioca. Essa mistura após ser enformada passou pelos processos de cozimento em banho-maria, choque térmico e por fim, pela defumação. Foram determinados os teores de umidade, cinzas, proteínas e lipídios (62,34%, 2,64%, 22,59% e 9,77% respectivamente). Os resultados indicaram que a elaboração do embutido não alterou o valor nutricional da carne de tambaqui. A análise sensorial demonstrou que o produto precisa de adequações na formulação, para melhorar diferentes aspectos, principalmente aparência e sabor. Os parâmetros microbiológicos avaliados estavam dentro dos limites permitidos para o consumo.

Palavras chave: análise sensorial, análise microbiológica, embutido de pescado, valor nutricional.

INTRODUÇÃO

A procura por uma alimentação saudável fez com que o consumo de pescado aumentasse nos últimos anos (FAO, 2022). No Brasil, as espécies do gênero *Colossoma* têm elevada importância econômica (CHAGAS et al., 2005), pois são peixes produzidos comercialmente que apresentam carne com sabor excelente (CARTONILHO; JESUS, 2011).

Entre as novas tecnologias aplicadas ao pescado, destaca-se a carne mecanicamente separada ou CMS. Essa é constituída a partir da separação mecanizada da polpa da pele e ossos do peixe. Dessa forma é possível aproveitar o resíduo procedente de filés e outros cortes ou até mesmo do pescado inteiro, em espécies de menor valor comercial.

A carne mecanicamente separada de pescado ainda não é um produto comumente utilizada na indústria brasileira, mas tem chamado bastante a atenção das que trabalham com a industrialização de pescado, pois essa técnica pode ser utilizada na fabricação de diversos produtos, como: *nugetts*, *fishburgers*, defumados, embutidos, entre outros. Dentre esses, o presunto de peixe é um bom exemplo, uma vez que no mercado encontram-se opções desse produto apenas à base de carnes de aves e suínos.

Estudos com a elaboração de *fishburguer* a partir de carne mecanicamente separada (CMS) de tilápia (*Oreochromis niloticus*) obtiveram bons resultados nos testes sensoriais de aceitação geral (FOGAÇA et al., 2015). Produtos como salsicha, *nuggets*, *fishburger* e bolinhos de peixe também obtiveram boa aceitação em testes de consumidores (SARY et al., 2009).

No entanto, os estudos com produtos à base de tambaqui (*Colossoma macropomum*) peixe com grande quantidade de espinhos, são escassos. A elaboração de produtos com essa e outras espécies de peixes de mesmas características, possuindo também carne de alto valor nutricional e sabor agradável, aumentaria o valor agregado e o consumo desses produtos. Esse trabalho teve como objetivo o desenvolvimento e avaliação da composição nutricional, segurança microbiológica e aceitação sensorial de embutido defumado tipo presunto, elaborado com carne mecanicamente separada (CMS) de tambaqui (*Colossoma macropomum*).

MATERIAIS E MÉTODOS

Todas as análises e atividades foram realizadas no Laboratório de Patologia de Organismos Aquáticos e no Laboratório de Análise e Processamento de Alimentos, pertencentes à Embrapa Meio-Norte, unidade de execução de pesquisa da Embrapa, em Parnaíba, PI.

O projeto foi submetido à Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) da Embrapa Meio-Norte e aprovado sob o protocolo 02/2014.

Foram utilizados 2 kg de CMS de tambaqui (*Colossoma macropomum*) obtidos a partir de peixes frescos provenientes de uma produção comercial em Ilha Grande, PI. A CMS foi extraída em máquina desossadora (High Tech, modelo HT 250), embalada em sacos de polietileno, com capacidade para 2 kg, congelada em túnel de congelamento a -25°C e posteriormente mantida em freezer, a -18°C . Foram adicionados os ingredientes com a seguinte formulação: sal (2%), urucum (0,1%), ervas (0,4%), estabilizante DU PORTO (3%) e açúcar (2%) à CMS (80%), sendo homogeneizados manualmente por 10 minutos. Em seguida, foram adicionados fécula de mandioca (10%) e ácido cítrico (0,6%) e novamente homogeneizados por 10 minutos. A massa foi colocada em forma de presunto (capacidade 1 kg) e em seguida cozida em banho-maria durante 3 horas a 80°C . Após o tempo de cozimento, o presunto foi submetido a um choque térmico durante 20 minutos, em um recipiente contendo gelo e em seguida desenformado (Figura 1B). O presunto foi armazenado em geladeira durante 12 horas até a defumação (7 horas, sob temperatura média de 75°C). O presunto foi mantido refrigerado até o momento das análises.

Foi analisada a composição nutricional da CMS e do presunto defumado, em triplicata. O teor de umidade, cinzas, proteína e carboidratos foram determinados de acordo com os métodos da AOAC (2005). O teor de lipídeos foi determinado por extração em éter de petróleo em aparelho Soxhlet.

Para a realização da análise microbiológica utilizou-se uma amostra de 10 g de presunto, macerada em um almofariz com o auxílio de um pistilo, homogeneizada em 90 mL de solução salina a 0,85%, com diluições 10^{-3} , 10^{-1} e 10^0 para contagem padrão em placas (PCA).

Foi realizada análise sensorial através do teste de aceitação global, no qual o provador deveria expressar, por meio de uma escala hedônica estruturada de cinco pontos, o grau de gostar ou desgostar das amostras (5 = gostei muito, 1 = desgostei muito) para avaliar a aceitabilidade dos parâmetros sensoriais de aspecto geral: Aparência, Odor, Sabor, Textura e Suculência do presunto (STONE; SIDEL, 1993). Participaram do teste 22 provadores não treinados, recrutados aleatoriamente. Os provadores receberam amostras de presunto cortadas em cubos e mantidas à temperatura ambiente.

Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA e teste Tukey, ao nível de 5% de probabilidade, para verificar diferenças significativas entre os tratamentos ($p < 0,05$).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

ANÁLISE DO VALOR NUTRICIONAL

Os resultados das análises do valor nutricional da CMS *in natura* de tambaqui e do presunto defumado ficaram semelhantes, conforme apresentado na Tabela 1. Os resultados comparativos entre a CMS e o presunto defumado indicam basicamente mudanças provocadas pela desidratação decorrente do processo de defumação. Costa (2014) ao analisar a composição de *fishburger* de surimi a partir de CMS de aparas de tambaqui obteve valores de umidade superior, 78,23%, e valores de proteína e lipídeos inferiores, 14,09% e 1,17%, respectivamente. Essas diferenças podem ser explicadas pelo processamento da CMS antes da elaboração dos produtos. A CMS usada nesse trabalho não foi lavada previamente, portanto não houve lixiviação da proteína e lipídeos.

Tabela 1. Composição centesimal da CMS *in natura* e do presunto defumado de tambaqui (*Colossoma macropomum*)

	Umidade (%)	Cinzas (%)	Proteína (%)	Lipídios (%)	Carboidratos (%)
<i>In natura</i>	67,83 ^a	1,40 ^b	19,12 ^b	8,95 ^a	2,68 ^a
Presunto	62,34 ^b	2,64 ^a	22,59 ^a	9,77 ^a	3,27 ^a

Médias seguidas por letras diferentes na coluna diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

A composição centesimal do peixe varia entre as espécies, e dentro de mesma espécie, de acordo com o meio ambiente, a idade, o tamanho, o sistema de criação e estações do ano que se encontram no momento da coleta (HUSS, 1998). Dessa forma a composição centesimal apresenta variações dentro das características de desenvolvimento do animal e do ambiente onde foram criados. Essa variação pode ser corroborada pelos resultados da composição centesimal do tambaqui inteiro obtidos por Poulter e Nicolaidis (1985), que constataram 67,09% de umidade, 14,11% de proteína, 18,02% de gordura e 0,86% de cinza.

O regulamento técnico de identidade e qualidade de presunto cozido estabelecido pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), fixa a identidade e as características mínimas de qualidade para presunto cozido, que deverá apresentar, no mínimo de 16,5% de proteínas, relação de umidade/proteína (máxima) de 4,5 e 1% de carboidrato (máximo) (BRASIL, 2000). O produto avaliado

nesse trabalho atende plenamente a todas as especificações, com exceção do percentual de carboidratos.

Esses dados indicam as boas perspectivas da qualidade nutricional do produto. Entretanto, verifica-se que ainda são necessários ajustes para que se enquadre dentro das especificações da legislação.

ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

A multiplicação de microrganismos mesófilos é um indicativo de crescimento microbiano, inclusive de patógenos, determinando risco sanitário do alimento, esses crescem em temperaturas preferencialmente em torno de 37°C (DOWNES; ITO, 2001). Já os microrganismos psicotróficos caracterizam-se por crescer em temperaturas inferiores a 5°C, ou seja, temperatura em que os alimentos são submetidos sob refrigeração. Eles indicam o risco de diminuição do tempo de vida útil, uma vez que são responsáveis pela deterioração proteolítica e lipolítica no alimento (BARTOLOMEU et al., 2011). No presente trabalho, as bactérias aeróbias mesófilas nas contagens dos tempos de vida útil (24 e 48 horas) apresentaram valores de $2,4 \times 10^1$ UFC/g e $6,7 \times 10^1$ UFC/g, respectivamente, e $< 1,0 \times 10^0$ UFC/g para psicrotróficas, considerados valores baixos para contagem de bactérias. Esses resultados microbiológicos obtidos do presunto demonstraram que os mesmos foram desenvolvidos em boas condições higiênico-sanitárias e apresentavam-se seguros para o consumo, estando abaixo do máximo permitido pela legislação internacional ($2,0 \times 10^3$ UFC/g).

ANÁLISE SENSORIAL

Na análise sensorial, o presunto elaborado com CMS de tambaqui apresentou boas pontuações em todos os quesitos. Foi obtida uma boa aceitação do produto, classificando-o entre os termos – gostei muito – e – gostei moderadamente (Fig. 2). Vale ressaltar que a preferência por um produto está ligada aos hábitos e padrões culturais, além da sensibilidade individual, idade, fidelidade a determinadas marcas, higiene, local de consumo, número e tipo de acompanhantes no momento de consumir o produto, entre outros aspectos (MARENGONI, 2009).



Figura 2: Aceitabilidade do presunto de tambaqui

De acordo com a Figura 2, pode-se observar que os aspectos aparência e sabor obtiveram menores porcentagens de aceitabilidade em relação aos demais ficando abaixo de 50% dos que gostaram muito. Isso ocorreu, segundo algumas observações, devido ao presunto apresentar coloração muito clara, não tendo uma cor atrativa, que pode ser atribuída ao fato de a quantidade de urucum não ter sido suficiente para conferir uma cor mais próxima dos presuntos comerciais do mercado. Em relação ao sabor, o presunto apresentou um leve sabor de fumaça devido ao processo de defumação. Contudo, nenhum dos critérios avaliados apresentaram valor superior a 60%. Segundo Teixeira et al. (1987) o índice de aceitabilidade de 70% é o valor mínimo exigido para um produto estar apto para ser comercializado.

CONCLUSÃO

O presunto de tambaqui apresenta resultados promissores como alternativa para aumentar o consumo de embutidos de peixe, porém ainda necessita de ajustes para melhorar sua qualidade referente ao equilíbrio de sua composição e aspectos sensoriais.

REFERÊNCIAS

- AOAC. Official methods of analysis of AOAC International. 18th ed. Gaithersburg: AOAC International, 2005.
- BARTOLOMEU, D. A. F. S. et al. Contaminação microbiológica durante as etapas de processamento de filé de tilápia (*Oreochromis niloticus*). Archives of veterinary Science, Curitiba, v. 16, n. 1, p. 21-30, 2011.
- BRASIL. Instrução normativa n.20 de 31 de julho de 2000, aprova os regulamentos técnicos de identidade e qualidade de almôndega, de apresuntado, de fiambre, de hambúrguer, de kibe, de presunto cozido e de presunto. Diário Oficial da União. Brasília, DF, 3 de ago. 2000. Seção 1, p. 7.
- CARTONILHO, M. M.; JESUS, R. S. Qualidade de cortes congelados de tambaqui cultivado. Pesquisa Agropecuária Brasileira, Brasília, DF, v. 46, n. 4, p. 344-350, abr. 2011.
- CHAGAS, E. C. et al. Desempenho de tambaqui cultivado em tanques-rede, em lago de várzea, sob diferentes taxas de alimentação. Pesquisa Agropecuária Brasileira, Brasília, DF, v. 40, n. 8, p. 833-835, ago. 2005. Notas Científicas.
- COSTA, J.C.D.P.P. Elaboração e caracterização de fishburguer de surimi de aparas de tambaqui (*Colossoma macropomum*) e de filés de carpa cabeçuda (*Anstichtys nobilis*). 2014. 58 fl. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal do Tocantins, Palmas.
- FAO. The state of world fisheries and aquaculture. Roma: FAO, 2022. 223 p.
- DOWNES, F. P.; ITO, K. (Ed.). Compendium of methods for the microbiological examination of foods. 4th ed. Washington: APHA, 2001. 676 p.
- FOGAÇA, F. H. dos S. et al. Caracterização de surimi obtido a partir da carne mecanicamente separada de tilápia do Nilo e elaboração de fishburger. Semina: Ciências Agrárias, Londrina, v. 36, n. 2, p. 765-776, mar./abr. 2015.
- HUSS, H.H. El pescado fresco: su calidad y cambios de su calidad. Roma: FAO, 1998. 147 p.
- MARENGONI, N. G, et al. Caracterização microbiológica, sensorial e centesimal de fishburgers de carne de tilápia mecanicamente separada. Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal, Salvador, v. 10, n. 1, p. 168-176, 2009.
- POULTER, N.H.; NICOLAIDES, L. Studies of iced storage characteristics and composition of a variety of Bolivian freshwater fish. International Journal of Food Science & Technology, v.20, n.4, p. 451-465, 1985.
- SARY, C. et al. Influência da lavagem da carne mecanicamente separada de tilápia sobre a composição e aceitação de seus produtos. Revista Acadêmica: Ciência Animal, Curitiba, v. 7, n. 4, p. 423-432, out./des. 2009.
- STONE, H.; SIDEL, J. Sensory evaluation practices. 2 ed. New York: Academic Press, 1993. 338 p.
- TEIXEIRA, E. et al. Análise sensorial de alimentos. Florianópolis: UFSC, 1987. 180 p.

Capítulo 3



10.37423/230407600

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SECAGEM DE SEMENTES DE NIM (AZADIRACHTA INDICA) NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO OBTIDO POR EXTRAÇÃO MECÂNICA

Evely Degraf Terra Parckert

PPGEQ-UFU

José Roberto Delalibera Finzer

PPGEQ-UNIUBE



INTRODUÇÃO

O interesse das indústrias por substâncias biologicamente ativas e o aumento do uso e consumo de produtos naturais têm chamado a atenção de pesquisadores de todo o mundo em estudos envolvendo as mais diversas áreas, a exemplo da etnobotânica, química e farmacologia.

O Brasil está numa posição privilegiada, pois se constitui em um dos países com a maior biodiversidade do planeta, podendo tornar-se um importante provedor de recursos farmacológicos derivados da flora (SILVA *et al.*, 2008).

Segundo Rehder *et al.* (1998), são poucos os dados disponíveis na literatura sobre o controle de processos durante as etapas de processamento e armazenamento de plantas, necessitando-se de estudos científicos mais aprofundados sobre a influência de variáveis de processo na alteração qualitativa e quantitativa da composição química das espécies em geral.

Apesar das plantas, preparações fitoterápicas e produtos naturais isolados participarem de maneira significativa do arsenal terapêutico, a indústria, na América Latina, não apresenta elevado nível de desenvolvimento e, em geral, seus produtos têm qualidade questionável. As causas para isso encontram-se na falta de tecnologia apropriada, na dificuldade de obtenção de plantas com a qualidade desejada, no desconhecimento ou inexistência de métodos aplicáveis a processos de controle de qualidade e na falta de pesquisa e desenvolvimento em agrotecnologia (SHARAPIN, 2000).

Dentro deste contexto, pesquisadores têm avaliado tecnologias que garantam segurança, eficácia e qualidade dos derivados de espécies vegetais. As técnicas de processamento são responsáveis pela maior parte das pesquisas que têm, como principal objetivo, a preservação da composição e teor dos princípios ativos. Ao passar da produção vegetal para um eventual produto, muita tecnologia está envolvida. Desta forma, estudos têm sido realizados na tentativa de reunir informações dispersas em livros, revistas, jornais e artigos de periódicos.

Embora muitas plantas sejam citadas na literatura, o Nim tem se destacado pelos benefícios relatados. Sua utilização na medicina humana e animal, indústria, agricultura e pecuária tem sido objeto de inúmeros estudos científicos que buscam fornecer informações relativas à produção, colheita, práticas pós-colheita e formas de uso dos derivados da planta.

É uma árvore com imenso potencial se relacionado à proteção do meio ambiente e desenvolvimento sustentável da agricultura nacional. Existe, portanto, a necessidade de popularizar seu cultivo e conscientizar as comunidades sobre os benefícios e vantagens econômicas de sua utilização.

O Nim tem sido amplamente empregado na agricultura orgânica, no controle de pragas residenciais, na pecuária e na veterinária e como planta medicinal. Na Índia, já existem medicamentos no mercado, com o uso do Nim como adstringente, antipirético, diurético, sedativo, purgativo, tônico, entre outros. Derivados da planta encontram-se também incorporados em numerosos produtos farmacêuticos e de toalete (MARTINEZ, 2002).

Sendo o óleo de Nim uma fonte em potencial de compostos biologicamente ativos, avaliou-se o processamento dos frutos maduros de Nim, envolvendo desde a colheita à extração. O óleo, extraído das sementes da árvore, vem sendo utilizado na agricultura e pecuária orgânica, na conservação de grãos armazenados e na formulação de medicamentos e cosméticos.

O processamento dos frutos de Nim utiliza-se da secagem e da extração mecânica como etapas importantes do processo.

A secagem é o processo físico utilizado para manter a qualidade das sementes durante a estocagem, processamento industrial e comercialização. As espécies vegetais, depois da colheita, apresentam, em sua maioria, altos valores de umidade e elevados níveis de contaminação microbiana, que devem ser minimizados com a secagem e condições seguras de armazenamento.

A prensagem das sementes para a obtenção do óleo, por sua vez, é o método mais utilizado para extração do óleo das sementes oleaginosas (MREMA e MCNULTY, 1985). As prensas mecânicas, além de permitirem a extração em tempos menores, são de funcionamento simples e de baixo custo de aquisição e manutenção.

No presente capítulo foi dada ênfase especial aos seguintes aspectos:

- à análise da secagem de sementes de Nim a diferentes temperaturas do ar de secagem;
- à extração do óleo por prensagem mecânica;
- à caracterização do óleo quanto às propriedades físico-químicas e composição em ácidos graxos.

A ÁRVORE NIM E SUAS CARACTERÍSTICAS

Descrita por Adrien Henri Laurent de Jussieu, em 1830, como *Azadirachta indica*, sendo sinônimos *Melia azadirachta* L., *Melia indica* (A. Juss.) Brands e *Antelaea azadirachta* (L.) Adelb., a planta vem

sendo utilizada há séculos no controle de insetos, pragas, nematoides, alguns fungos, bactérias e vírus, na medicina humana e animal, na fabricação de cosméticos, como madeira de lei, adubo e também aplicada às práticas de paisagismo (SCHMUTTERER, 1995).

A planta é conhecida internacionalmente como Neem. No Brasil, foram adotados os nomes Nim, Nime e Margosa. Neste capítulo, recebe a denominação Nim.

Conhecida pela resistência apresentada à seca e por suas propriedades medicinais, esta árvore tem se destacado entre as plantas avaliadas em numerosos estudos científicos sobre botânica, usos industriais e agrícolas de espécies vegetais.

Atualmente está sendo cultivada em mais de oitenta países, com estimativa global de noventa e um milhões de árvores. No Brasil, estima-se a existência de mais de dez milhões de árvores, distribuídas em quase todos os estados brasileiros. Os primeiros estudos foram realizados em 1982 pelo Instituto Agrônomo de Campinas - IAC. Outra instituição de pesquisa, como o Instituto Agrônomo do Paraná - IAPAR a introduziu em 1986, com sementes procedentes das Filipinas (AMBROSANO e GUIRADO, 2004).

Do Nim utilizam-se as folhas, frutos, sementes, óleo, torta, casca e também a madeira. Segundo pesquisadores, os derivados do Nim possuem propriedades medicinais valiosas e diversas formas de usos tradicionais.

A planta possui mais de cinquenta compostos terpenóides, a maioria com ação sobre os insetos. Todas as suas partes possuem esses compostos, porém é no fruto que se encontra a maior concentração.

O conhecimento da composição química da planta impulsionou fortemente as pesquisas biológicas, com avaliações principalmente da ação da azadiractina sobre insetos e, em menor escala, sobre fungos, bactérias e na saúde humana.

A azadiractina foi uma das primeiras substâncias ativas isoladas do Nim e verificou-se ser responsável por 90% do efeito ocasionado pelo uso da planta na agricultura e pecuária. Tornou-se importante no controle de pragas pelo largo espectro de ação, pela compatibilidade com outras formas de manejo, por não ter ação fitotóxica, e por não agredir o meio ambiente (NATIONAL RESEARCH COUNCIL, 1992).

Por sua natureza, os extratos de Nim são mundialmente aprovados para uso em cultivares orgânicos. No Brasil, foi autorizado, em 2012, o índice monográfico da azadiractina, denominado A54. O documento apresenta, entre outras informações, o nome comum e químico do princípio ativo, a classe de uso, a classificação toxicológica e as culturas para os quais se encontra autorizado. Considerado

inseticida, foi aprovado para aplicação foliar nas culturas de alface, algodão, café, citros, coco, crisântemo, feijão, fumo, mamão, melão, morango, pimentão, repolho, soja, tomate e uva (BRASIL, 2012).

A Figura 1 ilustra partes da planta Nim, apresentando suas folhas, flores, frutos e sementes.



Figura 1. Nim (a) Folhas; (b) Flores; (c) Frutos; (d) Sementes.

PROCESSAMENTO DOS FRUTOS E SEMENTES DE NIM

O processamento dos frutos de Nim, visando à obtenção de óleo, segue as etapas apresentadas na Figura 2, sendo: colheita, classificação, seleção, despulpamento e lavagem, secagem, extração do óleo e envase.

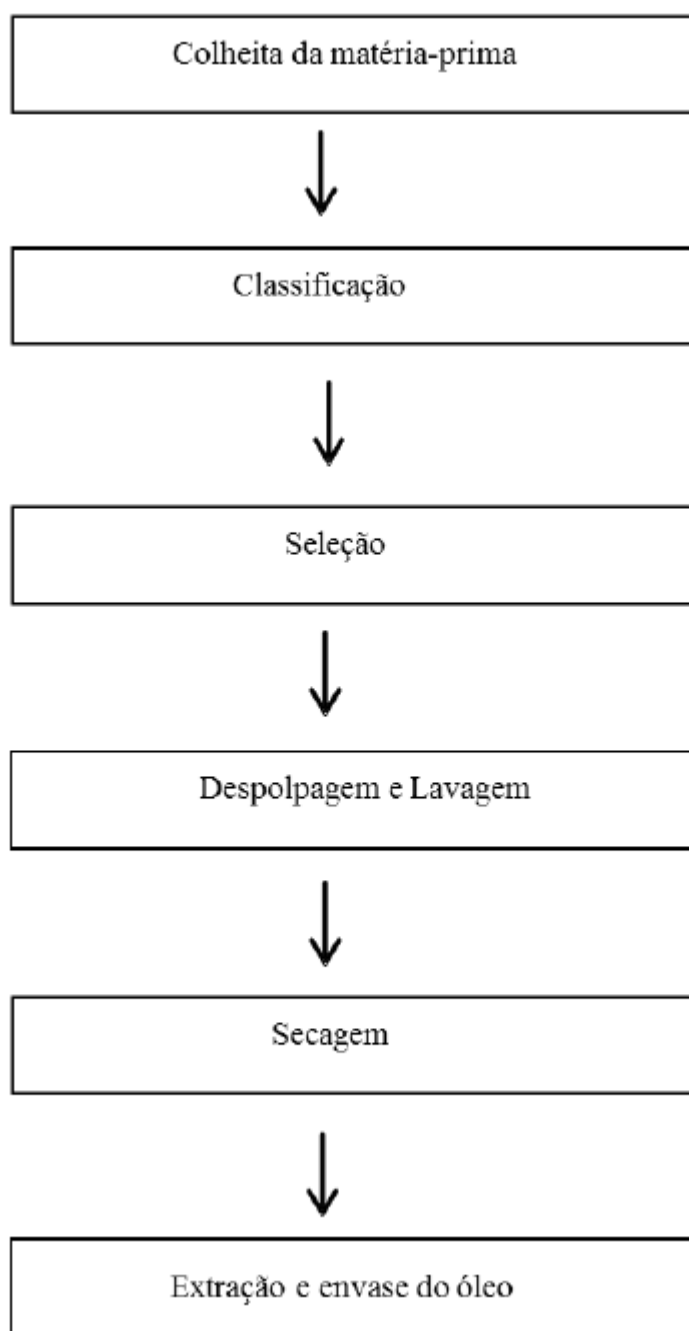


Figura 2. Diagrama de blocos do processamento de frutos de Nim visando à obtenção de óleo.

Os frutos de Nim possuem polpa de sabor doce, a qual deve ser eliminada imediatamente após a colheita. O despolpamento e a secagem das sementes, feitos adequadamente e logo após a colheita, são importantes para a germinação das sementes, para a conservação do teor de azadiractina e para a qualidade dos produtos que serão obtidos. A demora no despolpamento pode causar o desenvolvimento de fungos, escurecimento das sementes e obtenção de óleo rançoso ou contaminado (MARTINEZ, 2002).

O despulpamento das sementes de Nim é realizado, em sua maioria, manualmente, atritando os frutos dispostos em peneiras sob jatos de água. O despulpamento mecânico é menos indicado em virtude das sementes possuírem tamanhos e formas variadas, o que dificulta o ajuste de equipamentos.

Após o despulpamento, as sementes devem ser submetidas à secagem antes do armazenamento. Para isso, a maioria dos estudos indicam a secagem ao sol e à sombra. Desta forma, espalham-se as sementes sobre lonas ou sacos, revolvendo-as em intervalos de tempo para facilitar a secagem nas camadas inferiores. No entanto, visando o processamento em nível industrial, alguns autores sugerem a secagem artificial, método em que há maior controle das condições de secagem.

As sementes, com conteúdo de umidade de aproximadamente 8% podem ser armazenadas por mais de dois anos em boas condições. No entanto, o conteúdo de substâncias ativas reduzirá com o tempo (MARTINEZ, 2002).

A extração do óleo de Nim tem sido amplamente realizada por solventes, o que possibilita maior eficiência de extração. No entanto, em virtude da técnica exigir a purificação do óleo, o processo se torna bastante oneroso. Sendo assim, a extração mecânica tem ganhado destaque, sendo muito utilizada por pequenas indústrias e propriedades rurais.

A etapa de secagem de sementes de Nim interfere diretamente no rendimento e qualidade do óleo obtido por extração mecânica.

SECAGEM EXPERIMENTAL DE SEMENTES DE NIM

A operação de secagem é uma etapa fundamental no processamento dos frutos de Nim. A maioria dos estudos disponibilizados na literatura considera a secagem natural, realizada ao sol e à sombra. Embora este seja um método econômico, depende das condições climáticas e de grandes áreas de exposição da matéria-prima. Desta forma, o estudo atual considerou a secagem artificial, realizada em desidratador com aquecimento do ar por resistências elétricas.

MATERIAL

Os ensaios de secagem foram realizados com frutos de Nim, cedidos pela empresa Natural Nectar Usina de Saúde Ltda. Além da matéria-prima, objeto deste estudo, utilizou-se equipamentos e acessórios para realização dos experimentos e obtenção de dados.

MATÉRIA-PRIMA

Utilizaram-se frutos de Nim provenientes de árvores cultivadas na Fazenda Santa Marta, situada em Conceição das Alagoas, Minas Gerais, localizada a 19°54'53'' latitude sul e 48°23'18'' longitude oeste.

Os frutos de Nim, dispostos em cachos, foram colhidos manualmente. Aqueles que se desprendiam facilmente foram retirados individualmente. No caso da colheita em cachos, utilizou-se tesoura de poda selecionando os que apresentavam pelo menos um quarto de frutos maduros, identificados pela coloração amarela. De acordo com Lima (2002), os frutos considerados semi maduros (de vez), embora não apresentem a coloração indicada para a colheita, também podem ser aproveitados, uma vez que, neste caso, as sementes estão completamente desenvolvidas e podem ser utilizadas após o amadurecimento dos frutos.

Após a colheita, os frutos foram classificados, quanto ao estágio de maturação, e selecionados, quanto à sua integridade, optando-se pelos maduros e com menor deformação. Após esta etapa, foram despulpados manualmente, pressionando-os levemente, em movimentos circulares, sob uma peneira. O atrito, resultante de esforços de compressão e de cisalhamento, fez com que a casca e a polpa se desprendessem da semente preparando-a para a etapa de secagem. A Figura 3 ilustra: (a) os frutos e (b) as sementes de Nim.

A massa de sementes obtida foi de aproximadamente 36% da massa inicial de frutos.

Após a despulpagem e lavagem com água corrente, as sementes foram submetidas à secagem em desidratador de bandejas, utilizando ar aquecido, visando adequá-las à etapa de extração do óleo.

Na determinação das características físicas quantificou-se que a massa média de 1000 sementes era de 513,9 g, o que corresponde a 2418 sementes por quilograma.

Ketkar (1976) relatou 1800 sementes por quilograma. Singh *et al.* (1998) obteve a massa de 1000 sementes de 230 g. Segundo Schmutterer (1995), há variações consideráveis nestas características, estando relacionadas ao tamanho e formato das sementes, obtidas de árvores diferentes.



Figura 3. Nim. a) Frutos, b) Sementes.

A secagem convectiva foi realizada em desidratador de bandejas (modelo Pardal PE 200 Industrial), com circulação de ar aquecido por meio de resistências elétricas, conforme ilustra a Figura 4 (a). Com área total de secagem de 11,7 m², o equipamento dispõe de trinta e duas bandejas de 92 cm de comprimento e 40 cm de largura cada, confeccionadas em polietileno de alta densidade, com perfurações de 10 malhas (*mesh*) e bordas em aço inoxidável, mostradas na Figura 4 (b). O desidratador opera a 220V com potência de motor de 4,8 kWh. A velocidade superficial média do ar de secagem foi quantificada utilizando-se um anemômetro de fio quente marca Impac, com escala de velocidade de 0,2 a 20 m/s. O ar foi aquecido por resistência elétrica e escoou por toda a câmara de secagem, que foi revestida em alumínio.



Figura 4. Vistas a) do desidratador b) das bandejas dispostas no desidratador.

Para a obtenção dos dados experimentais, utilizou-se uma balança da marca Marte Modelo AS 5500C, com resolução de 0,01g, com capacidade de 5000 g; termômetros de mercúrio marca Incoterm, com resolução de 1°C; termômetro infravermelho marca minipa, modelo MT-350, com faixa de medição entre -30°C e 550°C e resolução de 0,01°C e usou-se programa computacional *Statistica* 7.0 para elaboração dos gráficos e tratamento dos dados.

Para análise de umidade, utilizou-se estufa convencional, vidro de relógio e balança, com resolução de 0,01 g.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental da pesquisa contemplou a análise de umidade da semente de Nim *in natura*, o acompanhamento da perda de umidade das amostras submetidas à secagem e a análise do encolhimento e da variação da temperatura e da densidade das sementes ao longo do processamento.

ANÁLISE DE UMIDADE DAS SEMENTES *IN NATURA*

Utilizou-se o método gravimétrico convencional, descrito pelo Instituto Adolfo Lutz (1985), para determinação da umidade inicial das sementes de Nim *in natura*. O método tem como base a perda de massa da amostra, por desidratação, até massa constante.

Uma amostra de 3,03 g foi submetida à estufa de secagem à 105°C, até massa constante, e o teor de sólidos calculado utilizando a Equação 1.

$$\%umidade = 100 - [(m_f - m_r) / (m - m_r) \cdot 100] \quad (1)$$

(1)

sendo m a massa total do sistema (vidraria mais amostra) no início do processo, m_f a massa total do sistema (vidraria mais amostra) no final do processo, m_r a massa do recipiente (vidraria) utilizado e 100 o fator percentual. O procedimento foi realizado em triplicata sendo o resultado expresso pelo valor médio.

Com o conteúdo de umidade de 54,96% (bu), a massa total de 3,03 g da amostra continha, em média, 1,67 g em massa de água e 1,36 g na forma de sólido seco.

A umidade inicial da semente de Nim é maior que a umidade de determinadas sementes na colheita, como o milho e a soja, porém da mesma ordem de grandeza de frutos de café cereja, que não secam na planta. Contudo, a umidade é menor que de materiais biológicos como a batata e a cebola.

SECAGEM DAS SEMENTES

A umidade desejada ao final da secagem deve estar compreendida entre 7 e 9%, o que consiste em um parâmetro descrito pelo fabricante da prensa, a ser utilizada para extração do óleo de Nim (ECIRTEC, 2012).

Para realização dos ensaios, a massa de sementes de Nim foi distribuída nas bandejas do desidratador, conforme ilustra a Figura 5. As bandejas tiveram toda a superfície coberta pelas sementes, em camada fina, sendo a massa de sementes de aproximadamente 2000 g por bandeja.



Figura 5. Vista das sementes dispostas nas bandejas.

A Figura 6 apresenta a disposição das sementes no interior do secador. A imagem foi obtida através do orifício de descarga do ar de secagem. A tela do orifício possibilita a vista de porções de sementes no interior do equipamento.



Figura 6. Vista das sementes no interior do secador.

As condições operacionais nesta etapa foram: velocidade superficial média do ar de secagem de 1,2 m/s e condições constantes de temperatura de 40, 50, 60 e 70°C.

As condições psicrométricas do ar de secagem foram quantificadas e usadas nos cálculos no estudo.

Para cada ensaio, três recipientes confeccionados em tela em aço inoxidável AISI 304, fio 0,23 mm e abertura de 1,18 mm, com 8 cm de comprimento, 4,5 cm de largura e 2 cm de altura, foram dispostos sobre as bandejas, permitindo o fácil manuseio das amostras representativas para quantificação da massa.

O monitoramento dos ensaios experimentais foi efetuado através da determinação da variação da massa das sementes de Nim com o tempo, em intervalos de 30 min para os três primeiros pontos experimentais e de 40 min até o final da secagem. O experimento foi realizado em triplicata e os valores médios resultantes utilizados nos cálculos. As Tabelas 1 à 4 referem-se aos valores médios obtidos utilizando-se as temperaturas do ar de secagem de 40, 50, 60 e 70°C, respectivamente.

Para a confecção das curvas de secagem, calculou-se o conteúdo de umidade das sementes, em base seca, para cada ponto experimental. A curva de secagem relaciona a diminuição do conteúdo de umidade de uma determinada amostra com o tempo e está representada pelas Figuras 7, 9, 11 e 13, para as temperaturas do ar de secagem de 40, 50, 60 e 70°C, respectivamente.

O tempo total de processamento, considerando as temperaturas de 40, 50, 60 e 70°C, foi em torno de 18 h, 14 h, 12 h e 5 h, respectivamente. Após este período as sementes, utilizadas em todos os

experimentos, atingiram um conteúdo final de umidade de 0,09 kgágua/kgsemente seca indicado para o armazenamento e extração do óleo (ECIRTEC, 2012).

Após a secagem, as sementes foram mantidas à temperatura ambiente, acondicionadas, pelo período máximo de dois dias, em sacos de juta, visando conservar o produto. De acordo com Schmutterer (1995), as sementes devem ser mantidas em embalagens que permitam aeração, a exemplo dos sacos de juta. Esta embalagem é de uso tradicional para armazenagem de sementes, como por exemplo, o café com casca (coco), possibilitando aeração e liberação de calor, gerado pela respiração dos grãos, através dos orifícios do saco.

Os pontos experimentais das Figuras 7, 9, 11 e 13 foram ajustados a curvas, que foram derivadas em relação ao tempo, obtendo-se as taxas de secagem, dX/dt . Os resultados são mostrados nas Figuras 8, 10, 12 e 14. Na ordenada foram locadas as taxas de secagem, dX/dt , e na abcissa o conteúdo de umidade em base seca, X .

Para as temperaturas do ar de secagem de 40, 50 e 60°C, os pontos experimentais não apresentaram bom ajuste ao considerar única curva representativa dos dados para cada temperatura avaliada.

Analisando e comparando as curvas de secagem, pode-se observar que o tempo de secagem diminuiu com o aumento da temperatura, estando de acordo com o observado por Brooker *et al.* (1992). Constatou-se que ao aumentar a temperatura do ar de secagem de 40 para 70°C, reduziu-se o tempo de secagem em aproximadamente 72%. Na secagem, a 40°C, foram necessárias 18 h para que o conteúdo de umidade fosse reduzido a 0,09 kgágua/kgsemente seca, enquanto a 50 e 60°C, foram necessárias 16 e 12 h, respectivamente, ou seja, o aumento de 10°C na temperatura do ar de secagem reduziu em 10 e 25% o tempo de secagem comparado ao ensaio conduzido à 40°C.

De acordo com Gonelli (2007), com o aumento da temperatura, ocorre a diminuição da viscosidade da água e, sendo a viscosidade uma medida da resistência do fluido ao escoamento, esta variação altera o mecanismo de difusão da água nos capilares do material favorecendo a movimentação desse fluido e, conseqüentemente, facilitando a remoção de água.

Tabela 1. Umidade das sementes em função do tempo de secagem ($T_{ar} = 40^{\circ}\text{C}$)

Tempo (minutos)	Massa de Sólido (gramas)	Conteúdo de Umidade, X ($\text{kg}_{\text{água}}/\text{kg}_{\text{semente seca}}$)
0	3,22	1,22
30	2,80	0,93
60	2,75	0,89
90	2,70	0,86
130	2,66	0,83
170	2,64	0,82
210	2,63	0,81
250	2,59	0,78
290	2,56	0,76
330	2,53	0,74
370	2,50	0,72
410	2,47	0,70
450	2,43	0,67
490	2,38	0,64
530	2,32	0,60
570	2,26	0,56
610	2,21	0,52
650	2,14	0,47
690	2,07	0,43
730	2,03	0,40
770	1,99	0,37
810	1,91	0,32
850	1,85	0,27

890	1,78	0,23
930	1,73	0,19
970	1,70	0,17
1010	1,66	0,14
1050	1,61	0,11
1090	1,59	0,09

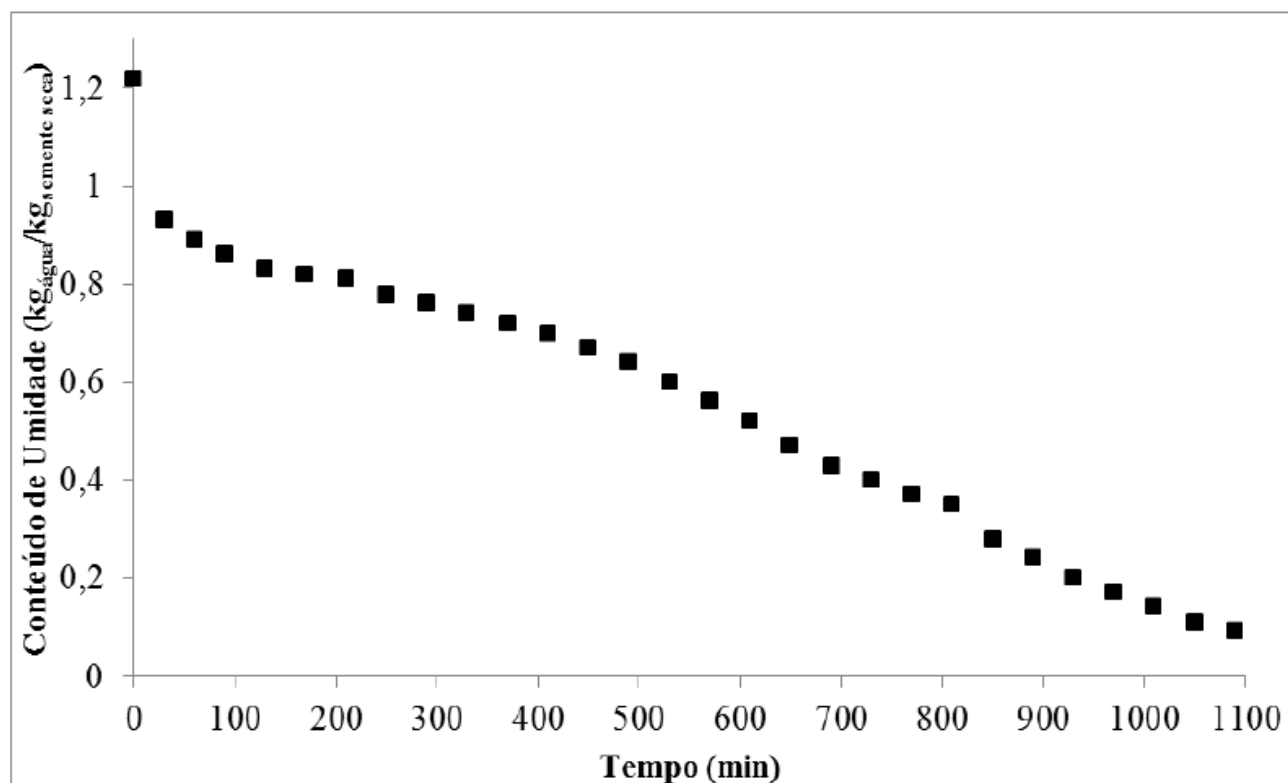


Figura 7. Curva de secagem de sementes de Nim; $T_{ar} = 40^{\circ}\text{C}$.

A Figura 8 mostra a curva da taxa de secagem para o experimento conduzido a 40°C. A taxa de secagem foi quantificada por período e plotada em escala logarítmica em função do conteúdo de umidade.

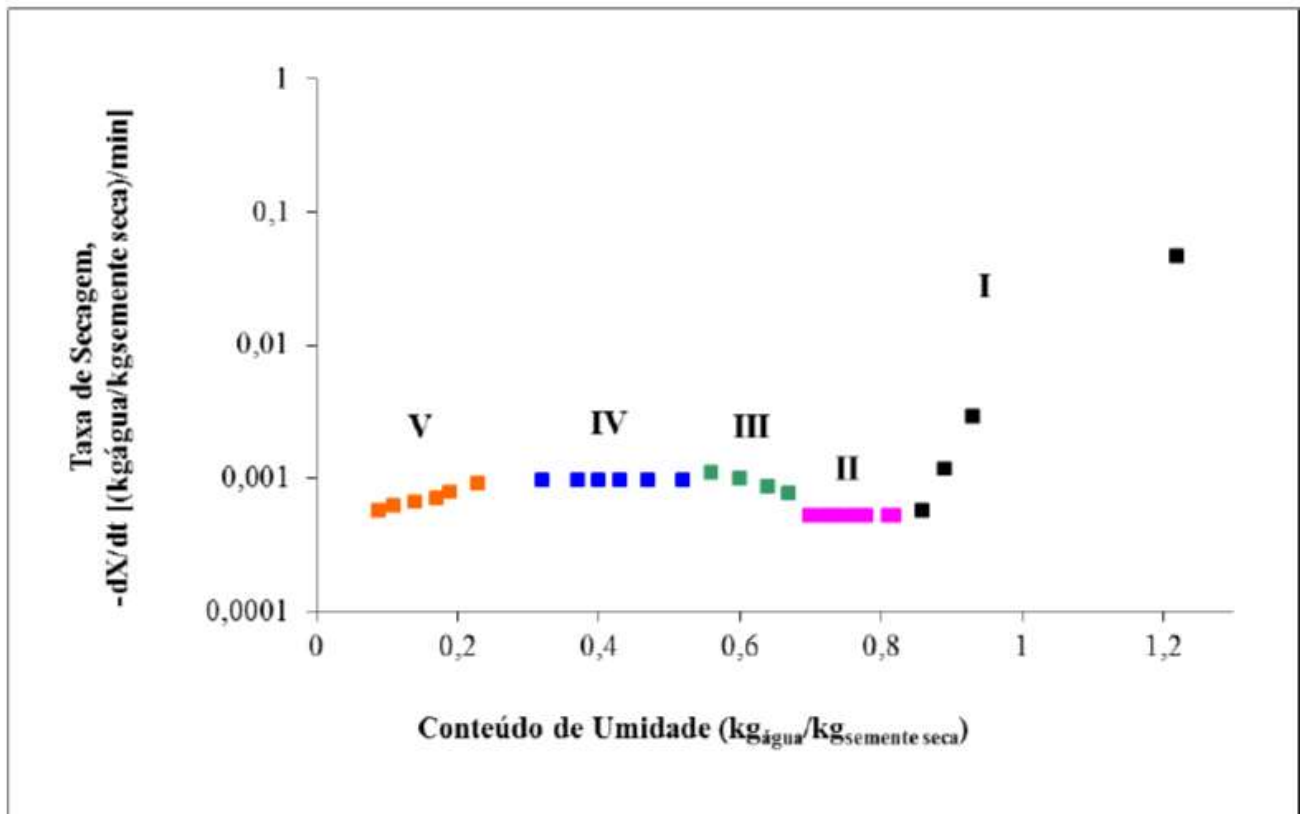


Figura 8. Curva da taxa de secagem de sementes de Nim, $T_{ar} = 40^{\circ}\text{C}$.

Tabela 2. Umidade das sementes em função do tempo de secagem ($T_{ar} = 50^{\circ}\text{C}$)

Tempo (minutos)	Massa de Sólido (gramas)	Conteúdo de Umidade, X (kg_{água} / kg_{semente seca})
0	3,03	1,22
30	2,51	0,84
60	2,43	0,78
90	2,41	0,76
130	2,36	0,73
170	2,33	0,71
210	2,30	0,68
250	2,24	0,64
290	2,20	0,61
330	2,14	0,59
370	2,09	0,53
410	2,05	0,50
450	2,0	0,46
490	1,94	0,42
530	1,9	0,40
570	1,84	0,35
610	1,78	0,30
650	1,73	0,27
690	1,67	0,22
730	1,61	0,18
770	1,58	0,16
810	1,54	0,13
850	1,50	0,09

As equações ajustadas aos pontos experimentais foram derivadas em relação ao tempo. Os valores obtidos para a taxa de secagem foram plotados em função do conteúdo de umidade, obtendo-se a curva da taxa de secagem para o experimento conduzido a 50°C, conforme mostra a Figura 10.

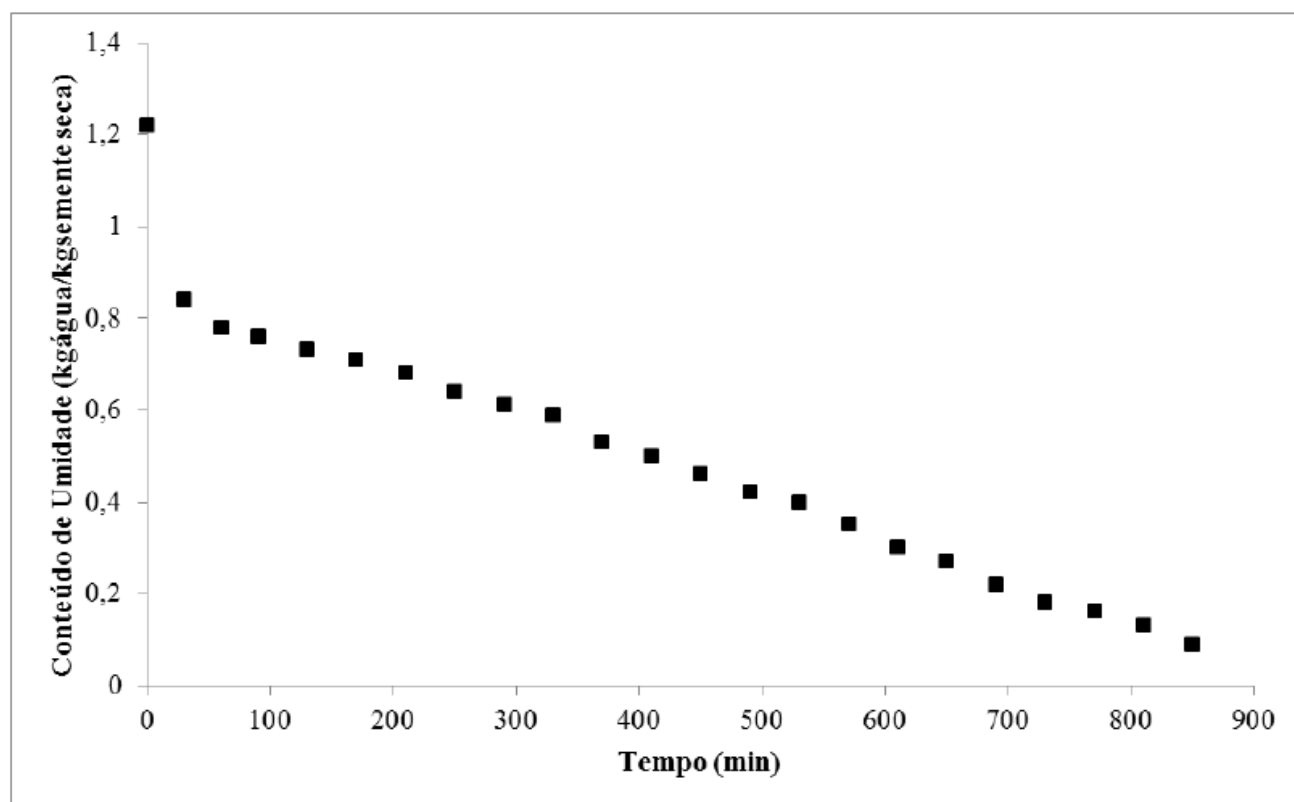


Figura 9. Curva de secagem de sementes de Nim; $T_{ar} = 50^{\circ}\text{C}$.

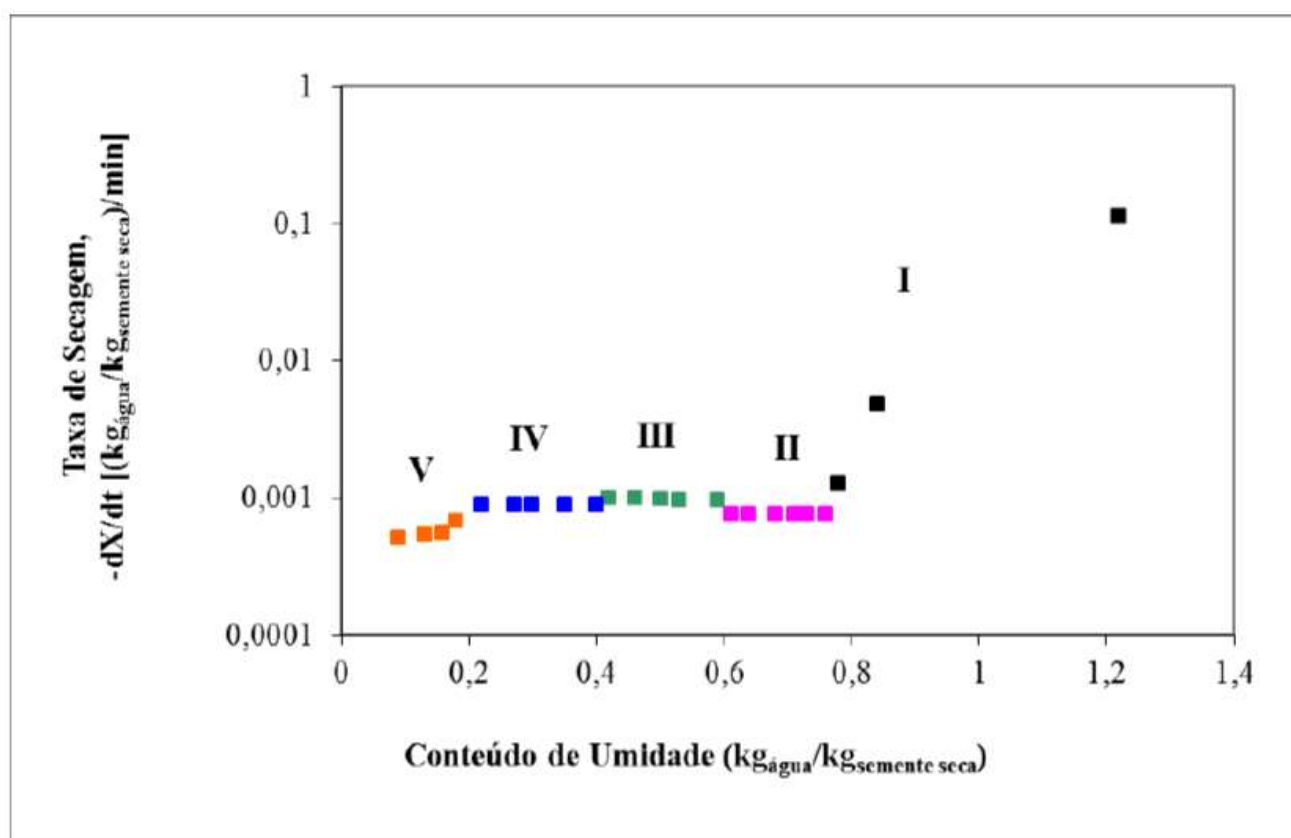


Figura 10. Curva da taxa de secagem de sementes de Nim, $T_{ar} = 50^{\circ}\text{C}$.

Tabela 3. Umidade das sementes em função do tempo de secagem ($T_{ar} = 60^{\circ}\text{C}$)

Tempo (minutos)	Massa de Sólido (gramas)	Conteúdo de Umidade, X ($\text{kg}_{\text{água}} / \text{kg}_{\text{semente seca}}$)
0	3,03	1,22
30	2,77	1,03
60	2,69	0,97
90	2,65	0,94
130	2,6	0,90
170	2,56	0,87
210	2,50	0,83
250	2,4	0,76
290	2,35	0,72
330	2,23	0,63
370	2,15	0,59
410	2,06	0,51
450	1,97	0,44
490	1,91	0,40
530	1,85	0,35
570	1,77	0,30
610	1,71	0,25
650	1,63	0,20
690	1,55	0,14
730	1,50	0,09

A Figura 11 mostra a diminuição do conteúdo de umidade das sementes em função do tempo para o experimento realizado com temperatura do ar de secagem de 60°C . Embora a curva de secagem possa indicar que a redução do teor de água varia em função do tempo de secagem, ela não permite avaliar a velocidade de remoção de água das sementes. Sendo assim, as equações ajustadas aos dados experimentais foram derivadas em relação ao tempo e os valores plotados, em escala logarítmica, em função do conteúdo de umidade, conforme Figura 12, possibilitando assim a análise da taxa de secagem.

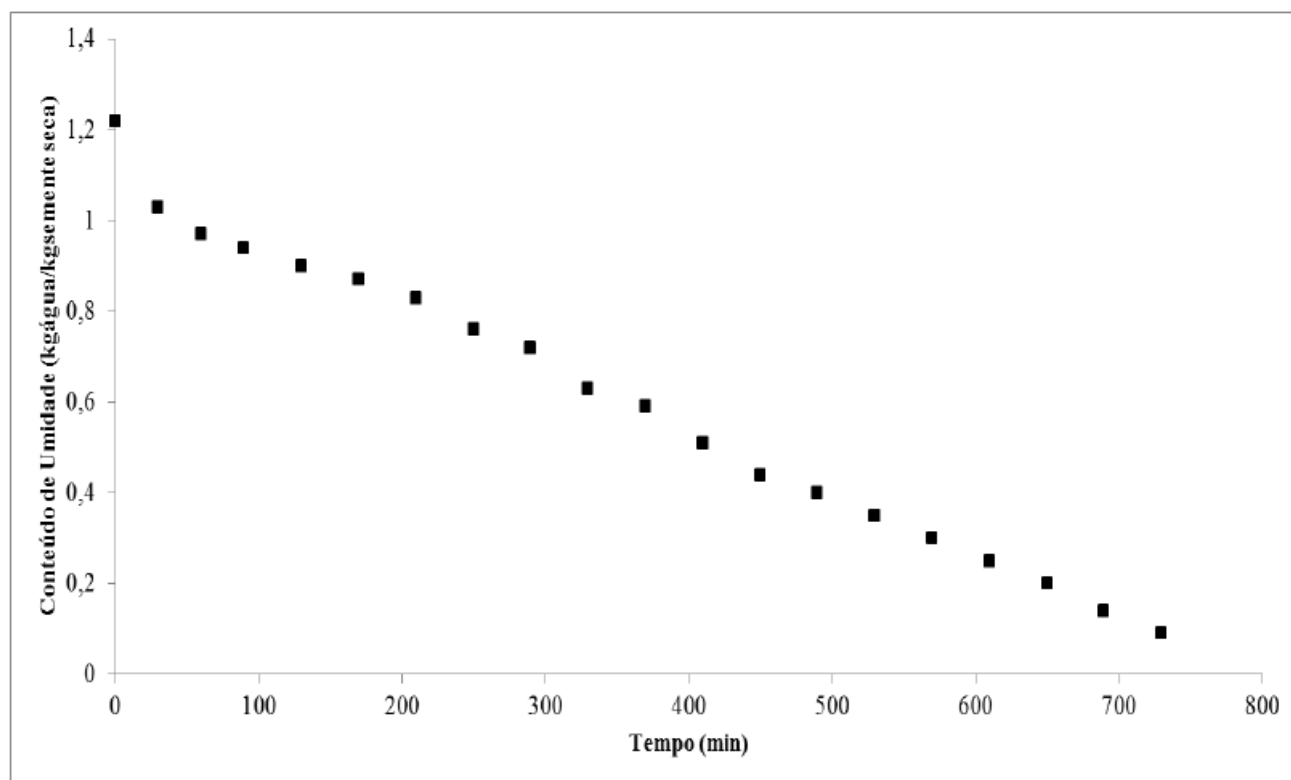


Figura 11. Curva de secagem de sementes de Nim, $T_{ar} = 60^{\circ}\text{C}$.

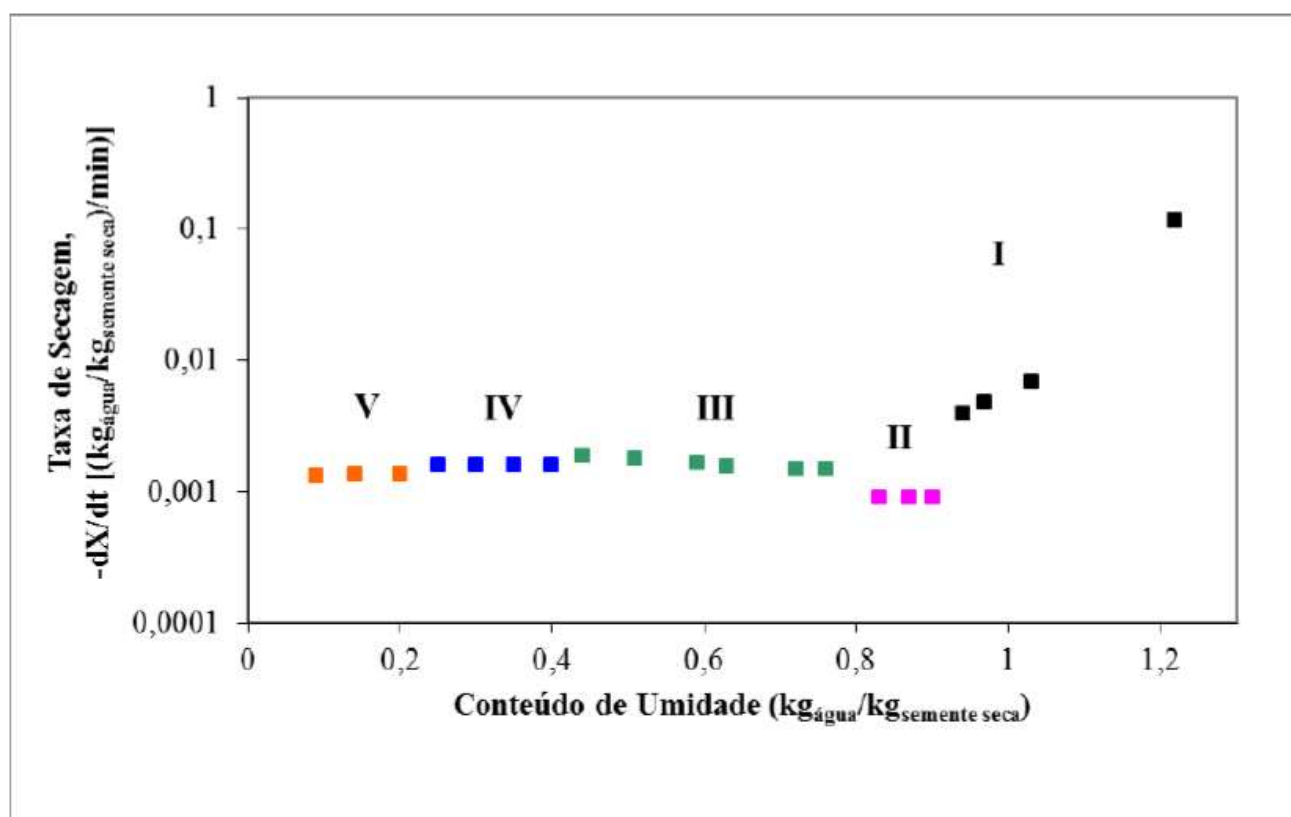


Figura 12. Curva da taxa de secagem de sementes de Nim, $T_{ar} = 60^{\circ}\text{C}$

Os dados das curvas de secagem dos experimentos conduzidos a 40, 50 e 60°C foram ajustados em cinco períodos distintos, representados nas curvas das taxas de secagem pelos numerais I (primeiro período), II (segundo período), III (terceiro período), IV (quarto período) e V (quinto período).

Considerando as temperaturas de 40, 50 e 60°C, observou-se que no primeiro período de secagem ocorre a diminuição da taxa, sendo este o período de indução. O efeito principal é difusivo, pois a água superficial se transfere rapidamente e, na continuidade, a umidade se difunde no interior das sementes, o que reduz a taxa de secagem. Sobreposto a este comportamento pode ocorrer a formação de uma película endurecida e menos permeável sob a superfície das sementes, ocasionada pela secagem rápida nos primeiros minutos de operação.

Segundo Rahman (1999), durante a secagem, a umidade dos grãos se move do centro para a superfície, onde evapora-se. Se uma crosta dura se desenvolve do lado de fora, na casca, dificulta-se a saída de água, retardando a taxa de secagem.

Através da análise do encolhimento das sementes é possível confirmar este fenômeno, visto que a partir do conteúdo de umidade de aproximadamente 0,8 kg água/kg semente seca, pouco ou nenhum encolhimento foi observado, ou seja, a formação da rígida estrutura das sementes impediu o encolhimento a partir deste ponto.

No segundo período, a taxa de secagem é constante, permanecendo até que a migração de água do interior até a superfície das sementes fosse suficiente para acompanhar a perda por evaporação de água na superfície.

Após este período, observa-se um aumento da velocidade de secagem, comportamento pouco comum a materiais biológicos, representado pelo terceiro período de secagem. Neste caso, notou-se o aparecimento de pequenas fissuras nas cascas das sementes, o que facilitou a difusão da umidade no interior das sementes, provocando o aumento na velocidade de secagem das sementes de Nim.

Estas modificações internas provavelmente são decorrentes da formação de uma camada externa endurecida. Em uma segunda etapa, os tecidos devem romper-se internamente e a contração processa-se em torno das novas faces formadas (FINZER, 1989). Neste estudo, verificou-se o endurecimento da casca das sementes de Nim e a formação de espaço vazio entre a casca e a amêndoa contida nela.

A partir do ponto em que a água começa a ser deficiente na superfície das sementes, ocorreu o abaixamento da pressão parcial de vapor da água na superfície, o que diminui a velocidade de secagem das sementes de Nim caracterizando o quarto período de secagem.

O regime difusional, representado pelo quinto período de secagem, ocorre até a interrupção da secagem, conforme indicação de Ecirtec (2012), estando as sementes com conteúdo de umidade de 0,09 kg_{água}/kg_{semente seca}.

Para a temperatura de 70°C, constatou-se através da análise da Figura 4.23, apenas o período de secagem à taxa decrescente. Neste caso, em virtude da diminuição do tempo de secagem, as sementes não se comportaram como tendo uma película de água cobrindo sua superfície, sendo a resistência interna ao transporte de umidade maior que a resistência externa.

Tabela 4. Umidade das sementes em função do tempo de secagem ($T_{ar} = 70^{\circ}\text{C}$)

Tempo (minutos)	Massa de Sólido (gramas)	Conteúdo de Umidade, X (kg _{água} / kg _{semente seca})
0	3,00	1,22
30	2,64	0,95
60	2,46	0,82
90	2,29	0,69
130	2,07	0,53
170	1,91	0,41
210	1,78	0,32
250	1,66	0,23
290	1,52	0,12
330	1,48	0,09

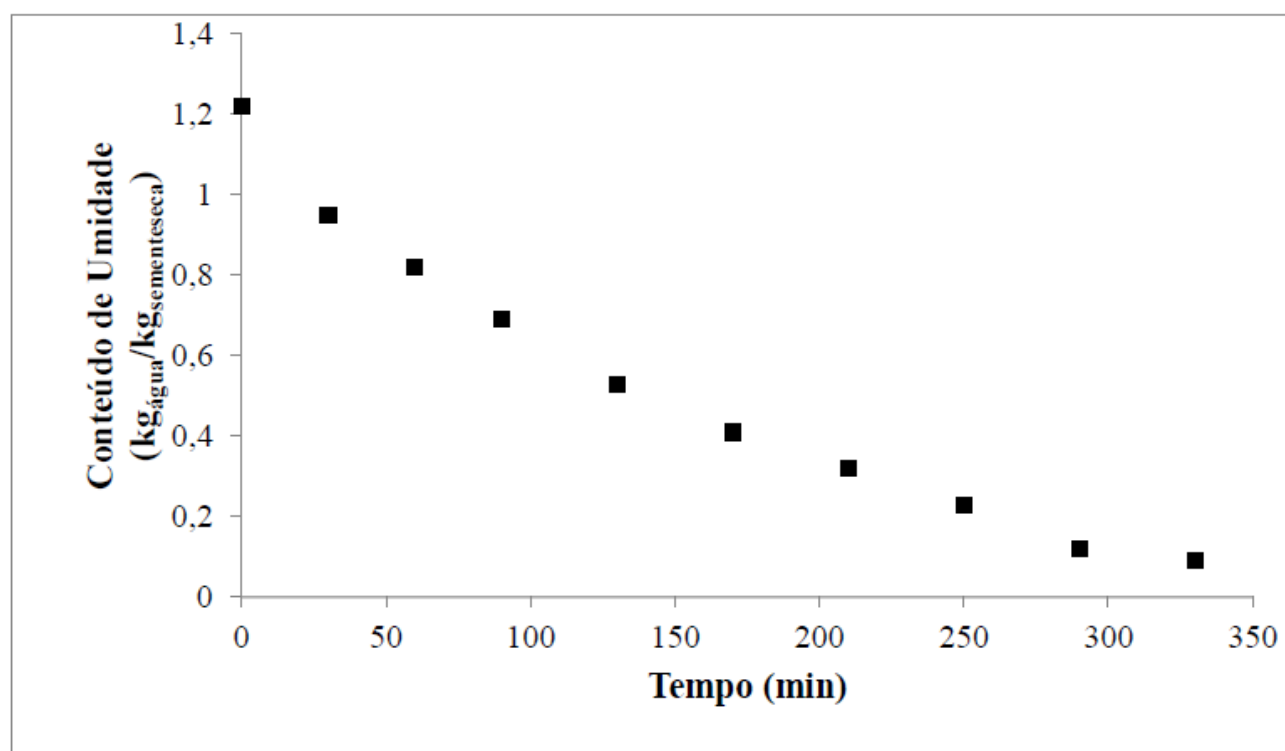


Figura 13. Curva de secagem de sementes de Nim; $T_{ar} = 70^{\circ}\text{C}$.

A Equação 2, com coeficiente de correlação $R^2 = 0,9968$, expressa a equação da curva de secagem do experimento realizado com temperatura do ar de secagem de 70°C .

$$X = -2.10^{-8}t^3 + 2.10^{-5}t^2 - 0,0073t + 1,194 \quad (2)$$

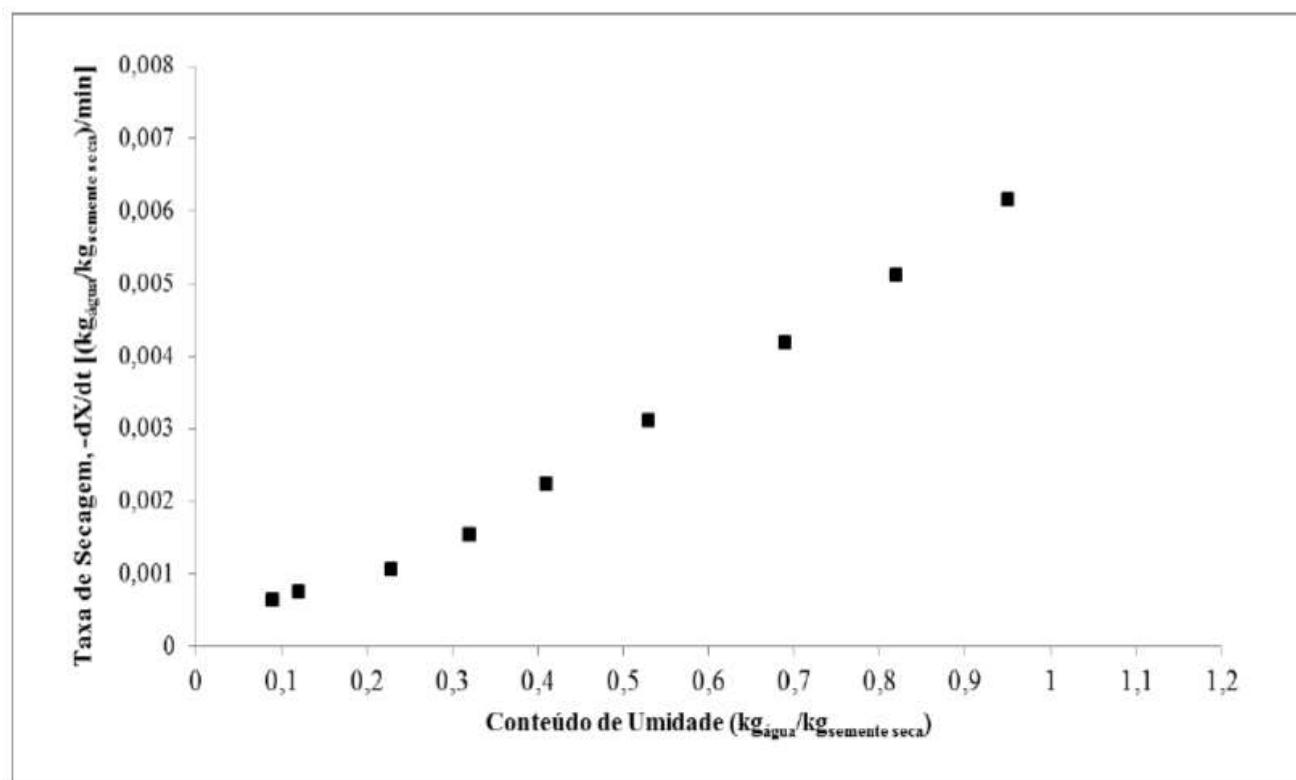


Figura 14. Curva da taxa de secagem de sementes de Nim, $T_{ar} = 70^{\circ}\text{C}$.

EXTRAÇÃO DO ÓLEO DE NIM

As técnicas de extração de óleo, com finalidades terapêuticas, têm sido objeto de pesquisas de diversos autores que buscam, além de melhores rendimentos, maiores concentrações dos princípios ativos de interesse.

Dentro deste contexto, a prensagem mecânica tem se destacado entre os estudos disponibilizados na literatura envolvendo sementes oleaginosas. Entretanto, para cada tipo de matéria-prima utilizada se fazem necessários novos estudos para definição das condições operacionais que possibilitem o resultado desejado.

Neste sentido, foram realizados experimentos, com a utilização de mini prensa, com o objetivo de estudar o comportamento de variações do processo e do equipamento no rendimento e qualidade do óleo de sementes de Nim.

As etapas de processamento, o detalhamento do equipamento e os resultados obtidos são descritos a seguir.

PRENSA

O equipamento utilizado nos ensaios experimentais é mostrado na Figura 15. A mini prensa, marca Ecirtec, modelo MPE – 40AC, construída em aço carbono é formada por: moega de alimentação, cárter alimentador, cesto de compressão contendo doze discos em aço carbono, cone de saída, bandeja coletora e eixo helicoidal com diâmetro nominal de 60 mm, apoiado em mancal com rolamentos e bucha de bronze.



Figura 15. Vista da prensa utilizada para extração do óleo de Nim.

De acordo com Ecirtec (2012), nos primeiros trinta minutos de operação, o equipamento deve ser alimentado lentamente e gradativamente. Visando atender a essa orientação técnica, uma massa inicial de grãos foi utilizada para garantir que o equipamento atingisse o regime de operação.

CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE NIM

As quantificações feitas na análise de óleos são geralmente as dos chamados índices, que são expressões das propriedades físicas ou químicas dos mesmos. Assim, são determinados os índices de iodo, de saponificação, peróxidos e as constantes físicas como o índice de refração. São estes índices que, juntamente com as reações características, servem para identificação e avaliação da maioria dos óleos e gorduras, sendo o resultado da análise baseado neste conjunto de dados (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985).

CARACTERIZAÇÃO FÍSICO QUÍMICA DO ÓLEO DE NIM E COMPOSIÇÃO EM ÁCIDOS GRAXOS

O óleo de Nim, obtido por extração mecânica, foi caracterizado quanto à densidade, índice de refração, índice de acidez, índice de saponificação, índice de iodo, índice de peróxido e composição em ácidos graxos, considerando os quatro níveis de temperatura estudados na secagem das sementes de Nim.

A análise da densidade foi realizada por leitura direta em densímetro, quantificando a massa e volume de uma amostra.

Já as análises dos índices de refração, de acidez, de saponificação, de iodo e de peróxido foram realizadas segundo metodologias do Instituto Adolfo Lutz (1985).

O índice de acidez é definido como o número de miligramas de hidróxido de potássio necessário para neutralizar um grama da amostra. O método é aplicável a óleos brutos e refinados, vegetais e animais, e gorduras animais. Os métodos que avaliam a acidez titulável resumem-se em titular, com soluções de álcali-padrão, a acidez do produto ou soluções aquosas/alcoólicas do produto, assim como os ácidos graxos obtidos dos lipídios.

Para a análise do índice de acidez do óleo de Nim, adicionou-se 2 g da amostra em frasco erlenmeyer de 125 mL. Adicionou-se 25 mL de solução de éter-álcool (2:1) neutra e duas gotas do indicador fenolftaleína. A amostra foi titulada com hidróxido de sódio 0,1 M até o aparecimento da coloração rósea. A Equação 3 foi utilizada no cálculo do índice de acidez em ácido oleico.

$$LA\% = \frac{V_{NaOH} \times f_{NaOH} \times 100 \times 0,0282}{m} \quad (3)$$

(3)

sendo: V_{NaOH} o volume de solução de hidróxido de sódio 0,1 M gasto na titulação (mL), f_{NaOH} o fator da solução de hidróxido de sódio e m a massa da amostra (g).

Considerando o índice de peróxido, determinaram-se em termos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de amostra, todas as substâncias que oxidam o iodeto de potássio nas condições do ensaio. Estas substâncias são geralmente consideradas como peróxidos ou outros produtos similares resultantes da oxidação da gordura.

Na determinação do índice de peróxido do óleo de Nim, adicionou-se 5 g da amostra do óleo ao frasco erlenmeyer de 125 mL. O volume de 30 mL de solução ácido acético - clorofórmio 3:2 foi adicionado, agitando-se a mistura até dissolução da amostra. Posteriormente, adicionou-se 0,5 mL da solução saturada de iodeto de potássio, deixando a solução em repouso, ao abrigo da luz por um minuto. Após este período, foram acrescentados 30 mL de água, sendo a amostra titulada com solução de tiossulfato de sódio 0,1 N, em constante agitação. A titulação ocorreu até que desaparecesse parcialmente a coloração amarela. Em seguida, adicionou-se 0,5 mL de solução de amido indicadora, continuando a titulação até

o completo desaparecimento da coloração azul. Uma prova em branco foi preparada, nas mesmas condições e titulada.

A Equação 94 foi utilizada no cálculo.

$$IP = \frac{(V_{Na_2S_2O_3} - V_{b_{Na_2S_2O_3}}) \times N \times f \times 1000}{m} \quad (4)$$

sendo: $V_{Na_2S_2O_3}$ o volume de solução de tiossulfato de sódio 0,1 N gasto na titulação (mL), $V_{b_{Na_2S_2O_3}}$

O volume de solução de tiossulfato de sódio 0,1 N gasto na titulação do branco (mL), N a normalidade da solução de tiossulfato de sódio, f o fator da solução de tiossulfato de sódio e m a massa da amostra (g).

O índice de refração é característico para cada tipo de óleo. Está relacionado com o grau de saturação das ligações, mas é afetado por outros fatores tais como: teor de ácidos graxos livres, oxidação e tratamento térmico. Este método é aplicável a todos os óleos normais e gorduras líquidas.

Para iniciar a análise do óleo de Nim se fez necessário o ajuste do refratômetro de Abbé com água. Uma corrente de água a 40°C circulou pelo aparelho. Após estabilizar a temperatura, ajustou-se para

40°C. O instrumento foi calibrado seguindo as instruções do fabricante, com líquido de pureza e índice de refração conhecidos. A amostra foi filtrada e adicionada, em pequenas gotas, ao prisma, que foi fechado e travado. Após dois minutos, procedeu-se a leitura do índice de refração à 40°C.

O índice de saponificação é a quantidade de álcali necessário para saponificar uma quantidade definida de amostra. Este método é aplicável a todos os óleos e gorduras e expressa o número de miligramas de hidróxido de potássio necessário para saponificar um grama de amostra. Para a determinação do índice de saponificação do óleo de Nim, uma massa de 5 g foi adicionada ao frasco erlenmeyer de 250 mL, adicionando-se 50 mL da solução alcoólica de KOH 0,5N. Uma prova em branco foi preparada para prosseguir a análise simultaneamente com a amostra. A solução foi aquecida em chapa aquecedora, com controle de temperatura, por uma hora. Adicionou-se 1 mL da solução de fenolftaleína e prosseguiu-se a titulação com solução de ácido clorídrico 0,5 M até o desaparecimento da cor rósea. Para o cálculo, utilizou-se a Equação 5.

$$IS = \frac{26,06 \times f \times (V_{HCl} - V_{b_{HCl}})}{m} \quad (5)$$

sendo: V_{HCl} o volume gasto na titulação da amostra (mL), $V_{b_{HCl}}$ o volume gasto na titulação do branco (mL), f_{HCl} o fator da solução de ácido clorídrico 0,5 M e m a massa da amostra (g).

O índice de iodo de um óleo ou gordura é a medida do seu grau de insaturação sendo expresso em termos do número de centigramas de iodo absorvido por grama da amostra (% iodo absorvido). O método de Wijs é aplicável a todos os óleos e gorduras normais que não contenham ligações duplas conjugadas. Cada óleo possui um intervalo característico do valor do índice de iodo. A fixação do iodo ou de outros halogênios se dá nas ligações etilênicas dos ácidos graxos.

Uma amostra de 0,25 g foi adicionada ao frasco erlenmeyer de 500 mL adicionando-se 10 mL de tetracloreto de carbono. Transferiu-se 25 mL de solução de Wijs no frasco erlenmeyer contendo a amostra. Após tampar o frasco, a mistura foi agitada assegurando perfeita homogeneização. Após este procedimento foi mantida em repouso ao abrigo da luz e à temperatura ambiente, por 30 minutos. Encerrado este período, adicionou-se 10 mL da solução de iodeto de potássio a 15% e 100 mL de água recentemente fervida e fria. Titulou-se com solução tiossulfato de sódio 0,1 M até o aparecimento de uma fraca coloração amarela. O volume de 2 mL de solução indicadora de amido 1% foi adicionado mantendo-se a titulação até o completo desaparecimento da cor azul. Prosseguiu-se estas etapas em uma determinação em branco.

A Equação 6 foi utilizada no cálculo.

$$II = \frac{(V_B - V_A).M.12,68}{m} \quad (6)$$

Os resultados são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. Propriedades físico químicas do óleo de Nim avaliadas a diferentes temperaturas do ar de secagem

Propriedades Avaliadas	Temperatura do Ar de Secagem (°C)			
	40	50	60	70
Densidade (g/cm ³)	0,906	0,906	0,906	0,906
Índice de Acidez em Ácido Oleico (ácido oleico p/p)	0,978	0,978	0,978	0,979
Índice de Iodo (g I ₂ /100g)	73,4	75,8	83,2	85,9
Índice de Peróxido (mEqO ₂ /kg)	1,423	1,481	1,526	1,574
Índice de Saponificação (mg KOH/g de óleo)	183,25	185,31	187,24	193,11
Índice de Refração	1,3916	1,3979	1,3996	1,4013

O valor da densidade do óleo de Nim à 25°C, de 0,906 g/cm³, se aproxima dos valores obtidos por Souza et al. (2008) e Benicio et al. (2010) para a mesma temperatura.

A média do índice de acidez em ácido oleico (g/100 g), de 0,978, foi inferior ao limite máximo de 2, estabelecido para a maioria dos óleos comercializados no Brasil. Em virtude de não ter sido fixada esta característica de qualidade para o óleo de Nim os dados foram comparados aos de óleos obtidos de outras sementes, a exemplo de canola, algodão, girassol e soja (BRASIL, 1999).

Os índices de iodo obtidos para o óleo de Nim apresentam-se próximos ao limite estabelecido pelo Bureau Indiano de Padronização, compreendido entre 70 e 82 (INDIA, 1968). Comparado às características de qualidade dos óleos comercializados no Brasil se aproxima do limite estabelecido para o azeite de oliva, sendo inferior aos valores previstos para os demais óleos.

Os valores obtidos para o índice de peróxidos encontram-se bem abaixo do limite máximo estabelecido pela legislação brasileira para óleos prensados a frio e não refinados, de até 15 meq/kg (BRASIL, 1999).

Os índices de saponificação encontrados, considerando diferentes temperaturas do ar de secagem das sementes, encontram-se na faixa estabelecida pelo Governo da Índia, de 180 a 205 mg KOH/g de óleo (INDIA, 1968).

Com relação ao índice de refração médio, o valor encontra-se próximo ao estabelecido pelo Bureau Indiano de Padronização compreendido entre 1,4615 e 1,4705 (INDIA, 1968).

Para análise dos ésteres de ácidos graxos utilizou-se a técnica de cromatografia em fase gasosa, sendo o equipamento acoplado a um detector de ionização de chama. A identificação dos principais ácidos graxos foi realizada por comparação dos tempos de retenção dos picos das amostras com os dos padrões conhecidos de ácidos graxos metilados e a quantificação, por cálculo das áreas dos picos.

As análises de composição em ácidos graxos demonstraram, para todas as amostras avaliadas, maiores concentrações dos ácidos oleico e esteárico, seguidos pelos ácidos palmítico e linoleico, cujos percentuais foram, em média, 54,5% em ácido oleico, 17,2% em ácido esteárico, 16,6% em ácido palmítico e 14,3% em ácido linoleico.

Os resultados obtidos no presente estudo apresentaram variações se comparados aos dados apresentados por outros pesquisadores, conforme mostra a Tabela 6. Entretanto, para a maioria dos trabalhos relacionados, prevaleceram maiores concentrações dos ácidos oleico e esteárico, assim como obtido nesta pesquisa.

Segundo Rao e Seshadri (1941), alguns autores utilizam métodos de análises diferentes da metodologia padrão e, embora sejam importantes para mensurar as propriedades do óleo de Nim, podem não ser referências para novos estudos, a exemplo dos dados observados por Roy e Dutt (1929), Child e Ramanathan (1936) e Hilditch e Murthi (1939).

De acordo com Mancini Filho (1996) as condições climáticas e de solo influenciam a concentração dos ácidos graxos presentes nos óleos vegetais.

Tabela 6. Composição em ácidos graxos para o óleo de Nim

	Roy e Dutt (1929)	Child e Ramanathan (1936)	Hilditch e Murthi (1939)	Rao e Seshadri (1941)	Bhandari e Mukerji (1959)	Mehra citado por Puri (1999)
Ácido Palmítico	12,62	13,1	14,9	13,8	2,6	13,3-14,9
Ácido Esteárico	21,38	18,5	14,4	18,2	21,4	14,4- 19,15
Ácido Oleico	52,08	47,5	61,9	52,6	52,8	49,1- 61,9
Ácido Linoleico	2,12	15,13	7,5	13,6	2,1	7,5-15,8

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMBROSANO, E.J.; GUIRADO, N. Cultivo e uso do Nim. Centro de Produções Técnicas: Viçosa, MG. 2004.
- BENICIO, D. A.; NETO, V. Q.; SOUSA, J. G. Avaliação das propriedades físico químicas e da composição química parcial do óleo de sementes de Nim indiano (*Azadirachta A. Juss*), cultivado no município de Patos – Paraíba. Revista de Biologia e Farmácia. V. 04, n. 02. 2010.
- BRASIL, 1999. Resolução nº 482, de 23 de setembro de 1999. Aprova o Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de Óleos e Gorduras Vegetais. Diário Oficial da União, Brasília, 13 de outubro de 1999.
- BRASIL, 2012. Índice Monográfico A54 - *Azadirachta*. Apresenta a avaliação e reavaliação toxicológica dos ingredientes ativos destinados ao uso agrícola, domissanitário, não agrícola, ambientes aquáticos e preservante de madeira. Disponível em <<<http://portal.anvisa.gov.br>>>. Acesso em 3 de Out. de 2013.
- BROOKER, D.B.; BAKKER-ARKEMA, F.W.; HALL, C.W. Drying and storage of grains and oilseeds. New York: AVI Book Pub., 1992, 450p.
- CHILD, R.; RAMANATHAN, S. The fatty acids of margosa oil. J. Soc. Chem. Ind. London. 55, 124. 1936.
- ECIRTEC EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS INDUSTRIAIS LTDA. Orientações. [Mensagem pessoal]. Mensagem recebida por <evelyterra@yahoo.com.br> em 13 jan. 2012.
- FINZER, J. R. D. Desenvolvimento de um secador de leite vibro jorrado. Tese de Doutorado. Campinas. Universidade Estadual de Campinas. 1989. 258 p.
- GONELI, A.L.D. Dinâmica da variação das propriedades físico-mecânicas e da qualidade das sementes de mamona (*Ricinus communis* L.) durante a secagem e o armazenamento sob condições controladas. 2007. 192 p. Tese de doutorado. Universidade Federal de Viçosa – UFV. Viçosa. 2007.
- HILDITCH, T. P.; MURTHI, K. S. The fat of land crabs (Seychelles Islands). Journal of the Society of Chemical Industry. Correlation of 58, 310 T, 1939.
- INDIA, 1968. Specification of neem kernel oil and depulped neem seed oil. Bureau of Indian Standards. nº. 4765. New Delhi.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análises de alimentos. 3. ed. São Paulo, S. P: 1985, 332p.
- KETHAR, C.M. Utilization of Neem (*Azadirachta indica* Juss.) and Its by - products. Khadi e Village Industries Commission, Bombay, India. 1976.
- LIMA, P. J. B. F. Colheita e Processamento de Sementes de Nim. Esplar: Centro de Pesquisa e Assessoria. Fortaleza, 2002.
- MANCINI FILHO, J. Implicações nutricionais dos ácidos graxos trans. Óleos e Grãos. Ano VII, n. 31, p. 45-46, 1996.

MARTINEZ, S.S. O Nim – *Azadirachta indica*: natureza, usos múltiplos, produção. Instituto Agronômico do Paraná: editado por Sueli Souza Martins. Londrina: IAPAR, 2002. 142 p.

MREMA, G. C., MCNULTY, P. B. Mathematical model of mechanical oil expression from oilseeds. *Journal of Agricultural Engineering Research*, v. 31, p. 361 – 370, 1985.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL. Neem: a tree for solving global problems. Books for Business. New York, Hong Kong. 1992. 131 p.

RAHMAN, M. S. Glass transition and other structural changes in foods. In: RAHMAN, M. S. Handbook of food preservation. p. 75–93. New York: Marcel Dekker. 1999.

RAO, C. J. D.; SESHADRI, T. R. Fatty acids of neem oil. Andhra University, Waltair. 1941.

ROY, A. C.; DUTTI, S. Composition of neem oil, so called margosic acid, *J. Soc. Chem. Ind.*, London, 48, 333T-335T. 1929.

SCHMUTTERER, H. The neem tree *Azadirachta indica* A. Juss. and other meliaceous plants: sources of unique natural products for integrated pest management, medicine, industry and other purposes. Ed. H. Schmutterer. In close cooperation with K. R. S. Ascher. Weinheim; New York; Basel; Cambridge; Tokyo: VCH, 1995.

SHARAPIN, N. Fundamentos de Tecnologia de Produtos Fitoterápicos. Santafé de Bogotá. D.C., Colômbia. Convênio Andrés Bello e Programa Iberoamericano de Ciência e Tecnologia para o Desenvolvimento. 2000, 284 p.

SILVA, J.S.E. Pré-Processamento de Produtos Agrícolas. Juiz de Fora: Instituto Maria,

SILVA, S.R. et al. Plantas medicinais do Brasil: aspectos gerais sobre legislação e comércio. Disponível em <<http://www.traffic_portu.pdf>> Acesso em: 15 de Mar. 2013.

SINGH, R. P.; SINGH, S.; WAHAB, S. Biodiversity and importance of botanical pesticides, in *Ecological Agriculture and Sustainable Development*. G. S. Dahaliwal; N. S. Randhawa; R. Arora; A.K. Dhawan, Indian Ecological Society and Centre for Research in Rural and Industrial Development, Chandigarh, p. 128-145, 1998.

SOUZA, A. D.; PAES, J. B.; LIMA, C. R. GREGORIO, M. S. Determinação da umidade, rendimento, densidade e viscosidade de óleos de Nim (*Azadirachta indica* A. Juss) e de mamona (*Ricinus communis* L.) visando seu emprego no tratamento de madeiras. In: V Congresso de Iniciação Científica da Universidade Federal de Campina Grande. 2008.



 conhecimentolivre.org/home
 contato@conhecimentolivre.org
 [editoraconhecimentolivre](https://www.instagram.com/editoraconhecimentolivre)

A CIÊNCIA DOS ALIMENTOS



EDITORA CONHECIMENTO LIVRE