



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO PAULO –
CAMPUS DIADEMA**



NATALIA RAIZ SEGISMUNDO

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO, FÍSICO-
QUÍMICO E ANALÍTICO DO FRUTO DE *Hymenaea*
courbaril L. (JATOBÁ)**

DIADEMA

2013

NATALIA RAIZ SEGISMUNDO

ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO, FÍSICO-
QUÍMICO E ANALÍTICO DO FRUTO DE *Hymenaea courbaril*
L. (JATOBÁ)

Dissertação apresentada, como exigência parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências, ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu do Instituto de Ciências Ambientais, Químicas e Farmacêutica da Universidade Federal de São Paulo – *Campus* Diadema.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Lucildes Pita Mercuri

DIADEMA

2013

Segismundo, Natalia Raiz

Estudo do comportamento térmico, físico-químico e analítico do fruto de *Hymenaea courbaril* L.(Jatobá) / Natalia Raiz Segismundo. – – Diadema, 2013.
154f.

Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciências) -
Universidade Federal de São Paulo - Campus Diadema, 2013.

Orientador: Lucildes Pita Mercuri

1. *Hymenaea courbaril* (Jatobá) 2.Composição química I. Título.

CDD 22. ed. 583.749



**Serviço Público Federal
Universidade Federal de São Paulo
Pró – Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa**

DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Nome: NATÁLIA RAIZ SEGISMUNDO

Campus: DIADEMA

Data e Local: 06/12/2013 às 09:00 horas no Complexo Didático José Alencar- Sala 06.
Rua Conceição, 515- Centro – Diadema-SP

**TESE: "ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO, FÍSICO-QUÍMICO E ANALÍTICO DO FRUTO
DE HYMENEAE COUBARIL L. (JATOBÁ)".**

MEMBROS

- Profa. Dra. Cheila Gonçalves Mothe

Profa. Titular

Departamento de Processos Orgânicos

Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ

- Prof. Dr. Flávio Machado de Souza Carvalho

Especialista em Laboratório

Departamento de Mineralogia e Petrologia

Universidade de São Paulo

- Profa. Dra. Luci Diva Brocardo Machado

Tecnologista

Centro de Tecnologia das Radiações

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares



SUPLENTE

- Profa. Dra. Maria de Lourdes Leite de Moraes

Prof. Doutora

Departamento de Ciências Exatas e da Terra

Universidade Federal de São Paulo - UNIFESP

Recebido Op. R. 13
Programa de Pós-Graduação
Rita
UNIFESP - Campus Diadema



**Serviço Público Federal
Universidade Federal de São Paulo
Pró – Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa**

**ATA DE REUNIÃO DA COMISSÃO JULGADORA DA DEFESA DE TESE DE
MESTRADO**

Aos cinco dias do mês de dezembro do ano de dois mil e treze, reuniu-se no Complexo Didático José Alencar- Sala 06, às 09:00 horas, a Comissão Julgadora para a **DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**, solicitada por **NATÁLIA RAIZ SEGISMUNDO**, aluna do Programa de Pós-Graduação em **BIOLOGIA QUÍMICA**, que apresentou dissertação sob o Título: **"ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO, FÍSICO-QUÍMICO E ANALÍTICO DO FRUTO DE HYMENAE COUBARIL L. (JATOBÁ)"**.

A referida Comissão esteve constituída pelos Professores Doutores:

- **Profa. Dra. Cheila Gonçalves Mothe**
Profa. Titular
Departamento de Processos Orgânicos
Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ
- **Prof. Dr. Flávio Machado de Souza Carvalho**
Especialista em Laboratório
Departamento de Mineralogia e Petrologia
Universidade de São Paulo
- **Profa. Dra. Luci Diva Brocardo Machado**
Tecnologista
Centro de Tecnologia das Radiações
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

Universidade Federal de São Paulo Campus Diadema	CONFERE COM ORIGINAL
	Data: 09/12/13
Servidor	

A Presidente da Banca, Profa. Dra. Lucildes Pita Mercuri, inicia a sessão dando a palavra à candidata, que dispõe de vinte a trinta minutos no máximo, para expor sua tese. A seguir dá a palavra aos Professores para a arguição. Cada examinador dispõe de trinta minutos no máximo, para arguição, bem como a candidata para resposta. Tendo a

“Dedico este trabalho aos meus pais, Célio e Consuelo, aos meus irmãos Karina e Daniel, meu cunhado João Gustavo e ao meu sobrinho Miguel e todas as pessoas que acreditaram”.

“As nuvens mudam sempre de posição, mas são sempre nuvens no céu. Assim devemos ser todo dia, mutantes, porém leais com o que pensamos e sonhamos; lembre-se, tudo se desmancha no ar, menos os pensamentos”.

(Paulo Beleki)

AGRADECIMENTOS

A Prof^{ta}. Dr^a. Lucildes Pita Mercuri, pelo aceite em me orientar, por acreditar no trabalho, pelos conhecimentos adquiridos e principalmente pela amizade e o carinho que ela teve comigo durante estes anos..

Ao Prof. Dr. Jivaldo do Rosário Matos, primeiro por permitir que todos os estudantes orientados pela Prof^{ta} Lucildes utilizassem os equipamentos e as instalações do Laboratório de Análise Térmica Prof. Dr. Ivo Giolitto (LATIG) – Instituto de Química – Universidade de São Paulo e, também por toda a amizade e os conhecimentos que ele me forneceu.

Ao Prof. Dr. Flávio de Carvalho Machado, por realizar os ensaios de difração de raios X (DRX), além de permitir que eu conhecesse a técnica, pelas discussões sobre os resultados e pelas considerações no exame de qualificação.

A Prof.^a Dr.^a Luci Diva Brocardo de Machado pelas considerações no exame de qualificação.

Ao Msc. Mery dos Santos Filho, pelas discussões dos resultados dos espectros de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).

Ao Sr. Elder Moscardini, pelo fornecimento das amostras de frutos de jatobá.

Aos meus pais, Célio e Consuelo, por confiarem e acreditarem comigo deste sonho.

Aos meus irmãos Karina e Daniel e ao meu cunhado João Gustavo, por toda força e motivação que deram.

A todas as outras pessoas da minha família, que mesmo com receio, estiveram sempre do meu lado.

Aos amigos de LATIG e LATIEMIG, por toda a força, amizade e paciência que tiveram.

RESUMO

Hymenaea courbaril L. ou jatobá é uma árvore que produz frutos em forma de vagem apresentando casca, polpa, fibra e sementes. Os estudos de produtos naturais são importantes para conhecer a sua composição química e determinar as propriedades terapêuticas. Esse trabalho tem como objetivo principal estudar o comportamento térmico com base na caracterização química e físico-química do fruto de jatobá nas safras de 2010 e 2012. Para isso foram utilizadas as seguintes técnicas analíticas, físico-química e física: análise elementar (AE), termogravimetria/termogravimetria derivada (TG/DTG), calorimetria exploratória diferencial (DSC), espectroscopia de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e difratometria de raios X (DRX). Os resultados de AE indicaram que as amostras CASNL10 e CASNL12 apresentaram maiores teores de carbono, mostrando que há resíduos de polpa e fibra nas amostras CASL10 e CASL12, retirados pela lavagem. Os espectros de FTIR evidenciaram a presença de vários compostos, como: carboidratos, lipídeos, óleos vegetais, celulose, carbonatos e outros para ambas as safras. As curvas TG/DTG das amostras de 2010 indicaram que a decomposição térmica, com exceção da polpa, ocorre em três eventos, e a amostra POL10 em cinco eventos consecutivos. Para a safra de 2012, as amostras CASNL12, CASL12 e SEM12, apresentaram decomposição térmica em três eventos consecutivos, enquanto as amostras POL12 e FIB12 tiveram quatro eventos. O estudo dos intermediários de decomposição térmica é necessário para a compreensão da composição química desse material. Os resultados de AE e FTIR dos intermediários corroboram com os dados obtidos das curvas TG/DTG. Os difratogramas desses intermediários obtidos a 900 °C apresentam cristalinidade, devido à presença de compostos inorgânicos, como verificado pelo FTIR. Com base nos resultados de TG/DTG, DSC e FTIR, pode-se avaliar que o comportamento térmico do fruto mudou entre as safras devido às diferenças nas condições climáticas dos anos precedentes às safras escolhidas. Outra observação importante foi quanto aos resultados de DRX, para a safra de 2010, e TG/DTG e DSC, para a safra de 2012, que caracteriza o processo de lavagem como uma etapa que interfere na composição química da casca de jatobá.

Palavras-chaves: Frutos de jatobá, safras de 2010 e 2012, intermediários de decomposição, TG/DTG, DSC.

ABSTRACT

Hymenaea courbaril L. or jatoba is a tree that provides a fruit-shaped pod that shows skin, pulp, fiber and seeds. Studies of natural products are important to know its composition and determine the therapeutic properties. The knowledge of chemical composition of foods is fundamental. This research work aims to study the thermal behavior based on the chemical and physical-chemical jatoba's fruit for crop years from 2010 and 2012. For this we used the following analytical, physical-chemical and physics technics: elemental analysis (EA), thermogravimetry / derivative thermogravimetry (TG / DTG), differential scanning calorimetry (DSC), absorption spectroscopy in the region of infrared of Fourier transform (FTIR) and X-ray diffraction (XRD). The results of EA indicated that the samples CASNL10 and CASNL12 showed higher levels of carbon, showing that there residues of pulp and fiber which the samples CASL10 and CASL12 were removed by washing. The FTIR spectra evidenced the presence of several compounds, such as: carbohydrates, lipids, vegetable oils, cellulose, carbonates, sulfates and silica for both crops. The results of TG/DTG of the samples of 2010 indicated that the thermal decomposition, with the exception of the pulp, occurs in three events, and the sample POL10 in five consecutive events. For the crop of 2012, CASNL12, CASL12 and SEM12 samples presented the thermal decomposition in three consecutive events, while the POL12 and FIB12 had four events. The study of intermediates thermal decomposition is necessary for understanding the chemical composition of the material. The results of FTIR and AE intermediaries confirm TG / DTG data. The diffractograms of the intermediates obtained at 900 °C present crystallinity, due of the presence of inorganic compounds, as verified by FTIR. Based on the results of TG/DTG, DSC and FTIR, they can evaluate the thermal behavior of the fruit changed between the crops, due to differences in the climatic conditions from previous years to crops chosen. Another important observation were as to the XRD results, for the crop the 2010, and TG/DTG and DSC, for the crop the 2012, which characterizes the washing process as a step that interfere in chemical composition of the bark of jatoba.

Keywords: jatoba fruit, crops of 2010 and 2012, intermediates of thermal decomposition, TG/DTG, DSC.

LISTA DE FIGURAS

	PÁGINA
Figura 1. (a) Árvore de jatobá (<i>Hymenaea courbaril</i> L.); (b) Fruto de jatobá	3
Figura 2. (a) Flor de jatobá; (b) Sementes retiradas do fruto	4
Figura 3. Distribuição global do Jatobá	4
Figura 4. Esquema de determinação de C, H e N por análise elementar. (a) forno de oxidação; (b) coluna de redução com Cu reduzido e (c) coluna cromatográfica	8
Figura 5. Espectro eletromagnético	9
Figura 6. Vibrações típicas dos átomos. Os sinais + e - indicam vibrações perpendiculares ao plano do papel	10
Figura 7. Diagrama esquemático de espectrofotômetro de transformada de Fourier	11
Figura 8. Difração de raios X	13
Figura 9. Esquema de um analisador térmico genérico	14
Figura 10. Exemplos de reações no estado sólido	18
Figura 11. Curva TG/DTG ideal e as temperaturas T_1 e T_2 dos intermediários de decomposição térmica	18
Figura 12. Sobreposição dos espectros da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012	26
Figura 13. Sobreposição dos espectros da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012	28
Figura 14. Sobreposição dos espectros da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012	29
Figura 15. Sobreposição dos espectros da amostra de POL das safras de 2010 e 2012	30
Figura 16. Sobreposição dos espectros da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012	31
Figura 17. Curvas TG e DTG da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012	33
Figura 18. Curvas TG e DTG da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012	35
Figura 19. Curvas TG/DTG das amostras de CASL e CASNL da safra de 2010	36
Figura 20. Curvas TG/DTG das amostras de CASL e CASNL da safra de 2012	37
Figura 21. Curvas TG e DTG da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012	38
Figura 22. Curvas TG e DTG da amostra de POL das safras de 2010 e 2012	39
Figura 23. Curvas TG e DTG da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012	41

	PÁGINA
Figura 24. Curvas DSC da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012	42
Figura 25. Curvas DSC da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012	43
Figura 26. Curvas DSC das amostras de CASL e CASNL da safra de 2010	44
Figura 27. Curvas DSC das amostras de CASL e CASNL da safra de 2012	44
Figura 28. Curvas DSC da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012	45
Figura 29. Curvas DSC da amostra de POL das safras de 2010 e 2012	46
Figura 30. Curvas DSC da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012	46
Figura 31. Difrátogramas de raios X da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012	48
Figura 32. Difrátogramas de raios X da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012	48
Figura 33. Difrátogramas de raios X da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012	49
Figura 34. Difrátogramas de raios X da amostra de POL das safras de 2010 e 2012	49
Figura 35. Difrátogramas de raios X da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012	50
Figura 36. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra CASL10 e seus intermediários de decomposição térmica	53
Figura 37. Difrátogramas de raios X da amostra CASL10 e seus intermediários de decomposição térmica	55
Figura 38. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra de CASL12 e seus intermediários de decomposição térmica	56
Figura 39. Difrátogramas de raios X da amostra CASL12 e seus intermediários de decomposição térmica	58
Figura 40. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra CASNL10 e seus intermediários de decomposição térmica	59
Figura 41. Difrátogramas de raios X da amostra de CASNL10 e seus intermediários de decomposição térmica	61
Figura 42. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra de CASNL12 e seus intermediários de decomposição térmica	62
Figura 43. Difrátogramas de raios X da amostra de CASNL12 e seus intermediários de decomposição térmica	64
Figura 44. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra FIB10 e seus intermediários de decomposição térmica	65
Figura 45. Difrátogramas de raios X da amostra de FIB10 e seus intermediários de decomposição térmica	67
Figura 46. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra FIB12 e seus intermediários de decomposição térmica	68

	PÁGINA
Figura 47. Difrátogramas de raios X da amostra de FIB12 e seus intermediários de decomposição térmica	69
Figura 48. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra POL10 e seus intermediários de decomposição térmica	71
Figura 49. Difrátogramas de raios X da amostra POL10 e seus intermediários de decomposição térmica	73
Figura 50. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra de POL12 e seus intermediários de decomposição térmica	75
Figura 51. Difrátogramas de raios X da amostra POL12 e seus intermediários de decomposição térmica	76
Figura 52. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra de SEM10 e seus intermediários de decomposição térmica	78
Figura 53. Difrátogramas de raios X da amostra SEM10 e seus intermediários de decomposição térmica	79
Figura 54. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra de SEM12 e seus intermediários de decomposição térmica	80
Figura 55. Difrátogramas de raios X da amostra SEM10 e seus intermediários de decomposição térmica	82
Apêndice A - Figura 1. Espectro de FTIR de CASL da safra de 2010	94
Apêndice A - Figura 2. Espectro de FTIR de CASL da safra de 2012	94
Apêndice B - Figura 1. Espectro de FTIR de CASNL da safra de 2010	95
Apêndice B - Figura 2. Espectro de FTIR de CASNL da safra de 2012	95
Apêndice C - Figura 1. Espectro de FTIR de FIB da safra de 2010	96
Apêndice C - Figura 2. Espectro de FTIR de FIB da safra de 2012	96
Apêndice D - Figura 1. Espectro de FTIR de POL da safra de 2010	97
Apêndice D - Figura 2. Espectro de FTIR de POL da safra de 2012	97
Apêndice E - Figura 1. Espectro de FTIR de SEM da safra de 2010	98
Apêndice E - Figura 2. Espectro de FTIR de SEM da safra de 2012	98
Apêndice F - Figura 1. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca lavada da safra de 2010 (CASL10)	99
Apêndice F - Figura 2. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca não lavada da safra de 2010 (CASNL10)	99
Apêndice F - Figura 3. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de fibra da safra de 2010 (FIB10)	99
Apêndice F - Figura 4. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de polpa da safra de 2010 (POL10)	100
Apêndice F - Figura 5. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de semente da safra de 2010 (SEM10)	100
Apêndice G - Figura 1. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca lavada da safra de 2012 (CASL12)	101
Apêndice G - Figura 2. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca não lavada da safra de 2012 (CASNL12)	101

	PÁGINA
Apêndice G - Figura 3. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de fibra de 2012 (FIB12)	101
Apêndice G - Figura 4. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de polpa da safra de 2012 (POL12)	102
Apêndice G - Figura 5. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de semente da safra de 2012 (SEM12)	102
Apêndice H - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASL10	103
Apêndice H - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASL10	103
Apêndice H - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASL10	104
Apêndice I - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASL12	105
Apêndice I - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASL12	105
Apêndice I - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASL12	106
Apêndice J - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASNL10	107
Apêndice J - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASNL10	107
Apêndice J - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASNL10	108
Apêndice K - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASNL12	109
Apêndice K - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASNL12	109
Apêndice K - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASNL12	110
Apêndice L - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1FIB10	111
Apêndice L - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2FIB10	111
Apêndice L - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RFIB10	112
Apêndice M - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1FIB12	113
Apêndice M - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2FIB12	113
Apêndice M - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário 3FIB12	114
Apêndice M - Figura 4. Espectro de FTIR do intermediário RFIB12	114
Apêndice N - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1POL10	115
Apêndice N - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2POL10	115
Apêndice N - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário 3POL10	116
Apêndice N - Figura 4. Espectro de FTIR do intermediário 4POL10	116
Apêndice N - Figura 5. Espectro de FTIR do intermediário RPOL10	117
Apêndice O - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1POL12	118
Apêndice O - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2POL12	118
Apêndice O - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário 3POL12	119
Apêndice O - Figura 4. Espectro de FTIR do intermediário RPOL12	119
Apêndice P - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1SEM10	120
Apêndice P - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2SEM10	120
Apêndice P - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RSEM10	121
Apêndice Q - Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1SEM12	122
Apêndice Q - Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2SEM12	122
Apêndice Q - Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RSEM12	123

LISTA DE TABELAS

	PÁGINA
Tabela 1. Regiões espectrais do infravermelho	10
Tabela 2. Eventos térmicos físicos e químicos evidenciados pelas técnicas TG/DTG e DSC	17
Tabela 3. Condições climáticas dos meses de setembro de 2010 e 2012 para a região de Franca-SP	21
Tabela 4. Resultados de AE para as amostras de frutos de jatobá das safras de 2010 e 2012	25
Tabela 5. Bandas características da amostra de CASL nas safras de 2010 e 2012	27
Tabela 6. Bandas características da amostra de CASNL nas safras de 2010 e 2012	28
Tabela 7. Bandas características da amostra de FIB nas safras de 2010 e 2012	30
Tabela 8. Bandas características da amostra de POL nas safras de 2010 e 2012	31
Tabela 9. Bandas características da amostra de SEM nas safras de 2010 e 2012	32
Tabela 10. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012	34
Tabela 11. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012	35
Tabela 12. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012	38
Tabela 13. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de POL das safras de 2010 e 2012	40
Tabela 14. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012	41
Tabela 15. Médias anuais da precipitação total, número de dias de precipitação, precipitação média e umidade relativa média da estação de Franca-SP nos anos de 2009 a setembro de 2012	51
Tabela 16(a). Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a casca lavada	52
Tabela 16(b). Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a casca não lavada	52
Tabela 16(c). Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a fibra	52
Tabela 16(d). Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a polpa	52
Tabela 16(e). Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a semente	52

PÁGINA

Tabela 17. Resultados de AE da amostra CASL10 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	53
Tabela 18. Bandas características da amostra CASL10 e os intermediários de decomposição térmica	54
Tabela 19. Resultados de AE da amostra CASL12 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	55
Tabela 20. Bandas características da amostra CASL12 e os intermediários de decomposição térmica	57
Tabela 21. Resultados de AE da amostra CASNL10 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	58
Tabela 22. Bandas características da amostra CASNL10 e os intermediários de decomposição térmica	60
Tabela 23. Resultados de AE da amostra CASNL12 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	62
Tabela 24. Bandas características da amostra CASNL12 e os intermediários de decomposição térmica	63
Tabela 25. Resultados de AE da amostra FIB10 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	64
Tabela 26. Bandas características da amostra FIB10 e os intermediários de decomposição térmica	66
Tabela 27. Resultados de AE da amostra FIB12 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	67
Tabela 28. Bandas características da amostra FIB12 e os intermediários de decomposição térmica	69
Tabela 29. Resultados de AE da amostra POL10 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	70
Tabela 30. Bandas características da amostra POL10 e os intermediários de decomposição térmica	72
Tabela 31. Resultados de AE da amostra POL12 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	74
Tabela 32. Bandas características da amostra POL12 e os intermediários de decomposição térmica	75
Tabela 33. Resultados de AE da amostra SEM10 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	77
Tabela 34. Bandas características da amostra SEM10 e os intermediários de decomposição térmica	78
Tabela 35. Resultados de AE da amostra SEM12 <i>in natura</i> e os respectivos intermediários de decomposição térmica	80
Tabela 36. Bandas características da amostra SEM12 e os intermediários de decomposição térmica	81

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

1CASL10 – 1º intermediário da casca lavada da safra de 2010

1CASL12 – 1º intermediário da casca lavada da safra de 2012

1CASNL10 – 1º intermediário da casca não lavada da safra de 2010

1CASNL12 – 1º intermediário da casca não lavada da safra de 2012

1FIB10 – 1º intermediário da fibra da safra de 2010

1FIB12 – 1º intermediário da fibra da safra de 2012

1POL10 – 1º intermediário da polpa da safra de 2010

1POL12 – 1º intermediário da polpa da safra de 2012

1SEM10 – 1º intermediário da semente da safra de 2010

1SEM12 – 1º intermediário da semente da safra de 2012

2CASL10 – 2º intermediário da casca lavada da safra de 2010

2CASL12 – 2º intermediário da casca lavada da safra de 2012

2CASNL10 – 2º intermediário da casca não lavada da safra de 2010

2CASNL12 – 2º intermediário da casca não lavada da safra de 2012

2FIB10 – 2º intermediário da fibra da safra de 2010

2FIB12 – 2º intermediário da fibra da safra de 2012

2POL10 – 2º intermediário da polpa da safra de 2010

2POL12 – 2º intermediário da polpa da safra de 2012

2SEM10 – 2º intermediário da semente da safra de 2010

2SEM12 – 2º intermediário da semente da safra de 2012

3FIB12 – 3º intermediário da fibra da safra de 2012

3POL10 – 3º intermediário da polpa da safra de 2010

3POL12 – 3º intermediário da polpa da safra de 2012

4POL10 – 4º intermediário da polpa da safra de 2010

Å – Angstrom

AE – Análise Elementar

Br – Bromo

C – Carbono

C=O – Carbonila

CASL – Casca lavada

CASL10 – Casca lavada safra de 2010

CASL12 – Casca lavada safra de 2012

CASNL – Casca não lavada

CASNL10 – Casca não lavada da safra de 2010

CASNL12 – Casca não lavada da safra de 2012

CH₃ – Metila

Cl – Cloro

CO₂ – Dióxido de carbono ou Gás carbônico

CO₃²⁻ - íon carbonato

Cr – Cromo

Cu – Cobre

d – distância interplanar

dm – derivada da massa

DRX – Difractometria de Raios X

DSC – Calorimetria Exploratória Diferencial

dT – derivada da temperatura

dt – derivada do tempo

DTA – Análise térmica diferencial

DTG – Termogravimetria derivada

EM – Espectrometria de massa

Fe – Ferro

FIB – Fibra

FIB10 – Fibra da safra de 2010

FIB12 – Fibra da safra de 2012

FTIR – Espectroscopia de Absorção na região do Infravermelho com Transformada de Fourier

GC – Cromatografia em fase gasosa

H – Hidrogênio

H₂O – Água

Hz – Hertz

ICP-OES – Espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado

In⁰ – Índio metálico

INMET – Instituto Nacional de Meteorologia

IR – Infravermelho

J g⁻¹ – Joule por grama

KBr – Brometo de potássio

Mo – Molibdênio

N – Nitrogênio

N₂ – Gás nitrogênio

N₂O – Monóxido de nitrogênio

NO₂ – Dióxido de nitrogênio

O – Oxigênio

OH – hidroxila

POL – Polpa

POL10 – Polpa da safra de 2010

POL12 – Polpa da safra de 2012

RCASL10 – Resíduo da casca lavada da safra de 2010

RCASL12 – Resíduo da casca lavada da safra de 2012

RCASNL10 – Resíduo da casca não lavada da safra de 2010

RCASNL12 – Resíduo da casca não lavada da safra de 2012

RFIB10 – Resíduo da fibra da safra de 2010

RFIB12 – Resíduo da fibra da safra de 2012

RPOL10 – Resíduo da polpa da safra de 2010

RPOL12 – Resíduo da polpa da safra de 2012

RSEM10 – Resíduo da semente da safra de 2010

RSEM12 – Resíduo da semente da safra de 2012

S – Enxofre

SEM – Semente

SEM10 – Semente da safra de 2010

SEM12 – Semente da safra de 2012

$\text{sen}\theta$ – seno teta

SiO_2 – Sílica

Sn – Estanho

SO_4^{2-} - Íon sulfato

t – Tempo

T_1 – Temperatura 1

T_2 – Temperatura 2

T_{amb} – Temperatura ambiente

$T_{\text{fusão}}$ – Temperatura de fusão

TG – Termogravimetria

T_{pico} – Temperatura de pico

ν – Estiramento

ν^* - Frequência

ν^{**} - Números de onda

δ – Deformação

ΔH – Entalpia

$\Delta H_{\text{fusão}}$ – Entalpia de fusão

θ – ângulo

λ – Comprimento de onda

μA – microampère

μg – Micrograma

μm – Micrometro

SUMÁRIO

	PÁGINA
RESUMO.....	I
ABSTRACT.....	II
LISTA DE FIGURAS.....	III
LISTA DE TABELAS.....	VII
LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS.....	IX
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1. Descrição botânica.....	3
2.2. Floração e frutificação e obtenção das sementes.....	3
2.3. Ocorrência e utilização.....	4
2.4. Considerações sobre as técnicas de caracterização.....	6
2.5. Análise Elementar (AE).....	7
2.6. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	9
2.7. Difractometria de Raios X (DRX).....	12
2.8. Análise Térmica.....	13
2.8.1. Termogravimetria/Termogravimetria Derivada (TG/DTG).....	15
2.8.2. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	16
2.9. Considerações sobre reações no estado sólido.....	17
3. OBJETIVO.....	20
3.1. Geral.....	20
3.2. Específicos.....	20
4. PARTE EXPERIMENTAL.....	21
4.1. Material.....	21
4.2. Métodos.....	21
4.2.1. Procedimento de coleta.....	21
4.2.2. Preparação da amostra.....	21
4.2.3. Análise Elementar (AE).....	22
4.2.4. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	22
4.2.5. Difractometria de Raios X (DRX).....	22
4.2.6. Termogravimetria/Termogravimetria Derivada (TG/DTG).....	23
4.2.7. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	23
4.2.8. Obtenção dos intermediários de decomposição térmica.....	24
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	25
5.1. Análise Elementar (AE).....	25

	PÁGINA
5.2. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	26
5.3. Termogravimetria/Termogravimetria Derivada (TG/DTG).....	33
5.4. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	42
5.5. Difractometria de Raios X (DRX).....	47
5.6. Considerações sobre as condições climáticas.....	50
5.7. Estudo dos intermediários de decomposição térmica do fruto de jatobá.....	51
5.7.1. Casca lavada safra de 2010 (CASL10).....	52
5.7.2. Casca lavada safra de 2012 (CASL12).....	55
5.7.3. Casca não lavada safra de 2010 (CASNL10).....	58
5.7.4. Casca não lavada safra de 2012 (CASNL12).....	61
5.7.5. Fibra da safra de 2010 (FIB10).....	64
5.7.6. Fibra da safra de 2012 (FIB12).....	67
5.7.7. Polpa da safra de 2010 (POL10).....	70
5.7.8. Polpa da safra de 2012 (POL12).....	74
5.7.9. Semente da safra de 2010 (SEM10).....	77
5.7.10. Semente da safra de 2012 (SEM12).....	79
6. CONSIDERAÇÕES	83
6.1. Considerações sobre o fruto <i>in natura</i>	83
6.1.1. Safra de 2010.....	83
6.1.2. Safra de 2012.....	84
6.2. Considerações sobre os intermediários de decomposição térmica.....	85
6.2.1. Safra de 2010.....	85
6.2.2. Safra de 2012.....	86
6.3. Considerações sobre o trabalho.....	86
7. PERSPECTIVAS DO TRABALHO	88
REFERÊNCIAS	89
APÊNDICE A - Espectros de FTIR das amostras de CASL das safras de 2010 e 2012.....	94
APÊNDICE B - Espectros de FTIR das amostras de CASNL das safras de 2010 e 2012.....	95
APÊNDICE C - Espectros de FTIR das amostras de FIB das safras de 2010 e 2012.....	96
APÊNDICE D - Espectros de FTIR das amostras de POL das safras de 2010 e 2012.....	97

	PÁGINA
APÊNDICE E - Espectros de FTIR das amostras de SEM das safras de 2010 e 2012.....	98
APÊNDICE F - Fotos dos intermediários das amostras de CASL, CASNL, FIB, POL e SEM da safra de 2010.....	99
APÊNDICE G - Fotos dos intermediários das amostras de CASL, CASNL, FIB, POL e SEM da safra de 2012.....	101
APÊNDICE H - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASL da safra de 2010.....	103
APÊNDICE I - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASL da safra de 2012.....	105
APÊNDICE J - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASNL da safra de 2010.....	107
APÊNDICE K - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASNL da safra de 2012.....	109
APÊNDICE L - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de FIB da safra de 2010.....	111
APÊNDICE M - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de FIB da safra de 2012.....	113
APÊNDICE N - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de POL da safra de 2010.....	115
APÊNDICE O - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de POL da safra de 2012.....	118
APÊNDICE P - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de SEM da safra de 2010.....	120
APÊNDICE Q - Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de SEM da safra de 2012.....	122
ANEXO A - Carta de doação dos frutos de jatobá safra de 2010.....	124
ANEXO B - Carta de doação dos frutos de jatobá safra de 2012.....	125
CURRICULUM	126

Introdução

1. INTRODUÇÃO

Os estudos de produtos naturais são importantes para conhecer a sua composição e determinar as propriedades terapêuticas. Porém, estes produtos, uma vez retirados do seu ambiente de origem, estão sujeitos a diferentes tipos de degradação: química e biológica.

Do ponto de vista químico, os produtos naturais sofrem mudanças em suas propriedades devido à perda de voláteis e umidade e oxidação pelo ar, além da possível ocorrência de outras reações químicas. Por isso, é importante o armazenamento correto desses produtos para diminuir ao máximo este parâmetro.

Do ponto de vista biológico, os produtos naturais, tanto no ambiente de origem, como após a sua retirada, estão sujeitos à ação de macro e microrganismo. Muitos produtos apresentam um mecanismo de defesa contra a ação destes organismos, que retardam a degradação.

O conhecimento da composição química dos alimentos é fundamental para avaliar a disponibilidade de nutrientes e o consumo pelas populações, além de verificar a adequação nutricional da dieta, identificar o estado nutricional, desenvolver pesquisas sobre as relações entre dieta e doença, no planejamento agropecuário e na indústria de alimentos, entre outros. Porém, devido às dimensões continentais, o Brasil possui uma infinidade de alimentos, principalmente de origem vegetal, que não foram caracterizados (Núcleo de Estudos e Pesquisa em Alimentação, 2004).

O jatobá (*Hymenaea courbaril* L.) é uma planta da família *Leguminosae* – *Caesalpinioideae* que apresenta nomes diferentes conforme a região de origem, os quais podem citar: jatobá, jutaí, jutaí-açu, jutaí-bravo, jutaí-grande, jataí, jataí-açu, jataí-grande, entre outros (DE MELO, 2005, SILVA, 2001).

Estas árvores apresentam frutos em forma de vagem que contêm: casca espessa de coloração vermelho-escura, polpa farinácea de coloração amarelo-claro, fibras lisas coloração pardo-claro a pardo-escuro e sementes com formato elipsóide de coloração vermelho-escuro (DE MELO, 2005, SILVA, 2001).

O estudo deste fruto se faz importante devido a pouca demanda de trabalhos científicos com intuito de caracterização analítica, físico-química e termoanalítica, ou seja, o mapeamento químico do jatobá pode proporcionar sua aplicação em

Introdução

diferentes setores, tais como: alimentar e farmacêutico. Por isso, esse trabalho de pesquisa se propõe a otimizar e/ou desenvolver métodos físico, físico-químico e analíticos para a obtenção de resultados que contribuirão de maneira eficaz para a identificação e/ou quantificação das substâncias químicas presentes no fruto de jatobá.

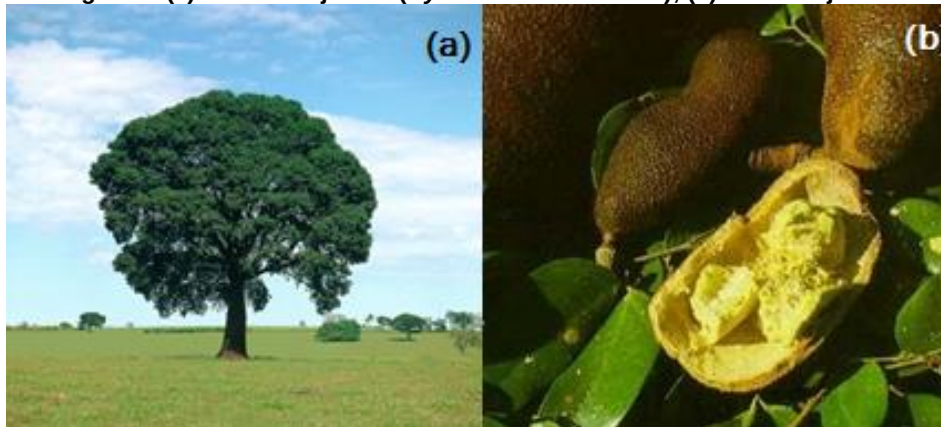
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Descrição botânica

As árvores de jatobá [Figura 1(a)] apresentam 30-45 m de altura com diâmetro de 2 m. A casca é lisa (raramente áspera) possui diâmetro de 3 cm com coloração externa cinza ou castanha acinzentada e a coloração interna é marrom avermelhada. As folhas são pecioladas, bifoliadas e com disposição alternada, as flores são actinomorfas, hermafroditas, unicarpelares e uniloculares.

O fruto [Figura 1(b)] é uma vagem indeiscente, lenhosa, glabra, oblonga a cilíndrica, que mede 8-15 cm de comprimento; o exocarpo (casca) é espesso e vermelho-escuro; o endocarpo (polpa) é farináceo, adocicado e amarelo-claro. As sementes, em número de 2 a 6 por fruto ou mais, apresentam formato obovóide a elipsóide, 1,8-2,8 cm de comprimento, 1,4-2,0 cm de largura, 0,8-1,4 cm de espessura e pesam 2,1-6,2 g; o tegumento é pétreo, liso e pardo-claro a pardo-escuro (DE MELO, 2005, SILVA, 2001).

Figura 1. (a) Árvore de jatobá (*Hymenaea courbaril* L.); (b) Fruto de jatobá



Fonte: Autor, 2013

2.2. Floração e frutificação e obtenção das sementes

Jatobá normalmente apresenta evento reprodutivo que se iniciam entre 8-12 anos de idade. Floresce de dezembro a março e frutificam de julho a novembro (SILVA, 2001).

A Figura 2 (a) mostra a flor de jatobá e a (b) apresenta as sementes, que podem ser obtidas através de coleta do chão ou diretamente na árvore, quando os

Revisão Bibliográfica

frutos apresentarem coloração marrom e começarem a cair espontaneamente. Os frutos devem ser transportados em sacos de rafia para evitar excesso de umidade, aquecimento e proliferação de microrganismos (DE MELO, 2005).

Figura 2. (a) Flor de jatobá; (b) Sementes retiradas do fruto



Fonte: Autor, 2013

2.3. Ocorrência e utilização

O jatobá tem ocorrência do sul do México até grande parte da América Latina, incluindo Guiana Francesa, Suriname, Guiana, Venezuela, Peru, Bolívia, Colômbia e Brasil, como mostrado na Figura 3. No Brasil, por sua vez, ocorre do norte até o sudeste. Normalmente é encontrada em altitudes de até 900 metros com solos arenosos e argilosos em várzeas altas, raramente em campos abertos, e com precipitação anual de 1.500 a 3000 mm (DE MELO, 2005,).

Figura 3. Distribuição global do Jatobá



Fonte: Adaptado de Orwa, 2009

Revisão Bibliográfica

Essa espécie é classificada com espécie clímax, pertencendo ao grupo das indicadoras acompanhantes, ou seja, de ocorrência em mata ciliar ou de várzea, em solo temporário ou permanentemente úmido, sujeito à inundação periódica e sendo ainda frequente nas matas de terra firme (SALVADOR, 1989, SOUZA, 2012).

A polpa é procurada por várias espécies da fauna que dispersam suas sementes, tornando a planta útil nos plantios de áreas degradadas destinadas à recomposição da vegetação arbórea (LORENZI, 1992).

Os frutos de jatobá contém polpa em forma de pó comestível, que contém 3,2 % de açúcar, 1,1 % de gordura e 35,8 % de fibra bruta. A polpa tem seu próprio cheiro peculiar e sabor doce, ligeiramente reminescente de bananas, e, em geral, considerado agradável, porém não atraente. A textura desta polpa é de farinha seca, que na boca, torna-se uma pasta, desagradando a algumas pessoas (ORWA, 2009).

A casca é comum na medicina popular como “cura tudo”, sendo especialmente útil para a tosse, além de ser usado para dar energia e resistência. O chá de jatobá tem sido usado por séculos por povos indígenas da Bacia Amazônica como um tônico para os sistemas respiratório e urinário (ORWA, 2009).

Jatobá é conhecido por sua capacidade de combater fungos e leveduras, tais como *Candida albicans*. O extrato da casca de jatobá apresenta substâncias que combatem a fadiga e pode ser utilizado como suplemento alimentar. O jatobá contém terpenóides ou compostos fenólicos que possuem atividade antibactericida (SASAKI, 2009, ORWA, 2009).

A casca macerada é usada para diarreia. A seiva, as folhas e a casca são, também, utilizadas medicinalmente para cistite, hepatite, prostatite e tosse. A seiva também pode ser empegada para o tratamento de bronquite. O fruto é utilizado no tratamento de úlceras da boca (ORWA, 2009).

O jatobá pode fornecer uma farinha que apresenta um elevado conteúdo de fibra alimentar total e o seu consumo é importante para os seres humanos para a prevenção de doenças crônicas. A fibra alimentar apresenta diversos efeitos fisiológicos como: alteração nas funções gastrointestinais, redução dos níveis de colesterol, glicemia e insulina pós-prandial. Esta farinha pode ser misturada com a de trigo para a fabricação de biscoitos, “snacks” e “cookies” (SILVA, 2001).

As sementes deste fruto contêm xiloglucanas, galactomananas, que são as principais hemiceluloses presente na parede celular de dicotiledôneas, que são utilizadas na fabricação de papéis (MATUDA, 2005) e galactoxiloglucanas que

Revisão Bibliográfica

funcionam como polissacarídeos de armazenamento (FREITAS, 2004). Lucyszyn relata que xiloglucanas extraídas da semente, ao serem modificadas podem ser utilizadas na encapsulação de fármacos (LUCYSZYN, 2009).

A *Hymenaea courbaril* fornecem madeira de ótima qualidade, valiosas resinas, frutos comestíveis, a casca é rica em tanino e apresenta usos medicinais diversos (DE MELO, 2004). As resinas retiradas do tronco desta árvore contêm terpenóides que são utilizadas como componentes protetores de pinturas e esculturas policromadas, além de serem utilizadas como componentes de vernizes utilizados em brinquedos, carroças e carruagens, móveis, violinos e instrumentos musicais (DOMÉNECH-CARBÓ, 2009).

Miyake descreve que o chá da polpa do fruto apresenta procianidinas (taninos condensados) oligoméricas que têm efeitos benéficos para encefalomielite autoimune experimental e redução dos sintomas de artrite em ratos (MIYAKE, 2008).

Orsi relata que o extrato metanólico da casca de jatobá-do-cerrado (*Hymenaea stigonocarpa* Mart. ex Hayne) apresenta atividade antidiarreica, cicatrizante e gastro-protetora e a dieta com a polpa do fruto demonstrou efeitos curativos de úlceras peptídicas. E o extrato e a polpa apresentaram efeitos curativos de úlceras duodenais. Esses efeitos observados foram atribuídos ao efeito antioxidante, devido à presença de taninos condensados e flavonoides (ORSI, 2012).

O jatobá também é utilizado para o reflorestamento, porque ele está presente em terrenos bem drenados, e não pode faltar no reflorestamento heterogêneo e na arborização de parques e jardins (CARVALHO, 2003).

2.4. Considerações sobre as técnicas de caracterização

Um dos pontos mais importantes de um estudo científico é o conhecimento do seu objeto de estudo. No caso de trabalhos científicos realizados na área de química, além do levantamento bibliográfico, a forma utilizada para o conhecimento do material de estudo é utilizando as técnicas de caracterização, as quais podem ser divididas em: analítica, física e físico-química.

As técnicas de caracterização analítica irão fornecer a composição química do material de estudo, ou seja, os átomos e/ou moléculas que o compõem, porém, para isso, é necessária a destruição da amostra. No entanto, a caracterização física

Revisão Bibliográfica

indica as propriedades físicas do objeto de estudo, por exemplo, a estruturação, a cristalinidade, e etc. Em geral, neste tipo de caracterização não há destruição da amostra. E, por fim, a caracterização físico-química irá auxiliar na determinação da composição química do material, além de mostrar os fenômenos físicos que podem ocorrer na amostra durante a análise. Em algumas técnicas podem ocorrer à destruição da amostra.

Nesse trabalho serão discutidas seis técnicas que foram utilizadas para caracterizar o fruto de jatobá, tais como: Análise Elementar (AE), que fornece a porcentagem dos átomos presentes na amostra; Espectroscopia de Absorção na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), que identifica as bandas estruturais das classes dos compostos químicos presentes na amostra; Difratometria de Raios X (DRX), que tem a função de identificar a estrutura cristalina ou amorfa dos compostos; Termogravimetria/termogravimetria derivada (TG/DTG) e a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), que evidenciam o perfil térmico do material em estudo.

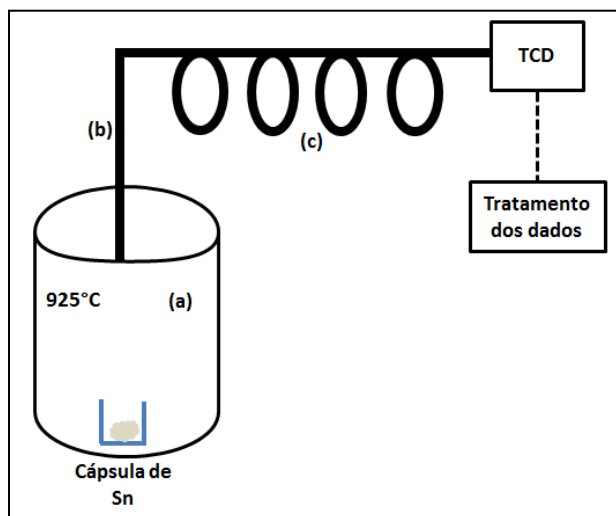
2.5. Análise Elementar (AE)

A técnica de análise elementar tem o intuito de determinar a porcentagem de carbono (C), hidrogênio (H), nitrogênio (N), enxofre (S), oxigênio (O), cloro (Cl) e bromo (Br) de um determinado analito (MIYANO, 1996). É uma técnica limitada para apenas alguns átomos, mas muito utilizada por ser barata e rápida, uma vez que a amostra não precisa passar por nenhum pré-tratamento.

Um analisador elementar constitui-se, basicamente, das seguintes partes: (a) forno de oxidação; (b) coluna de redução com cobre (Cu) reduzido; (c) coluna cromatográfica, como mostrado na Figura 4.

Revisão Bibliográfica

Figura 4. Esquema de determinação de C, H e N por análise elementar. (a) forno de oxidação; (b) coluna de redução com Cu reduzido e (c) coluna cromatográfica



Fonte: Adaptado de MIYANO, 1996

A amostra (líquida, sólida ou pastosa) é colocada em uma cápsula de estanho (Sn) e em seguida esta cápsula é introduzida no Analisador Elementar. A amostra é então incinerada na temperatura de 925 °C para que haja a liberação dos gases CO_2 , H_2O e óxidos de nitrogênio (N_xO_y) que serão reduzidos a N_2O .

Na presença de Trióxido de Cromo e Óxido de Cobalto e Prata, o carbono e nitrogênio orgânico são oxidados a CO_2 e NO_2 . O tubo de combustão contém sais de prata, vanádio e tungstênio, que tem a finalidade de reter outras substâncias durante a combustão. Os voláteis serão carregados, para a coluna de Cu reduzido, aonde irá ocorrer à oxidação de todo NO_2 a N_2 . Os voláteis, CO_2 , H_2O e N_2 , passam por uma coluna cromatográfica empacotada com sílica, são separados por ordem de polaridade: $\text{N}_2 < \text{CO}_2 < \text{H}_2\text{O}$, e são detectados por um detector de condutividade térmica (MIYANO, 1996).

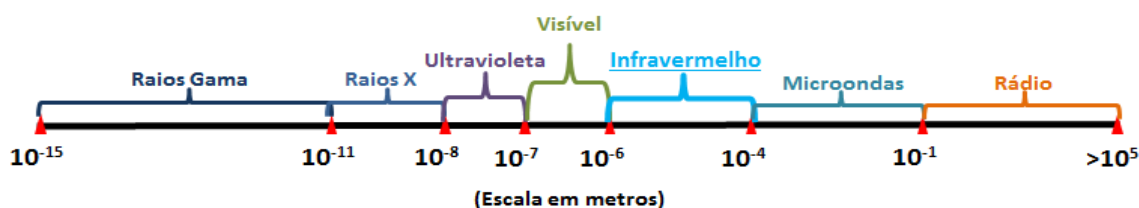
A análise elementar, completamente com outras técnicas, permite a determinação composicional de C, H e N, possibilitando a compreensão da natureza do material estudado.

2.6. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica utilizada para determinar as funções orgânicas e inorgânicas presentes na amostra. Esta técnica estuda a interação da radiação eletromagnética com a matéria.

O espectro eletromagnético é composto por um conjunto de radiações, que são divididas em regiões, que, por sua vez, são agrupadas por uma faixa específica de comprimento de onda (SHRIVER, 2008; BATSCHAUER, 2002). A radiação do infravermelho está compreendida entre 10^{-4} e 10^{-6} m, como mostrada na Figura 5.

Figura 5. Espectro eletromagnético



Fonte: Adaptado de SHRIVER, 2008

Para que ocorra a absorção da radiação de infravermelho é necessário que haja uma variação do momento de dipolo elétrico da molécula como consequência do seu movimento vibracional ou rotacional, ou seja, os espectros de absorção no infravermelho se originam quando a radiação eletromagnética incidente tem uma componente com frequência correspondente a uma transição entre dois níveis vibracionais (RABELO NETO, 2009).

As vibrações dos átomos no interior de uma molécula normalmente ocorrem com energia que compreende a região do espectro eletromagnético correspondente ao infravermelho (IR) (número de onda que varia entre 12800 a 10 cm^{-1} , ou com comprimentos de onda de $0,78$ a $1000\text{ }\mu\text{m}$). O espectro de IR é usualmente dividido em três regiões (IR-próximo, IR-médio e IR-distante). A Tabela 1 fornece os limites aproximados de cada uma das regiões (SKOOG, 2009).

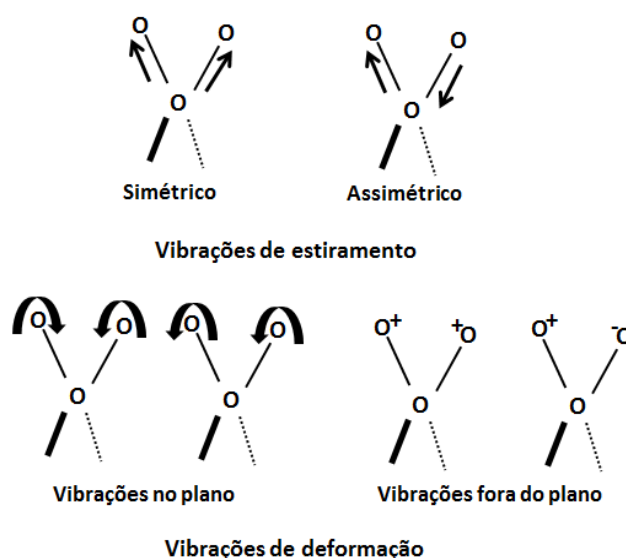
Tabela 1. Regiões espectrais do infravermelho

Região	Comprimento de onda (λ) / μm	Número de onda (ν^{**})/ cm^{-1}	Frequência (ν^*) / Hz
Próximo	0,78 a 2,5	12 800 a 4 000	$3,8 \times 10^{14}$ a $1,2 \times 10^{14}$
Médio	2,5 a 50	4 000 a 200	$1,2 \times 10^{14}$ a $6,0 \times 10^{12}$
Distante	50 a 1 000	200 a 10	$6,0 \times 10^{12}$ a $3,0 \times 10^{11}$
Mais usada	2,5 a 15	4 000 a 670	$1,2 \times 10^{14}$ a $2,0 \times 10^{13}$

Fonte: SKOOG, 2009

A absorção na região do infravermelho é causada por movimentos rotacionais e vibracionais dos grupos moleculares e ligações químicas de uma molécula. Existem duas vibrações fundamentais: estiramento, na qual os átomos permanecem no mesmo eixo da ligação, e a distância entre eles aumentam e diminuem, e a deformação, na qual as posições dos átomos mudam em relação ao eixo de ligação original, existem quatro tipos: tesoura (scissoring ou bending), balanço (rocking), sacudida (wagging) e torção (twisting). Quando a luz infravermelha é incidida, com a mesma frequência de vibração de estiramento ou deformação, sobre a amostra, a energia é absorvida e a amplitude da vibração aumenta, esta energia de absorção é detectada pelo equipamento, que o registra como um pico naquele comprimento de onda. A Figura 6 ilustra vibrações típicas dos átomos (DOS SANTOS, 2006).

Figura 6. Vibrações típicas dos átomos. Os sinais + e – indicam vibrações perpendiculares ao plano do papel

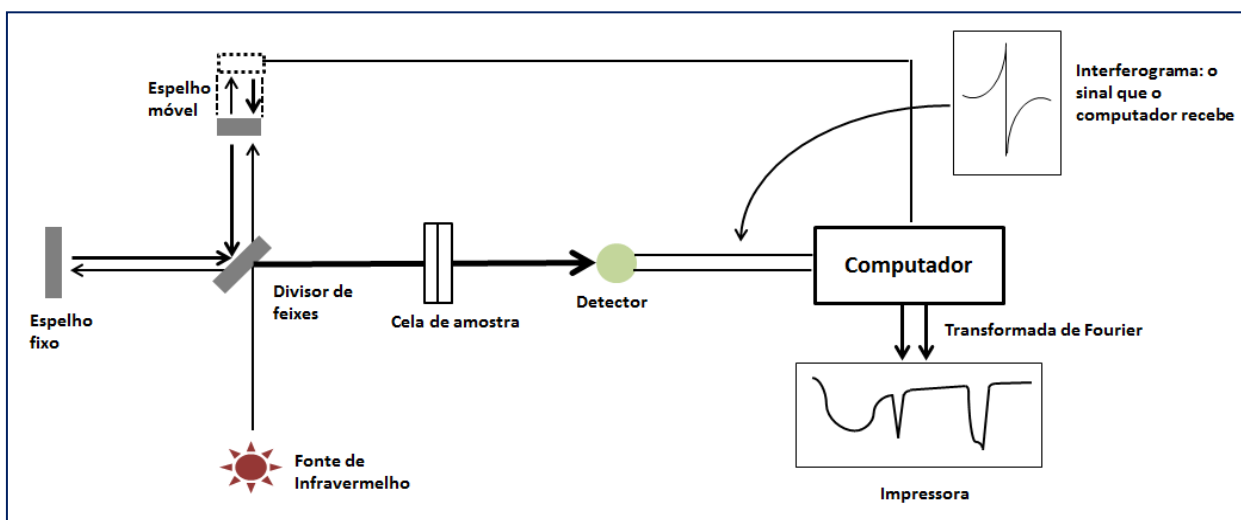


Fonte: Adaptado de DOS SANTOS, 2006

Revisão Bibliográfica

A Figura 7 é um diagrama esquemático de um FTIR. Esse equipamento utiliza um interferômetro para manipular a energia enviada à amostra. Nesse interferômetro, a energia da fonte atravessa um divisor de feixes, um espelho posicionado em um ângulo de 45° em relação à radiação que entra, separando-a em dois feixes perpendiculares: um segue na direção original e o outro é desviado por um ângulo de 90° . Esse feixe desviado vai para um espelho fixo, e é refletido de volta para o divisor de feixes. O movimento do espelho faz variar a trajetória do segundo feixe. Quando os dois feixes se encontram no divisor, eles se recombinaem, mas as diferenças de caminhos (diferentes extensões da onda) dos dois feixes causam interferências construtivas e destrutivas. O feixe combinado contendo esses padrões de interferência dá origem ao interferograma, que contém toda energia radiativa que veio da fonte, além de uma grande faixa de comprimentos de onda (PAVIA, 2010).

Figura 7. Diagrama esquemático de espectrofotômetro de transformada de Fourier



Fonte: Adaptado de PAVIA, 2010

O feixe gerado pela combinação atravessa a amostra. Quando isso ocorre, a amostra absorve de forma simultânea todos os comprimentos de onda normalmente encontrados em seu espectro infravermelho. O sinal do interferograma modificado que chega ao detector contém informações sobre a quantidade de energia absorvida em cada comprimento de onda. Então, o computador irá comparar o interferograma modificado com o produzido por um feixe de laser de referência para obter um

Revisão Bibliográfica

padrão de comparação. O resultado obtido é um interferograma que relaciona intensidade *versus* tempo (PAIVA, 2010).

Para obter o espectro de infravermelho da amostra comumente conhecido, ou seja, da transmitância *versus* número de onda, é necessário realizar um cálculo matemático chamada Transformada de Fourier que irá extrair as frequências individuais que foram absorvidas e então será possível reconstruir o espectro. A vantagem do equipamento de FTIR está nas maiores velocidade e sensibilidade quando comparado com um instrumento dispersivo (PAIVA, 2010).

2.7. Difratometria de raios X (DRX)

A difratometria de raios X corresponde a uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos, encontrando aplicações em diversos campos do conhecimento, mais particularmente na engenharia e ciências de materiais, engenharias metalúrgica, química e de minas, além de geociências, dentre outros.

Os raios X ao atingirem um material podem ser espalhados elasticamente, sem perda de energia pelos elétrons de um átomo (dispersão ou espalhamento coerente). O fóton de raios X após a colisão com o elétron muda sua trajetória, mantendo, porém, a mesma fase e energia do fóton incidente. Sob o ponto de vista físico, pode-se dizer que a onda eletromagnética é instantaneamente absorvida pelo elétron e reemitida; portando, cada elétron atua como centro de emissão de raios X (CULLITY, 1978).

Se os átomos que geram o espalhamento estiverem arranjos de maneira sistemática, como em uma estrutura cristalina, apresentando entre eles distâncias próximas ao do comprimento de onda da radiação incidente, pode-se verificar que as relações de fase entre os espalhamentos tornam-se periódicas e que efeitos de difração dos raios X podem ser observados em vários ângulos (CULLITY, 1978).

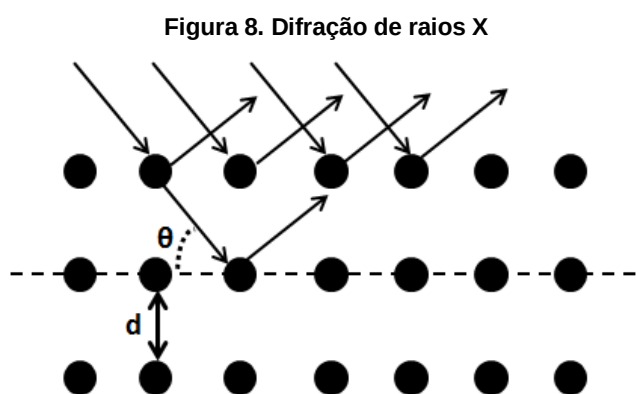
Se considerarmos dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, as condições para que ocorra a difração de raios X (interferência construtiva ou numa mesma fase) vão depender da diferença de caminho percorrida pelos raios X e o comprimento de onda da radiação incidente. Tal condição é expressa pela lei de Bragg, como representada pela Equação 1 (CULLITY, 1978). Onde λ é o comprimento de onda da radiação incidente, “n” é a ordem de difração e é um

Revisão Bibliográfica

número inteiro, “d” é a distância interplanar para o conjunto de planos hkl (índice de Miller) da estrutura cristalina e θ é o ângulo de incidência dos raios X (medido entre o feixe incidente e os planos cristalinos).

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

A Figura 8 representa o fenômeno de difração de raios X.



Fonte: Autor, 2013

A intensidade difratada, dentre outros fatores, é dependente do número de elétrons no átomo; adicionalmente, os átomos são distribuídos no espaço, de tal forma que os vários planos de uma estrutura cristalina possuem diferentes densidades de átomos ou elétrons, fazendo com que as intensidades difratadas sejam, por consequência, distintas para os diversos planos cristalinos (CULLITY, 1978).

Como a equação de Bragg refere-se a radiações monocromáticas, serão abordadas as fontes de raios X empregadas e os dispositivos adotados para tornar esta radiação monocromática (CULLITY, 1978).

2.8. Análise Térmica

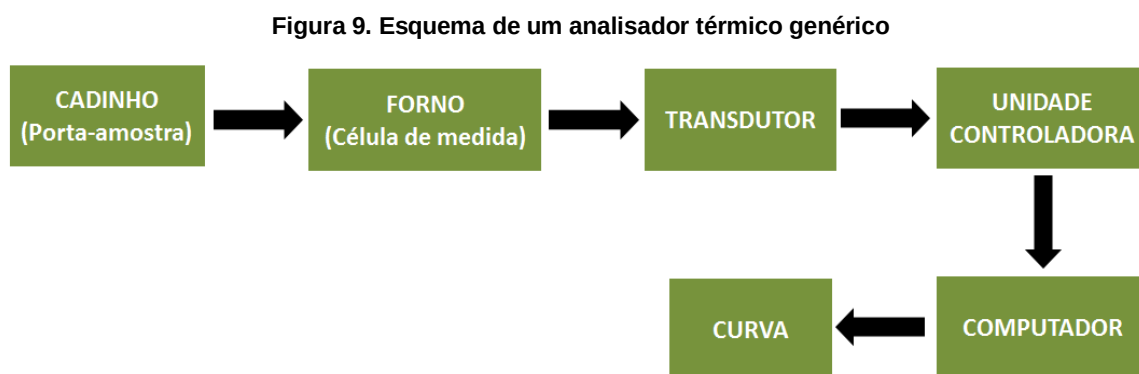
A análise térmica é um conjunto de técnicas que mede uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos reação em função do tempo ou da temperatura enquanto a substância é submetida a um programa controlado de temperatura.

Revisão Bibliográfica

Uma técnica térmica será considerada termoanalítica se seguir os seguintes critérios:

- 1°. Uma propriedade física deve ser mensurada;
- 2°. O resultado deve ser expresso (direta ou indiretamente) em função da temperatura;
- 3°. A análise deve ser realizada sob um programa controlado de temperatura (SALVIO NETO, 2010; ARAUJO, 2009 (A); ARAUJO, 2009 (B); GIL, 2010; MOTHÉ, 2009; WENDLANDT, 1985; BROWN, 2004).

Um analisador térmico genérico (Figura 9) é constituído por um forno, um transdutor de sinal, uma unidade controladora e um microcomputador. O forno é a célula de medida, no qual a amostra é aquecida ou resfriada.



Fonte: Autor, 2013

O transdutor é o responsável pela conversão e monitoramento da propriedade medida em sinais elétricos. Os transdutores podem ser termopares, balança, sensor calorimétrico, medidor de deslocamento, dentre outros. Na unidade controladora há a transferência das informações necessárias ao equipamento, por exemplo, razão de aquecimento, faixa de temperatura e tipo de atmosfera, para realizar a medida, e também é responsável por receber o sinal do transdutor. O interfaceamento a um computador é necessário para que este controle toda a operação de comando do sistema, desde o estabelecimento dos parâmetros até o registro da curva.

As técnicas mais utilizadas são termogravimetria/termogravimetria derivada (TG/DTG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC), estas técnicas são empregadas com intuito de desenvolver diferentes tipos de estudos, por exemplo, estabilidade e decomposição térmica, caracterização de materiais, desidratação, cinética de reação, estequiometria, determinações entálpicas, transição vítrea,

transição cristalina, mudança de estado, entre outros. Além do desenvolvimento de diferentes estudos, as técnicas de análise térmica podem ser aplicadas a diversos materiais, tais como, catalisadores, minerais, cerâmicas, polímeros, petroquímicos, combustíveis, materiais biológicos, produtos naturais, alimentos (ênfoque deste trabalho), entre outros (GOMES, 2007).

2.8.1. Termogravimetria/Termogravimetria Derivada (TG/DTG)

A termogravimetria (TG) é uma técnica que mensura a variação de massa da amostra, perda ou ganho, em função da temperatura e/ou do tempo enquanto que a amostra é submetida a um programa controlado de temperatura. Com esta técnica é possível determinar as alterações que o aquecimento provoca na massa da amostra estudada, permitindo estabelecer a temperatura em que começam a se decompor, acompanhar o andamento de reações de desidratação, de decomposição, entre outros (WENDLANDT, 1986).

A avaliação das variações de massa de um material em função da temperatura é realizada mediante uma termobalança (associação forno-balança), a qual permite execução dos experimentos sob inúmeras condições experimentais, como: variáveis razões de aquecimento, diferentes massas de amostra e atmosferas gasosas, e outras. Os resultados obtidos são dados a partir de curvas que fornecem as informações sobre a estabilidade térmica, a composição da amostra e a estabilidade dos compostos intermediários e do produto final (MATOS, 2004).

Na termogravimetria derivada (DTG), as curvas obtidas são registradas a partir das curvas TG e correspondem à derivada primeira da variação de massa em relação ao tempo (dm/dt) que é registrada em função da temperatura (T) ou do tempo (t), conforme a Equação 2.

$$dm/dt = f(T \text{ ou } t) \quad (2)$$

ou ainda, à derivada primeira da variação de massa em relação à temperatura (dm/dT) que é registrada em função da temperatura ou do tempo, conforme a Equação 3.

$$dm/dT = f(T \text{ ou } t) \quad (3)$$

Como em qualquer técnica instrumental, há um grande número de fatores que afetam a precisão, exatidão e a natureza dos resultados experimentais, pode-se citar a razão de aquecimento, natureza da atmosfera, a quantidade de amostra, entre outros (MACKENZIE, 1985).

2.8.2. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A técnica de DSC avalia as variações entálpicas que ocorrem com uma determinada amostra durante um processo de aquecimento ou resfriamento. Nesta técnica mede-se a diferença de energia fornecida à amostra e a um material de referência em função da temperatura enquanto estão sendo submetidas a uma programação controlada de temperatura.

De acordo com o método de medida utilizado, tem-se o DSC de compensação de potência ou o DSC de fluxo de calor.

No DSC de compensação de potência a amostra e a referência são aquecidas ou resfriadas em compartimentos separados. Deste modo, se a amostra sofre alteração de temperatura em função de um evento exotérmico ou endotérmico, ocorre uma variação de potência do forno correspondente, de forma a anular essa diferença.

No DSC de fluxo de calor a amostra e a referência são aquecidas ou resfriadas no mesmo compartimento, este equipamento foi desenvolvido a partir da análise térmica diferencial (DTA), que difere da técnica de DSC por ser um método semi-quantitativo.

Uma análise de DSC permite verificar o comportamento entálpico da amostra, ou seja, todo e qualquer evento térmico que envolver uma variação de energia, na forma de entalpia, será verificado. Portanto, a essa técnica avalia tanto eventos físicos quanto químicos que ocorrem em função da temperatura, diferindo da técnica de TG, na qual se avaliam os eventos químicos e físicos, desde que, envolva uma variação de massa.

A Tabela 2 mostra os eventos térmicos que as técnicas de TG/DTG e DSC detectam, separando-os em duas categorias: físicos e químicos.

Tabela 2. Eventos térmicos físicos e químicos evidenciados pelas técnicas TG/DTG e DSC

Tipo de evento	Técnica	
	TG/DTG	DSC
FÍSICO	Absorção Adsorção Dessorção Evaporação Sublimação	
		Cristalização Fusão Sublimação Transição cristalina Transição vítrea
QUÍMICO	Decomposição Oxidação Redução	

Fonte: Adaptado de ARAUJO, 2009 (A)

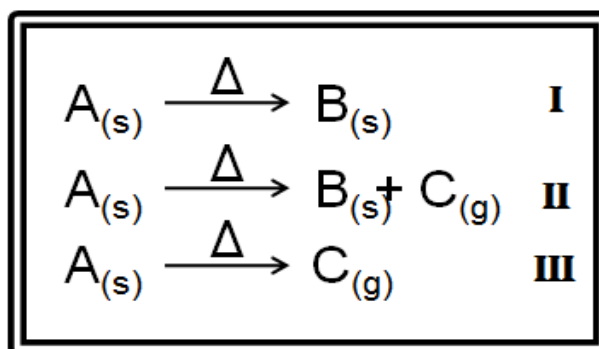
Esta separação deve-se ao tipo de reação que ocorre, por exemplo, se a reação não alterar a composição química do composto, então se trata de um evento de natureza física, porém, se houver alguma alteração da composição química da amostra, então, o evento é caracterizado como químico.

2.9. Considerações sobre reações no estado sólido

As reações no estado sólido são reações que ocorrem quando os reagentes, sendo que pelo menos um destes reagentes tem que estar no estado sólido, interagem quimicamente formando novas substâncias (produtos).

Há vários tipos de reações no estado sólido, algumas são mostradas na Figura 10. A reação I são reações típicas de transformações polimórficas, por exemplo, grafite $\leftrightarrow$ diamante, a reação II trata-se de reações típicas de degradação de materiais sólidos, por exemplo, decomposição térmica de fármacos, alimentos e etc. e a reação III trata-se de reações típicas de fenômenos de adsorção/dessorção (VAN VLACK, 2000).

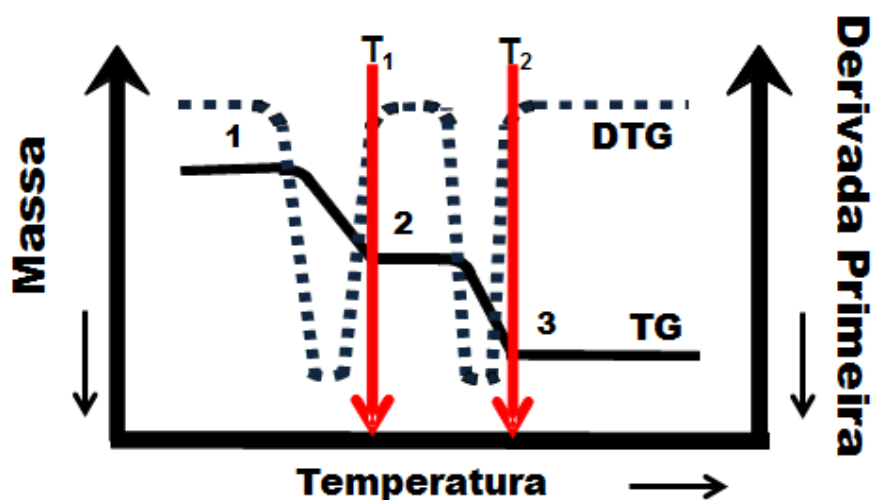
Figura 10. Exemplos de reações no estado sólido



Fonte: Autor, 2013

Neste trabalho há identificação dos fenômenos químicos observados nas reações descritas na Figura 10 a predominâncias das reações II. Em alimentos, estas reações ocorrem pela decomposição da matéria orgânica, seja com base na ação de microrganismos ou na ação da temperatura, contudo este último fator é o enfoque deste trabalho. Uma das formas para se verificar esta reação é pela coleta dos compostos intermediários de decomposição térmica, ou seja, os compostos que na reação II estão representados por $B_{(s)}$.

A temperatura de coleta dos intermediários proveniente da decomposição térmica pode ser determinada com base na temperatura de estabilidade observada na curva termogravimétrica (TG). A Figura 11 mostra uma curva TG ideal e as temperaturas de coleta dos intermediários (T_1 e T_2).

Figura 11. Curva TG ideal e as temperaturas T_1 e T_2 dos intermediários de decomposição térmica

Fonte: Autor, 2013

Revisão Bibliográfica

Após determinar as temperaturas dos intermediários, uma forma de obtenção é submeter a amostra a um aquecimento em um forno até a temperatura T_1 , para a obtenção do intermediário I, ou até T_2 , para a obtenção do intermediário II, com a mesma razão de aquecimento e atmosfera utilizadas para a obtenção da curva TG, mantendo em isoterma por um tempo t . Em seguida, submete-se a amostra ao resfriamento a temperatura ambiente (T_{amb}). Deve-se ressaltar que este método foi desenvolvido nesse trabalho.

Objetivos

3. OBJETIVOS

3.1. Geral

Caracterizar e mapear por métodos físico, químico, físico-químico e termoanalíticos o fruto de jatobá.

3.2. Específicos

- ✓ Caracterizar por técnicas física, química e físico-química os frutos de jatobá utilizando a difração de raios X (DRX), análise elementar (AE) e espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR).
- ✓ Estudar o comportamento térmico desse fruto por termogravimetria/termogravimetria derivada (TG/DTG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC).
- ✓ Caracterizar por técnicas físico-químicas os intermediários de decomposição térmica utilizando, especificamente, a AE, FTIR e DRX.
- ✓ Correlacionar os dados termoanalíticos com os dados físicos, químicos e físico-químicos a fim de quantificar e identificar as substâncias presentes nas amostras.

Parte Experimental

4. PARTE EXPERIMENTAL

4.1. Material

Nesse estudo foram utilizadas amostras de frutos de jatobá das safras de 2010 e 2012¹ obtidos, por doação, de uma fazenda na região de Franca – SP. As cartas de doação encontram-se nos Anexos A e B.

4.2. Métodos

4.2.1. Procedimento de coleta.

Os frutos foram coletados diretamente da mesma árvore nos meses de setembro de 2010 e 2012. As condições climáticas mensuradas na estação de coleta de dados meteorológicos de Franca-SP (Latitude: -20.58°; Longitude: -47.36° e Altitude: 1026.20 m) do Instituto Nacional de Meteorologia (INMET) encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3. Condições climáticas dos meses de setembro de 2010 e 2012 para a região de Franca-SP

Ano	Médias mensais			
	Precipitação Total / mm	Número de dias de Precipitação	Precipitação Média / mm	Umidade Relativa Média / %
2010	101,0	8	3,37	53,1
2012	85,9	5	2,86	50,3

Fonte: Dados da Rede do INMET

Os frutos foram armazenados em sacos de rafia e transportados dentro de caixas de papelão até serem utilizados para estudo.

4.2.2. Preparação da amostra

Os frutos de ambas as safras foram divididos em: semente (SEM), polpa (POL), fibras (FIB), casca lavada (CASL) e casca não lavada (CASNL). A casca foi submetida a uma lavagem com água destilada para a remoção de resíduos de polpa

¹Foram utilizadas essas safras seguindo o procedimento de amostragem característico da área ambiental.

Parte Experimental

e fibra e foi seca à temperatura ambiente. Com intuito de comparação foram realizados os estudos com a casca não lavada.

Com exceção de POL, todas as amostras foram processadas em liquidificador, para aumentar as superfícies de contato. Também, com exceção de POL, todas as amostras trituradas foram submetidas à peneiração (peneira 60 mesh), a fim de homogeneizar o tamanho de partícula desses materiais e aumentar a superfície de contato.

4.2.3. Análise Elementar (AE)

Os teores percentuais de carbono, hidrogênio e nitrogênio das amostras foram determinados na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de São Paulo, utilizando um equipamento Elemental Analysis, modelo 2400, da marca Perkin Elmer. O equipamento foi calibrado com acetanilida e a precisão das determinações é de 0,3 %.

4.2.4. Espectroscopia de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de FTIR serão obtidos por um espectrômetro de absorção da marca BOMEM, modelo MB102, na região de 4000 a 400 cm^{-1} e registrados como transmitância vs número de ondas. As amostras foram trituradas, dispersas em KBr, prensadas para formação de pastilhas e adaptadas ao porta amostra para registro dos espectros. Estes ensaios foram realizados na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de São Paulo.

4.2.5. Difratometria de raios X (DRX)

Os difratogramas de raios X foram obtidos pelo equipamento Siemens/Brucker modelo D5000, operando com 40KW e 40 μA , irradiação $\text{K}\alpha$ do Cu ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$). A varredura foi medida no intervalo de 5 a 65° (2 θ). As amostras foram prensadas em lâminas de vidro fosco. Estes ensaios foram realizados no Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo.

Parte Experimental

4.2.6. Termogravimetria/termogravimetria derivada (TG/DTG)

A técnica de termogravimetria/termogravimetria derivada (TG/DTG) permite avaliar o comportamento térmico das amostras estudadas. Para os ensaios foi utilizada uma termobalança TGA-51, da marca Shimadzu, que permite uma detecção de variação de massa de $\pm 1 \mu\text{g}$, que pode operar com capacidade máxima de 2000 mg e o forno permite realizar aquecimentos de temperatura ambiente (T_{amb}) à 1500 °C.

As curvas TG/DTG foram obtidas na faixa de temperatura de T_{amb} até 900 °C, sob atmosfera dinâmica de ar, com vazão (β) de 50 mL min⁻¹, com razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹, utilizando cadinho de platina contendo massa de amostra de, aproximadamente, 50 mg. O equipamento é previamente calibrado empregando-se uma amostra padrão de oxalato de cálcio monohidratado. Periodicamente era realizado, nas mesmas condições experimentais, um ensaio com cadinho vazio para obtenção da curva em branco, para posterior correção da linha de base do equipamento.

4.2.7. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

As curvas DSC foram obtidas utilizando uma célula calorimétrica, modelo DSC-50, da marca Shimadzu, sob atmosfera dinâmica de N₂ (β = 100 mL min⁻¹) e razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹, no intervalo de temperatura de T_{amb} a 550 °C, em cápsulas de alumínio parcialmente fechadas e massa de amostra de, aproximadamente, 2 mg.

Antes dos ensaios foram obtidos curvas em branco, nas mesmas condições experimentais, para avaliar a linha de base do sistema. A célula DSC utilizada foi calibrada empregando a substância padrão In⁰ metálico ($T_{\text{fusão}} = 156,6 \text{ °C}$; $\Delta H_{\text{fusão}} = 28,7 \text{ J g}^{-1}$) com pureza de 99,99 %.

Os resultados de TG/DTG e DSC foram tratados empregando o software TA-60 que faz parte da instrumentação. Os ensaios de TG/DTG e DSC foram realizados no Laboratório de Análise Térmica Prof. Dr. Ivo Giolito no Instituto de Química da Universidade de São Paulo.

Parte Experimental

4.2.8. Obtenção dos intermediários de decomposição térmica

Os intermediários de decomposição térmica foram obtidos submetendo as amostras a aquecimento em forno tubular marca EDG modelo EDG 10P-S, em cadinhos de porcelana, massa de amostra variando de 1 a 5 g, com razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, atmosfera dinâmica de ar ($\sim 50\text{ mL min}^{-1}$). A temperatura variou de T_{amb} até a temperatura de coleta do intermediário desejado, que foi previamente determinada pelas curvas TG/DTG, permanecendo em isoterma na temperatura do intermediário por 25 min. Após o resfriamento a temperatura ambiente, os intermediários foram coletados e caracterizados pelas técnicas de Análise Elementar (AE), Espectroscopia de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e Difractometria de raios X (DRX).

Resultados e Discussão

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Análise Elementar (AE)

Os resultados de AE mostram a porcentagem de carbono (C), nitrogênio (N) e hidrogênio (H) presentes nas amostras. A Tabela 4 ilustra as porcentagens desses elementos nas amostras: CASL, CASNL, FIB, POL e SEM *in natura* dos frutos de jatobá da safra de 2010 e 2012.

Tabela 4. Resultados de AE para as amostras de frutos de jatobá das safras de 2010 e 2012

Amostra	2010			2012		
	C/%	H/%	N/%	C/%	H/%	N/%
CASL	49,3	6,4	0,3	54,6	7,3	0,6
CASNL	54,3	6,4	0,4	56,9	7,5	0,5
FIB	39,6	5,7	0,4	39,2	5,9	1,1
POL	40,0	6,1	0,7	40,8	6,3	1,3
SEM	43,2	6,2	0,8	44,4	6,2	0,9

Fonte: Autor, 2013

A partir destes resultados pode-se prever que o teor de H e N das amostras da safra de 2010 apresenta valores similares, enquanto que o teor de C apresentou maior variação entre as mesmas.

Em ambas as safras, o maior teor de C observado foi em CASNL. Este teor pode ser associado com a presença de resíduos de polpa e fibra, que em CASL foram retirados pela lavagem realizada. A segunda maior porcentagem de C observada está presente na amostra CASL. Sugere-se que a diferença na %C entre CASL e CASNL esteja associada com a lixiviação parcial de compostos que contêm carbono em sua composição. Esses compostos, por sua vez, podem ser considerados carbonatos solúveis. Pode-se observar um aumento dos teores de C, H e N nas amostras CASL e CASNL na safra de 2012, isso pode estar associado à disponibilidade de nutrientes no solo.

A amostra de FIB apresentou a menor porcentagem de C e H, tanto em 2010, quanto em 2012, isso está associado com as características da amostra, tais como a presença de compostos oxigenados (por exemplo, polímeros orgânicos – $C_xH_yO_z$).

Resultados e Discussão

No entanto, a porcentagem de N é maior na safra de 2012, provavelmente devido a maior disponibilidade de nutrientes no solo.

Na amostra de POL, a %C e %H são similares entre as safras, porém observa-se que na safra de 2012 tem-se uma %N maior.

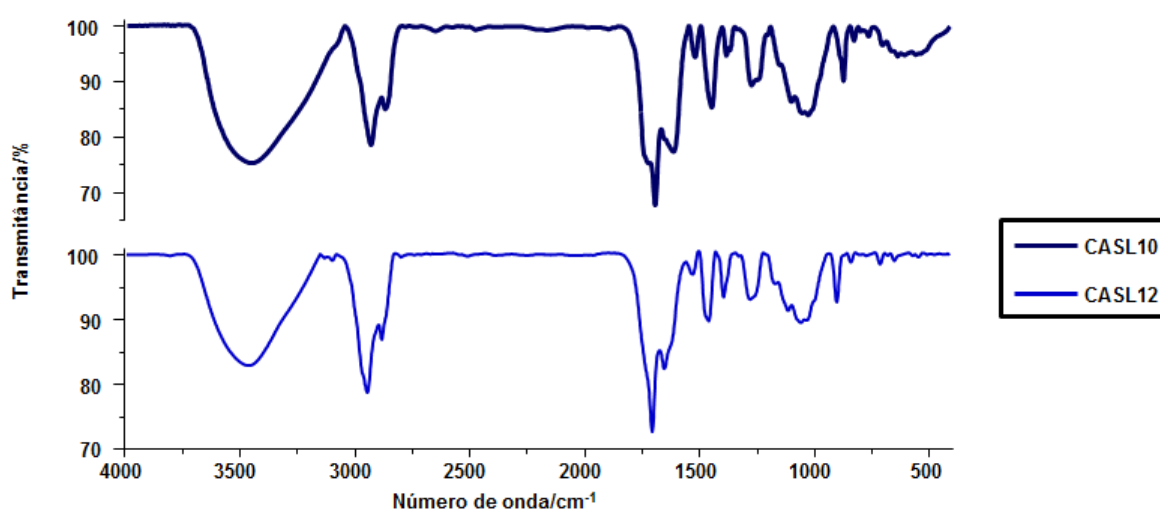
A SEM evidenciou teor de C intermediário devido à presença de compostos inorgânicos nas safras de 2010 e 2012. Pode-se sugerir que estes compostos estejam presentes com base na característica física da amostra, tal como a dureza. Esta amostra apresentou dificuldades ao analista para seu preparo, justamente por esta característica física.

5.2. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Nessa seção serão apresentados os espectros de FTIR das amostras de fruto de jatobá *in natura*.

Os espectros da amostra de CASL (Figura 12) das safras de 2010 e 2012 apresentaram um perfil similar. Sugere-se a presença de bandas características de carbonatos ($874\text{-}890$ e $1448\text{-}1449\text{ cm}^{-1}$), carboidratos ($1521\text{-}1518$; $1028\text{-}1023$ e $1100\text{-}1102\text{ cm}^{-1}$) e lipídeos ($1274\text{-}1268\text{ cm}^{-1}$).

Figura 12. Sobreposição dos espectros da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

Outras bandas foram atribuídas, como mostrada na Tabela 5. Observa-se que houve algumas bandas que não estão presentes na safra de 2012, como a banda de estiramento (ν) C=O, que em 2010 apresenta duas bandas (1723 e 1694 cm^{-1}) e em 2012, tem-se apenas a banda em 1695 cm^{-1} . Esse fato também ocorre com as bandas características de deformação (δ) CH_3 , bandas em 1384 e 1365 cm^{-1} na safra de 2010, porém a safra de 2012 observa-se apenas a banda em 1384 cm^{-1} , o que indica que condições ambientais afetaram a composição química dessa amostra. Os espectros individuais de cada safra se encontram no Apêndice A.

Tabela 5. Bandas características da amostra de CASL nas safras de 2010 e 2012

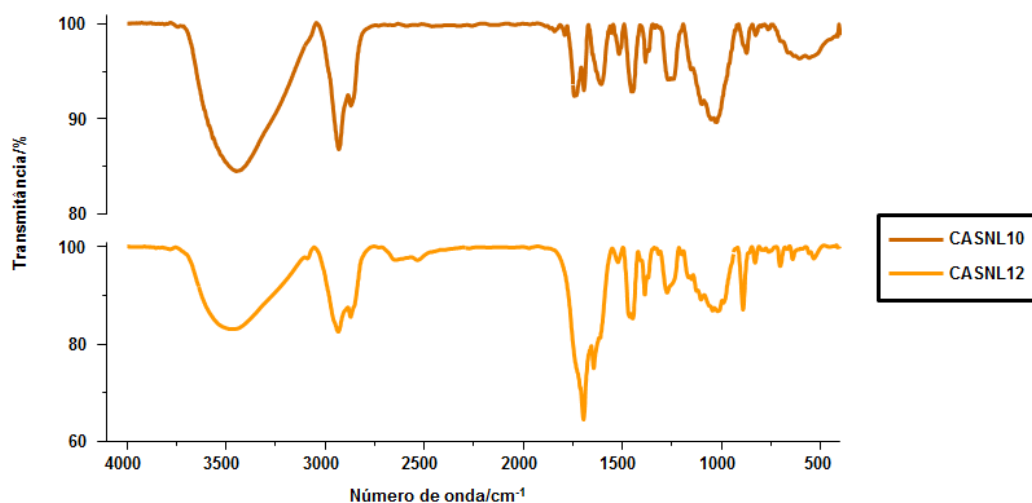
2010		2012	
Banda/cm^{-1}	Atribuição	Banda/cm^{-1}	Atribuição
3446	ν OH	3446	ν OH
2928	ν C-H de carbono sp^3	2931	ν C-H de carbono sp^3
2865		2869	
1723		-	
1694	ν C=O	1695	ν C=O
1615	ν C=O de amida	1642	ν C=O de amida
1521	ν C=C de aromático	1518	ν C=C de aromático
1448	ν CO_3^{2-}	1449	ν CO_3^{2-}
1384	δ CH_3	1384	δ CH_3
1365		-	
1274	ν C-O de lipídeos	1268	ν C-O de lipídeos
1100	ν C-O de álcool 2°	1102	ν C-O de álcool 2°
1028	ν C-O de álcool 1°	1023	ν C-O de álcool 1°
1062		1046	
874	δ CO_3^{2-}	890	δ CO_3^{2-}

Fonte: Autor, 2013

A Figura 13 representa os espectros da amostra de CASNL das duas safras estudadas. Pode-se sugerir a presença de bandas características de lipídeos (1272-1274 cm^{-1}), carboidratos (1518-1520; 1024-1021 e 1098-1102 cm^{-1}) e carbonatos (1448-1447 e 874-889 cm^{-1}). Os espectros individuais se encontram no Apêndice B.

Resultados e Discussão

Figura 13. Sobreposição dos espectros da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

Semelhante à amostra de CASL, houve-se perdas e mudança na intensidade de algumas bandas entre as safras, indicando interferência das condições ambientais. As bandas que não foram vistas na safra de 2012 foram a δ N-H (1608 cm^{-1}), ν C=O de éster (1745 cm^{-1}) e δ CH₃ (1369 cm^{-1}). As atribuições que foram realizadas se encontram na Tabela 6.

Tabela 6. Bandas características da amostra de CASNL nas safras de 2010 e 2012

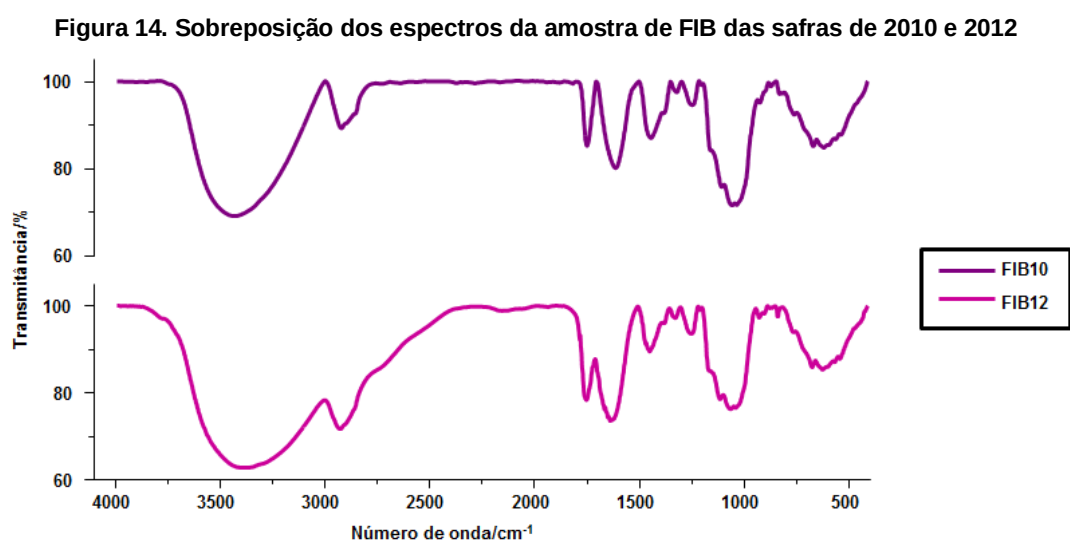
2010		2012	
Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição
3446	ν OH	3459	ν OH
2928	ν C-H de carbono sp ³	2930	ν C-H de carbono sp ³
2887		2868	
1745	ν C=O de éster	-	ν C=O de éster
1696	ν C=O ligado a aromático	1694	ν C=O ligado a aromático
1608	δ N-H	-	δ N-H
1518	ν C=C de aromático	1520	ν C=C de aromático
1448	ν CO ₃ ²⁻	1447	ν CO ₃ ²⁻
1385	δ CH ₃	1386	δ CH ₃
1369		-	
1272	ν C-O de lipídeos	1274	ν C-O de lipídeos
1098	ν C-O de álcool 2°	1102	ν C-O de álcool 2°
1024	ν C-O de álcool 1°	1021	ν C-O de álcool 1°
874	δ CO ₃ ²⁻	889	δ CO ₃ ²⁻

Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

Independentemente da safra, as amostras de CASL e CASNL apresentam espectros similares, além de que foram identificados os mesmos grupos de moléculas (carboidratos, lipídeos e carbonatos), isto nos indica que o processo de lavagem não interferiu na presença e/ou ausência de substâncias que compõem a casca.

A Figura 14 mostra os espectros de FTIR da amostra de FIB nas safras de 2010 e 2012. O perfil dos espectros é similar e propõe-se a presença de celulose (1034 - 1034 ; 1106 - 1107 e 3432 - 3375 cm^{-1}) em ambas as safras. Os espectros individuais dessas amostras encontram-se no Apêndice C.



Fonte: Autor, 2013

Diferentemente das amostras de casca, não foi possível identificar a perda de bandas entre as safras na fibra, mas houve mudança na intensidade e na largura de algumas bandas. As bandas identificadas encontram-se na Tabela 7.

Resultados e Discussão

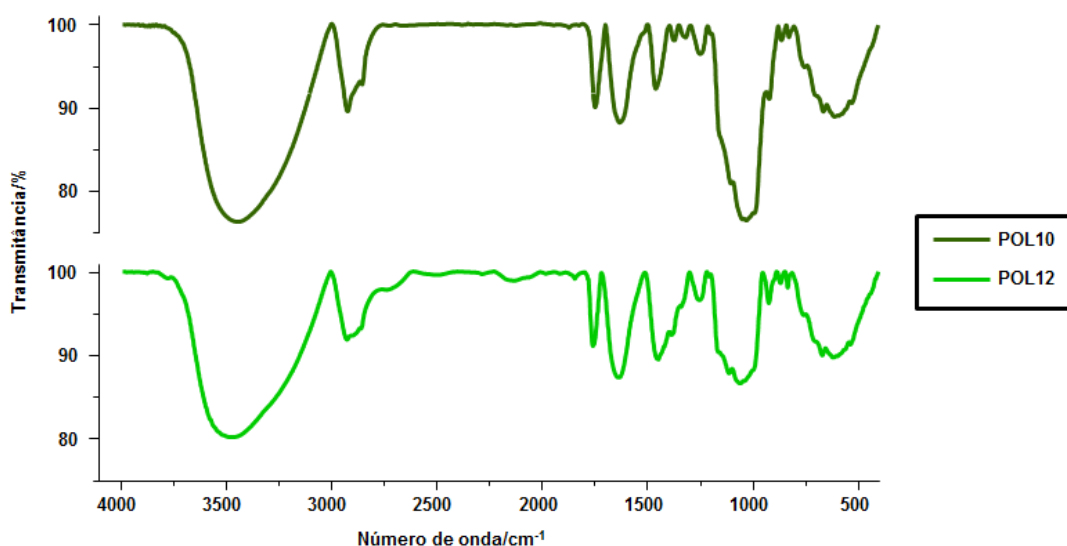
Tabela 7. Bandas características da amostra de FIB nas safras de 2010 e 2012

2010		2012	
Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição
3433	ν OH	3375	ν OH
2922	ν C-H de carbono sp ³	2923	ν C-H de carbono sp ³
1748	ν C=O de ésteres	1745	ν C=O de ésteres
1611	ν C=O de amida	1614	ν C=O de amida
1442	δ CH ₂ e CH ₃	1443	δ CH ₂ e CH ₃
1382	δ CH ₃	1374	δ CH ₃
1106	ν C-O de álcool 2°	1107	ν C-O de álcool 2°
1034	ν C-O de álcool 1°	1034	ν C-O de álcool 1°

Fonte: Autor, 2013

Os espectros da amostra de polpa de ambas as safras se encontram na Figura 15. Para as duas amostras foram propostas às mesmas bandas e observou-se um perfil similar dos espectros. Nas duas safras foram identificadas bandas características da presença de celulose (3444-3468; 1106-1109 e 1033-1036 cm⁻¹) em POL. Os espectros individuais encontram-se no Apêndice D.

Figura 15. Sobreposição dos espectros da amostra de POL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

Não se observou a perda de bandas nessas amostras, porém há uma mudança na intensidade de algumas bandas. Todas as atribuições realizadas encontram-se na Tabela 8.

Resultados e Discussão

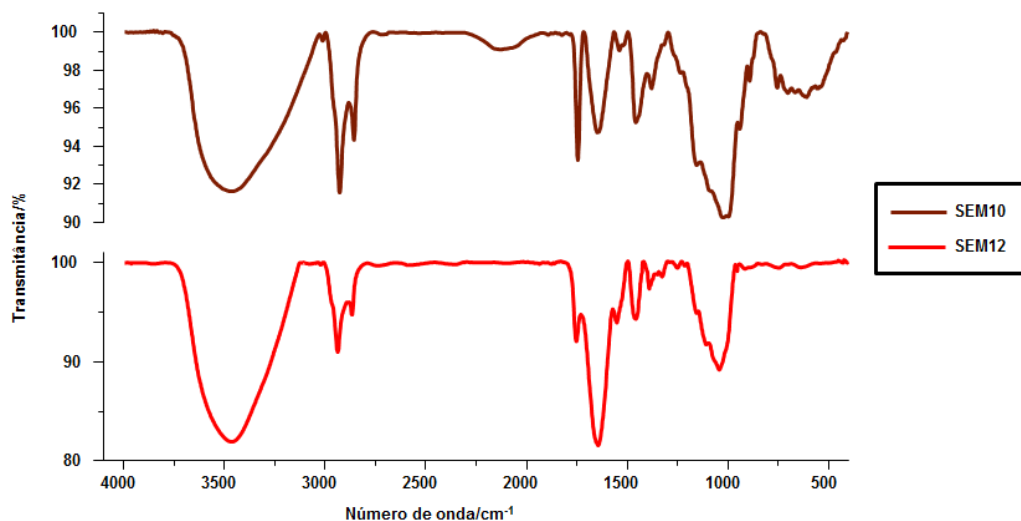
Tabela 8. Bandas características da amostra de POL nas safras de 2010 e 2012

2010		2012	
Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição
3444	ν OH	3468	ν OH
2924	ν C-H de carbono sp ³	2921	ν C-H de carbono sp ³
2850		2856	
1748	ν C=O de ésteres	1753	ν C=O de ésteres
1632	δ N-H	1631	δ N-H
1461	δ CH ₂ e CH ₃	1443	δ CH ₂ e CH ₃
1374	δ CH ₃	1381	δ CH ₃
1106	ν C-O de álcool 2°	1109	ν C-O de álcool 2°
1033	ν C-O de álcool 1°	1036	ν C-O de álcool 1°

Fonte: Autor, 2013

As amostras de SEM da safra de 2012 (Figura 16) apresentou perda de duas bandas que se sugere que, na safra de 2010, como a presença de H₂O (2132 e 1649 cm⁻¹). Em ambas as safras propõe-se a presença de bandas características de óleos vegetais (3010-3010 e 1157-1147 cm⁻¹). Os espectros individuais encontram-se no Apêndice E.

Figura 16. Sobreposição dos espectros da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012.



Fonte: Autor, 2013

A Tabela 9 apresenta as bandas que foram atribuídas para as amostras SEM. Além da ausência de bandas foram observadas que as bandas da safra de 2012 são mais intensas do que as da safra de 2010.

Resultados e Discussão**Tabela 9. Bandas características da amostra de SEM nas safras de 2010 e 2012**

2010		2012	
Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição
3460		3451	v OH
2132	H ₂ O	-	
1649		-	H ₂ O
3010	v C-H carbono sp ²	3010	v C-H carbono sp ²
2925	v C-H de carbono sp ³	2926	v C-H de carbono sp ³
2855		2855	
1746	v C=O de ésteres	1744	v C=O de ésteres
1459	δ CH ₂ e CH ₃	1449	δ CH ₂ e CH ₃
1381	δ CH ₃	1383	δ CH ₃
1157	v C=O	1147	v C=O
1027	v C-O de álcool 1°	1035	v C-O de álcool 1°

Fonte: Autor, 2013

A partir dos espectros apresentados pelas Figuras de 12 a 16 pode-se inferir que a matriz estudada (fruto de jatobá) é extremamente complexa, porém foi possível sugerir a identificação de alguns compostos orgânicos e inorgânicos a partir da associação dos resultados de AE e FTIR. Os compostos orgânicos propostos foram: carboidratos, lipídeos, óleos vegetais, celulose, além de compostos contendo a função orgânica amida. Pode-se supor a presença destas substâncias devido ao alto teor de C e H evidenciados por AE das amostras *in natura* (Tabela 4). Acredita-se que os compostos inorgânicos encontrados sejam carbonatos de metais alcalinos e/ou alcalinos terrosos, devido à composição do solo.

Observou-se ainda a perda e mudanças na intensidade de algumas bandas nas amostras da safra de 2012 indicando que houve uma interferência externa no desenvolvimento do fruto entre as safras.

Pode-se sugerir que a polpa e a fibra auxiliem na melhora da constipação intestinal, devido à presença da celulose e óleos vegetais encontrados nas sementes podem ser promissores para a produção de biodiesel ou na alimentação.

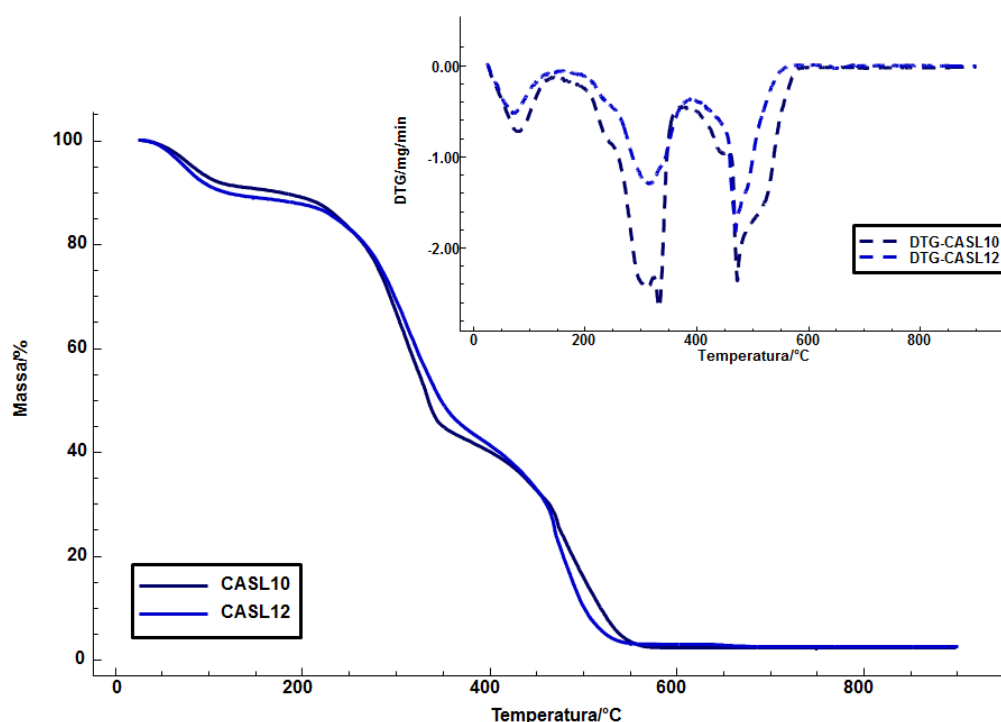
Resultados e Discussão

5.3. Termogravimetria/Termogravimetria Derivada (TG/DTG)

As curvas TG/DTG mostraram o perfil de decomposição térmica das amostras, e assim foi possível determinar os intervalos de temperatura e as perdas de massa evidenciada em cada etapa de decomposição térmica.

A Figura 17 mostra as curvas TG/DTG das amostras de CASL10 e CASL12. As decomposições térmicas destas amostras ocorrem em vários eventos consecutivos e alguns concomitantes de perda de massa. Estes eventos foram agrupados em três faixas de temperatura determinadas pelo ponto de mínimo da derivada. O 1º evento é associado à desidratação da amostra e à liberação de compostos voláteis presentes. Os 2º e 3º eventos térmicos equivalem à decomposição térmica do material orgânico presente e a liberação do material carbonáceo. A porcentagem de resíduo obtido equivale ao teor de sais minerais (cinzas) presente na amostra.

Figura 17. Curvas TG e DTG da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

A Tabela 10 apresenta as porcentagens de perdas de massa e os intervalos de temperatura dos respectivos eventos térmicos para as amostras de CASL. As duas amostras apresentam perfil de decomposição térmica similar.

Tabela 10. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012

Eventos	2010		2012	
	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C
1°	9,9	T _{amb} - 168	11,7	T _{amb} - 165
2°	49,4	169 - 393	46,4	166 - 386
3°	38,7	394 - 900	40,4	387 - 900
% resíduo	2,0	(*)	1,5	(*)

(*) temperatura final de 900°C

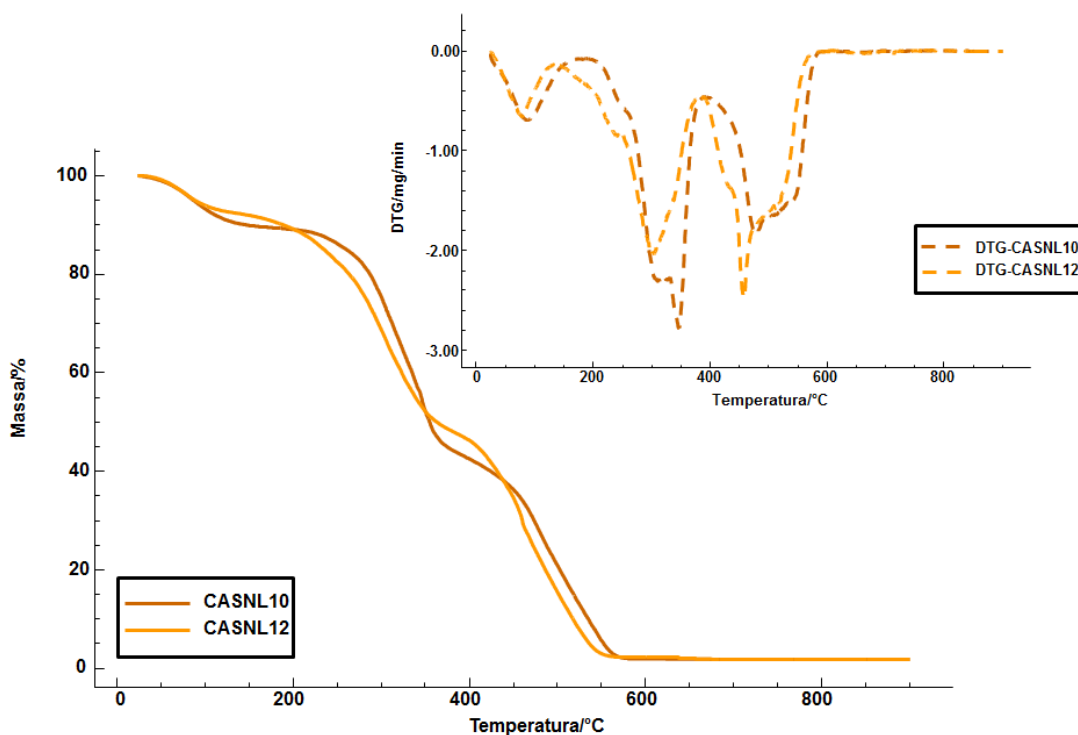
Fonte: Autor, 2013

Observa-se que a amostra da safra de 2012, apresenta maior porcentagem no 1° evento de decomposição térmica, esta diferença indica que essa amostra absorveu maior quantidade de água do que a amostra de 2010. No 2° evento, porém, ocorre uma diminuição da perda de massa em 3 %, isso pode ser devido à ausência das bandas de ν C=O e δ CH₃, como verificado nos espectros de FTIR.

As curvas TG/DTG das amostras de CASNL (Figura 18) indicam que a decomposição térmica ocorre em vários eventos consecutivos e alguns concomitantes de perda de massa, analogamente à amostra CASL. Também foram agrupados os eventos térmicos em três faixas de temperatura: o 1° evento trata-se da desidratação térmica e da liberação de compostos voláteis presentes, o 2° evento corresponde à formação do material carbonáceo e o 3° evento corresponde à liberação do material carbonáceo formado anteriormente. O resíduo coletado na temperatura de 900 °C corresponde à quantidade de sais minerais presente na amostra.

Resultados e Discussão

Figura 18. Curvas TG e DTG da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

As perdas de massa e os respectivos intervalos de temperatura em que ocorrem os eventos térmicos dessas amostras encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012

Eventos	2010		2012	
	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C
1°	10,4	T _{amb} - 168	7,6	T _{amb} - 135
2°	46,7	169 - 393	44,7	136 - 384
3°	41,0	394 - 900	46,0	385 - 900
% resíduo	1,9	(*)	1,7	(*)

(*) temperatura final de 900°C

Fonte: Autor, 2013

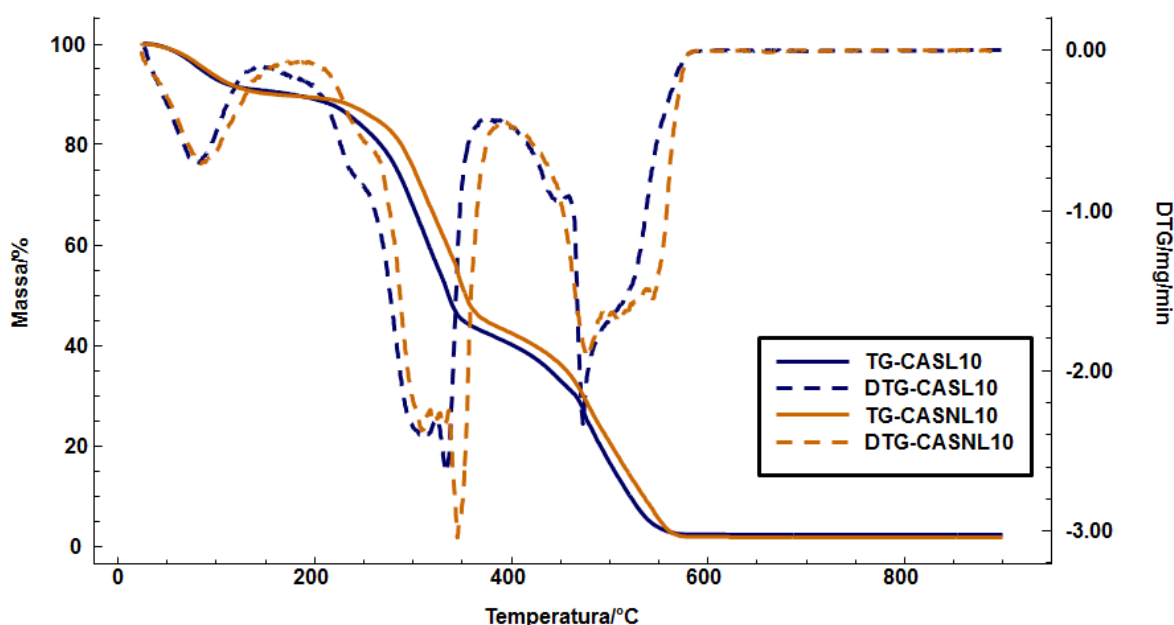
Diferentemente da amostra de CASL, o perfil de decomposição térmica da amostra de CASNL entre as safras é distinto. Destaca-se a diferença entre a porcentagem do 1° evento entre as amostras, indicando que a amostra de 2012 apresenta uma quantidade de água e/ou voláteis menor do que na amostra de 2010, isso é confirmado pela ausência da banda de FTIR (ν C=O) de éster na safra de

Resultados e Discussão

2012. E no 2º evento a amostra de 2012 apresentou uma porcentagem de 2 % menor que a safra de 2010, isso pode ser devido à perda das bandas de FTIR de δ CH₃ e δ N-H na safra mais recente.

Da sobreposição das curvas TG/DTG das amostras de casca não lavada (CASNL10) e casca lavada (CASL10) (Figura 19), pode-se inferir que a decomposição térmica dessas amostras apresenta perfil similar, confirmado pelos dados das Tabelas 10 e 11. Isso demonstra que o procedimento de lavagem não interfere significativamente na composição química da casca de jatobá. Diferenças oriundas do processo de lavagem apenas podem ser observadas na intensidade dos eventos térmicos, ou seja, na porcentagem de massa associada a cada evento.

Figura 19. Curvas TG/DTG das amostras de CASL e CASNL da safra de 2010



Fonte: Autor, 2013

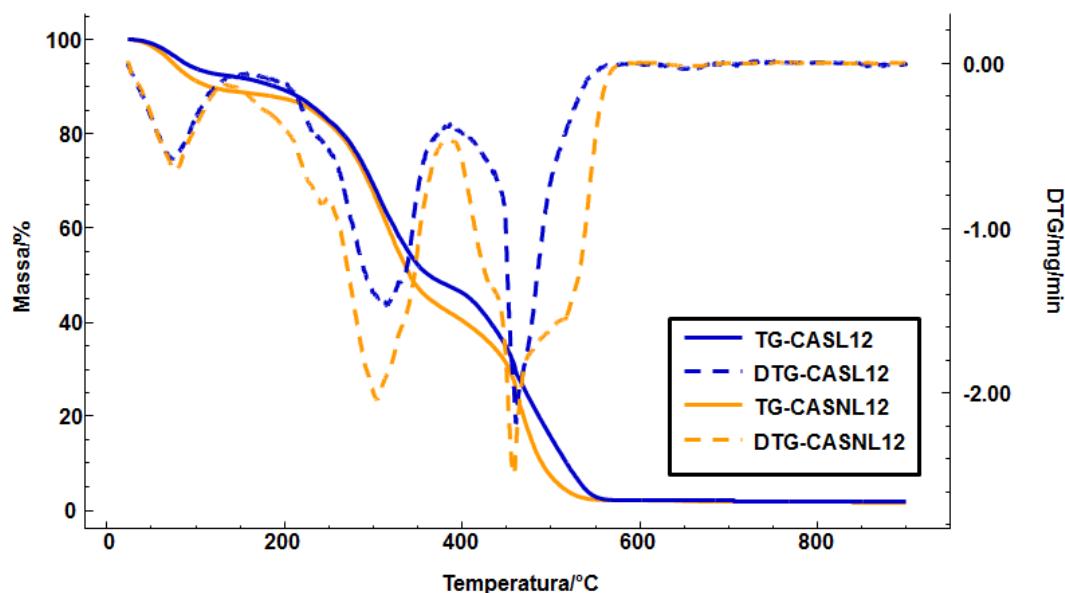
A hipótese de que a 1ª etapa de decomposição térmica esteja associada à liberação de voláteis e à desidratação é corroborada pelos dados de FTIR, os quais apresentam bandas características da presença de aldeídos e/ou cetonas (~ 1720 cm⁻¹). A porcentagem residual observada pode ser relacionada com a presença de compostos inorgânicos, na forma de carbonatos (bandas: ~ 874 e ~ 1448 cm⁻¹), estáveis a partir de 600 °C (Figura 19).

Diferentemente da safra de 2010, as amostras de CASL e CASNL da safra de 2012 (Figura 20) apresentam perfil de decomposição térmica distinta, isso é

Resultados e Discussão

confirmado pelos dados das Tabelas 10 e 11. Isso indica que o processo de lavagem interferiu na composição química da casca de jatobá.

Figura 20. Curvas TG/DTG das amostras de CASL e CASNL da safra de 2012



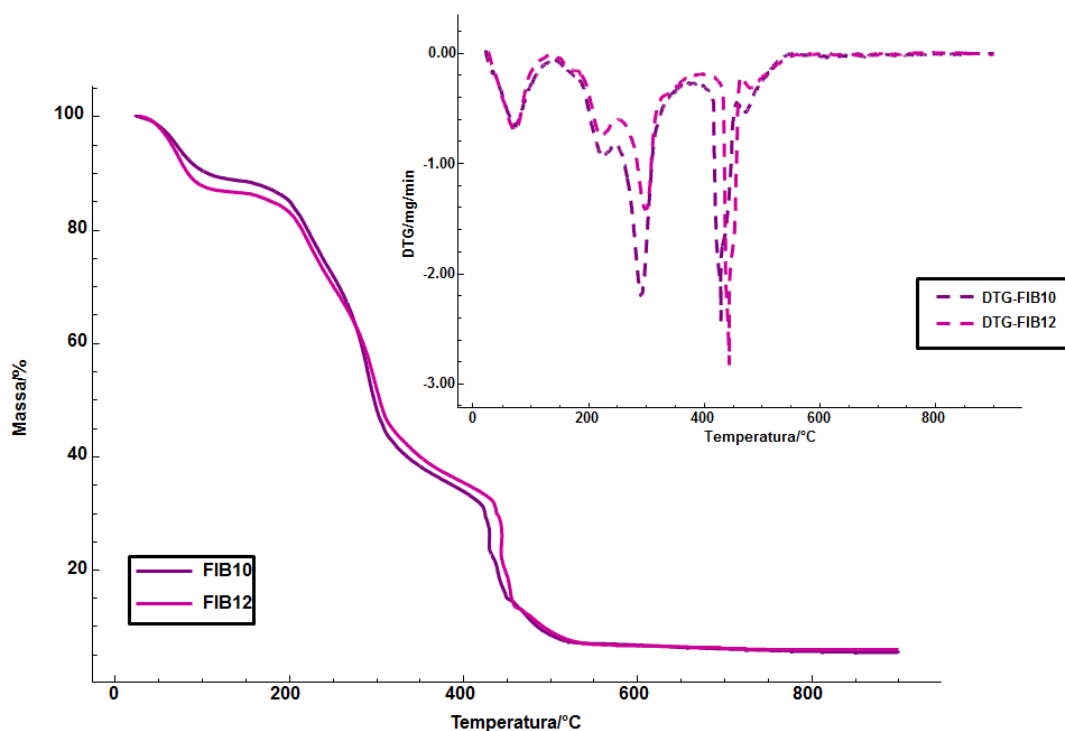
Fonte: Autor, 2013

Analogamente a safra de 2010 a hipótese de que a 1º evento de decomposição térmica esteja associada à liberação de voláteis e à desidratação é corroborada pelos dados de FTIR, os quais apresentam bandas características da presença de aldeídos e/ou cetonas ($\sim 1695\text{ cm}^{-1}$). A porcentagem residual observada pode ser relacionada com a presença de compostos inorgânicos, na forma de carbonatos (bandas: ~ 890 e $\sim 1449\text{ cm}^{-1}$), estáveis a partir de $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figura 20).

As curvas TG/DTG (Figura 21) das amostras de fibra (FIB) das safras estudadas evidenciaram que a decomposição térmica ocorre em vários eventos consecutivos e concomitantes, sendo que o 1º evento refere-se à desidratação da amostra; o 2º e o 3º eventos são referentes à decomposição térmica do material orgânico. A amostra de 2012 apresentou um 4º evento, compreendido em $551\text{-}900\text{ }^{\circ}\text{C}$, característico da decomposição de material inorgânico. A porcentagem de massa obtida na temperatura de $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ corresponde ao resíduo que é composto de material inorgânico presente nesta amostra, visto que é estável a partir de $700\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Resultados e Discussão

Figura 21. Curvas TG e DTG da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

A Tabela 12 apresenta os dados de perda de massa e os intervalos de temperatura dos eventos.

Tabela 12. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012

Eventos	2010		2012	
	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C
1°	13,4	T _{amb} - 138	11,4	T _{amb} - 141
2°	50,3	139-390	52,2	142 - 369
3°	29,7	391 - 900	29,5	370 - 550
4°	-	-	1,6	551 - 900
% resíduo	6,6	(*)	5,4	(*)

(*) temperatura final de 900°C

Fonte: Autor, 2013

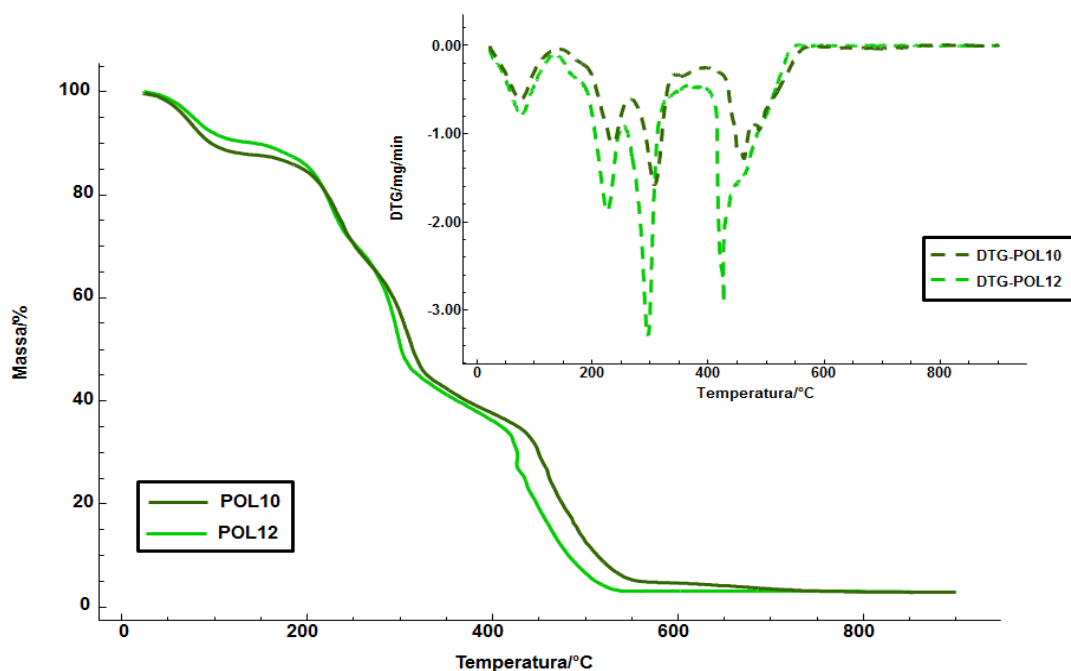
Como apresentado nos dados de AE, a FIB é composta por uma maior quantidade de compostos oxigenados. A %residual observada para a fibra (a maior entre as cinco amostras) pode ser relacionada com a formação de carbonatos (a

Resultados e Discussão

partir da decomposição térmica dos compostos oxigenados) somada à presença de óxidos e/ou hidróxidos metálicos formados no processo de decomposição.

A Figura 22 representa às curvas TG/DTG da amostra de POL. A decomposição térmica ocorre em eventos concomitantes e consecutivos, ou seja, o 1º evento, analogamente aos anteriores, é relativo à liberação de compostos voláteis e à desidratação da amostra. Contudo, o 2º e 3º eventos, equivalem à formação de material carbonáceo e o 4º evento é referente à liberação do material carbonáceo. No entanto, para amostra da safra de 2010, o 5º evento, que ocorre entre 566 a 900 °C, é equivalente a decomposição térmica de um tipo de material inorgânico presente nessa amostra.

Figura 22. Curvas TG e DTG da amostra de POL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

Diferentemente das outras amostras, a formação do material carbonáceo ocorreu em duas etapas, o que pode estar associado com a presença de alguns compostos que pode ter a decomposição em temperaturas mais altas, fato este que caracteriza o 3º evento térmico evidenciado nas curvas. A porcentagem de resíduo obtido a 900 °C é correspondente aos teores de sais minerais presentes nesta amostra. Os intervalos de temperatura e as respectivas perdas de massa de cada evento encontram-se na Tabela 13.

Resultados e Discussão

Tabela 13. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de POL das safras de 2010 e 2012

Eventos	2010		2012	
	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C
1°	12,6	T _{amb} - 141	9,8	T _{amb} - 135
2°	20,9	142 - 270	20,5	136 - 255
3°	24,8	271 - 362	29,7	256 - 363
4°	36,4	363 - 565	37,2	364 - 900
5°	2,1	566 - 900	-	-
% resíduo	3,2	(*)	2,8	(*)

(*) temperatura final de 900°C

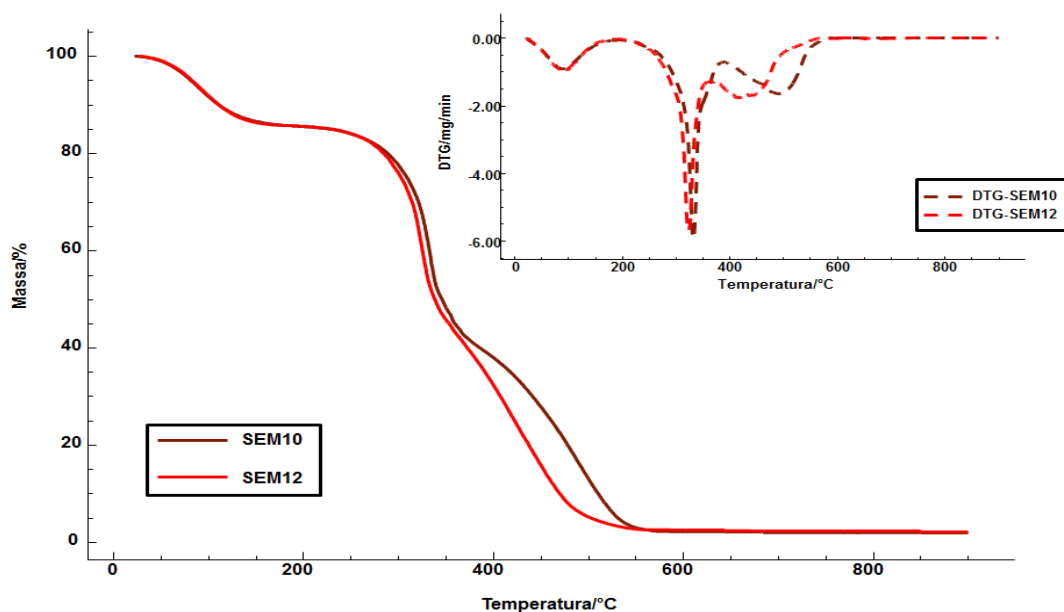
Fonte: Autor, 2013

Pode-se afirmar que, nas safras estudadas, diferentemente das outras amostras, os 2º e 3º eventos térmicos estão relacionados à formação do material carbonáceo: a somatória das porcentagens de perda de massa desses dois eventos é, aproximadamente, equivalente à porcentagem obtida para as outras amostras.

A Figura 23 mostram as curvas TG/DTG das amostras de semente das safras de 2010 e 2012. Nessas curvas ficam evidentes a presença de eventos consecutivos e alguns concomitantes de decomposição térmica, ou seja, o 1º evento é devido à liberação de compostos voláteis e à desidratação térmica da amostra, o 2º evento é responsável à formação de material carbonáceo e o 3º evento é referente à liberação do material carbonáceo. A porcentagem de resíduo obtido a 900 °C é correspondente ao teor de cinzas (sais minerais) na amostra.

Resultados e Discussão

Figura 23. Curvas TG e DTG da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

A Tabela 14 apresenta os intervalos de temperatura e as suas respectivas porcentagens de perda de massa de cada evento de decomposição térmica da amostra de semente de jatobá.

Tabela 14. Perdas de massa (%) e os respectivos intervalos de temperatura (°C) das curvas TG/DTG da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012.

Eventos	2010		2012	
	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C	Massa/%	Faixa de Temperatura/°C
1°	15,0	T _{amb} - 186	14,2	T _{amb} - 184
2°	45,8	187 - 389	43,7	185 - 364
3°	37,1	390 - 600	40,0	365 - 900
% resíduo	2,1	(*)	2,2	(*)

(*) temperatura final de 900°C

Fonte: Autor, 2013

Para a amostra da safra de 2010, a hipótese de liberação de H₂O no 1° evento de decomposição térmica é corroborada pela presença das bandas características de água evidenciadas pela técnica de FTIR (3460, 2132 e 1649 cm⁻¹). Enquanto que a safra de 2012 apresentou uma pequena diminuição da perda de massa no 1° evento, em comparação com 2010, isso pode estar associado às perdas das bandas características da presença de H₂O, mostrado nos espectros de FTIR.

Resultados e Discussão

A partir dos dados obtidos das curvas TG/DTG das amostras, pode-se inferir que a amostra de SEM apresentou maior teor de umidade e as amostras FIB apresentaram um maior teor de material inorgânico (cinzas), para ambas as safras.

A amostra de POL apresenta decomposição térmica em cinco eventos consecutivos, para a safra de 2010 e em quatro eventos para a safra de 2012, isso pode estar associado com compostos orgânicos presentes nesta amostra que se decompõe em temperaturas mais altas.

Nas amostras de 2010, verificou-se que o processo de lavagem da casca de jatobá não influenciou na composição química das amostras, interferindo apenas, de forma não significativa, na intensidade dos eventos térmicos. Esta verificação também foi observada na técnica de FTIR, onde as amostras apresentam espectros muito similares. Porém, nas amostras de 2012, as curvas TG/DTG indicaram que processo de lavagem interferiu significativamente na composição química da casca.

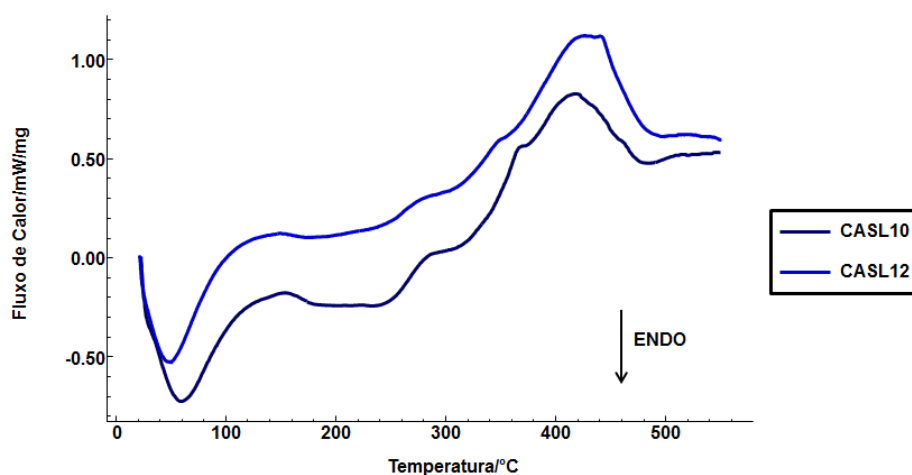
5.4. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

As curvas DSC evidenciam os eventos físicos e químicos (eventos entálpicos) que ocorrem na amostra ao ser submetida a aquecimento.

A Figura 24 apresenta as curvas DSC das amostras de CASL das duas safras e pode-se observar que o perfil térmico foi similar.

A amostra de 2010 evidencia o 1º evento com perfil endotérmico ($\Delta H = -250,35 \text{ J g}^{-1}$; $T_{\text{pico}} = 59 \text{ }^{\circ}\text{C}$) inerente à desidratação térmica da amostra.

Figura 24. Curvas DSC da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

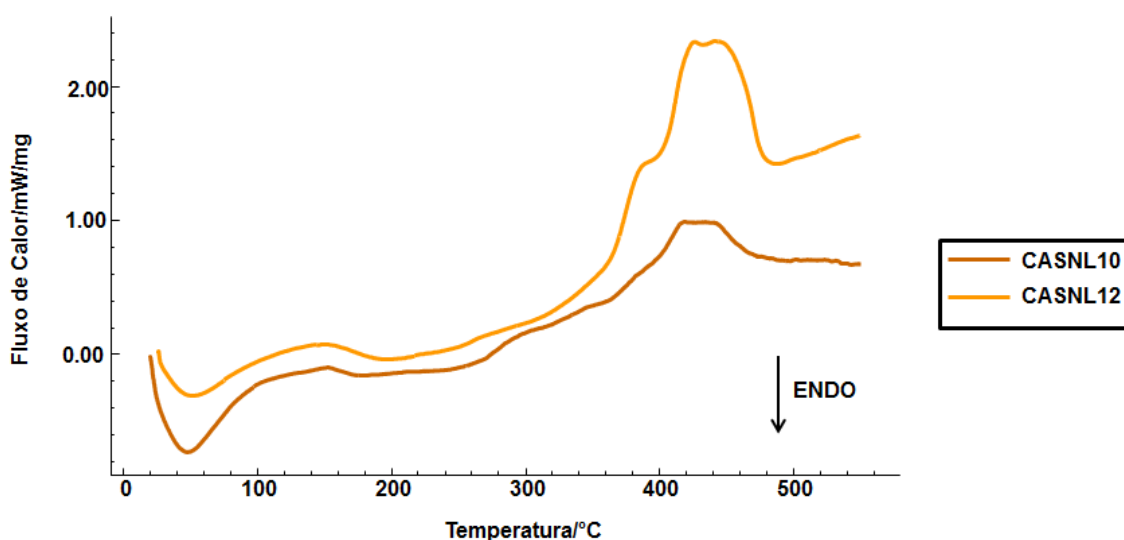
Resultados e Discussão

O 1º evento, na safra de 2012, apresenta perfil endotérmico ($\Delta H = - 239,61 \text{ J g}^{-1}$; $T_{\text{pico}} = 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$) que refere à desidratação da amostra. Os dados das curvas TG/DTG indicaram que a amostra dessa safra apresentou maior teor de água, e por isso, era esperado que o ΔH fosse maior do que o da safra de 2010, porém não foi o observado, isso pode ter ocorrido devido a não presença da banda de $\delta \text{ CH}_3$ evidenciado no espectro de FTIR.

As curvas DSC das amostras de CASNL das safras estudadas se encontram na Figura 25.

Observa-se na curva DSC da amostra 2010 que o 1º evento de decomposição térmica tem perfil endotérmico com o ΔH de $- 281,33 \text{ J g}^{-1}$ e T_{pico} de $48 \text{ }^{\circ}\text{C}$, confirmando os dados de TG/DTG para a desidratação térmica do material em estudo.

Figura 25. Curvas DSC da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

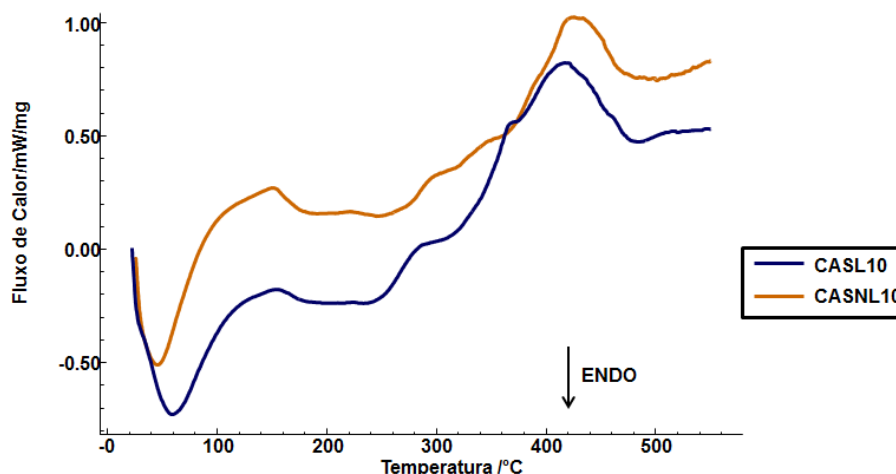
A curva da amostra de 2012 apresenta o 1º evento endotérmico com $\Delta H = - 164,21 \text{ J g}^{-1}$ e $T_{\text{pico}} = 51 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Essa amostra apresentou um valor de entalpia menor, para o 1º evento, do que a amostra de 2010, corroborando com os dados de TG/DTG.

Para efeito comparativo, as curvas DSC das amostras CASL e CASNL da safra de 2010 foram sobrepostas como mostrado na Figura 26. Pode-se inferir que o perfil térmico dessas curvas é similar, inclusive os valores encontrados de ΔH e T_{pico}

Resultados e Discussão

para os dois eventos observados. Isso indica que o processo de lavagem submetido à amostra CASL, não interfere na decomposição térmica da casca, corroborando com os resultados já discutidos.

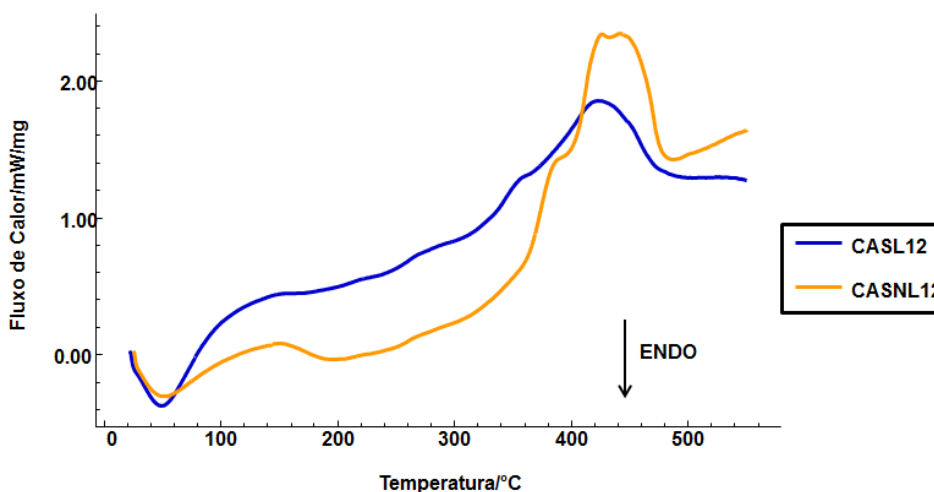
Figura 26. Curvas DSC das amostras de CASL e CASNL da safra de 2010



Fonte: Autor, 2013

A Figura 27 representa a sobreposição das amostras de CASL e CASNL da safra de 2012. Diferentemente das amostras de 2010, o perfil térmico destas curvas DSC são completamente distintas, corroborando com as curvas TG/DTG, confirmando que o processo de lavagem interferiu de forma significativa na composição química da casca de jatobá.

Figura 27. Curvas DSC das amostras de CASL e CASNL da safra de 2012

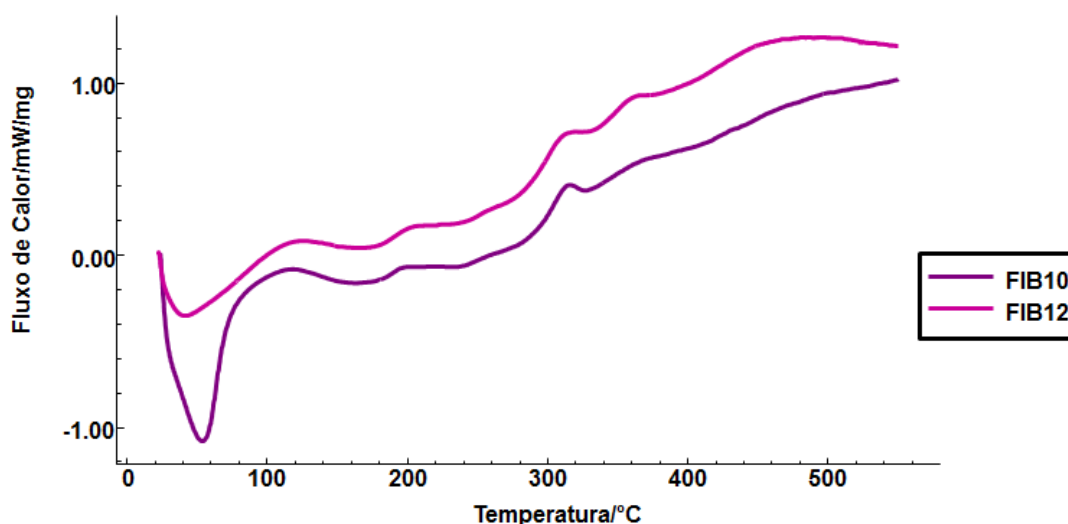


Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

A curva DSC (Figura 28) da amostra de FIB da safra de 2010 evidenciou dois eventos, sendo o 1º evento endotérmico, com T_{pico} de 53 °C e $\Delta H = - 251,66 \text{ J g}^{-1}$. Analogamente às amostras precedentes, esse evento refere-se à desidratação térmica.

Figura 28. Curvas DSC da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012



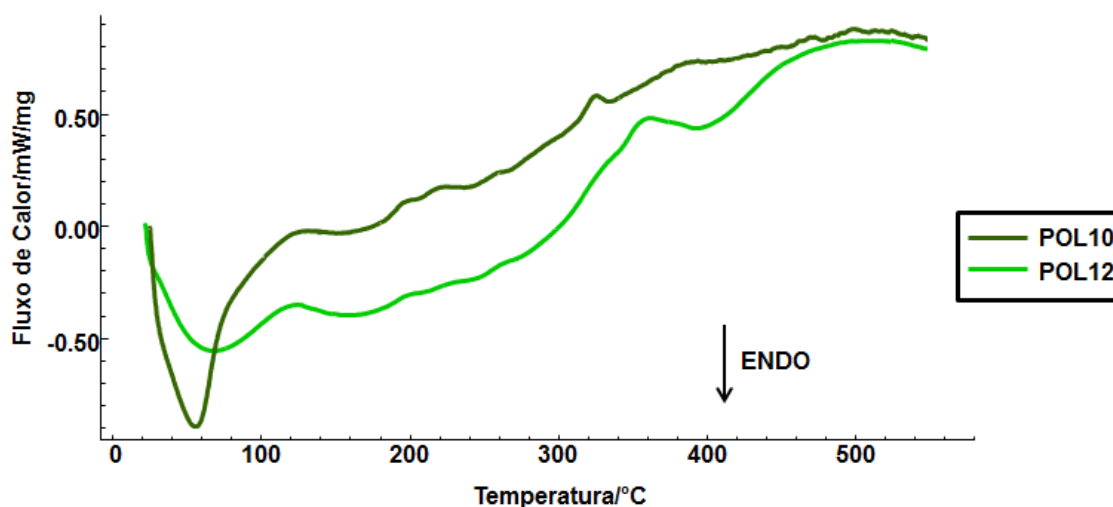
Fonte: Autor, 2013

As amostras das duas safras apresentam um perfil similar. Para a amostra de fibra de 2012, pode-se observar o 1º evento endotérmico, com $\Delta H = - 163,23 \text{ J g}^{-1}$ e T_{pico} de 41 °C, que corresponde à desidratação do material. Observou-se que a entalpia da desidratação da safra de 2012 foi menor do que a de 2010, resultado esse esperado, visto que a amostra mais recente apresentou uma porcentagem de perda de massa nas curvas TG/DTG menor do que em 2010.

As curvas DSC das amostras de POL estão representadas na Figura 29. A amostra de 2010 apresentou vários eventos, sendo eles consecutivos e concomitantes. O 1º evento tem perfil endotérmico e refere-se à desidratação térmica ($\Delta H = - 249,13 \text{ J g}^{-1}$ e $T_{\text{pico}} = 56 \text{ °C}$).

Resultados e Discussão

Figura 29. Curvas DSC da amostra de POL das safras de 2010 e 2012

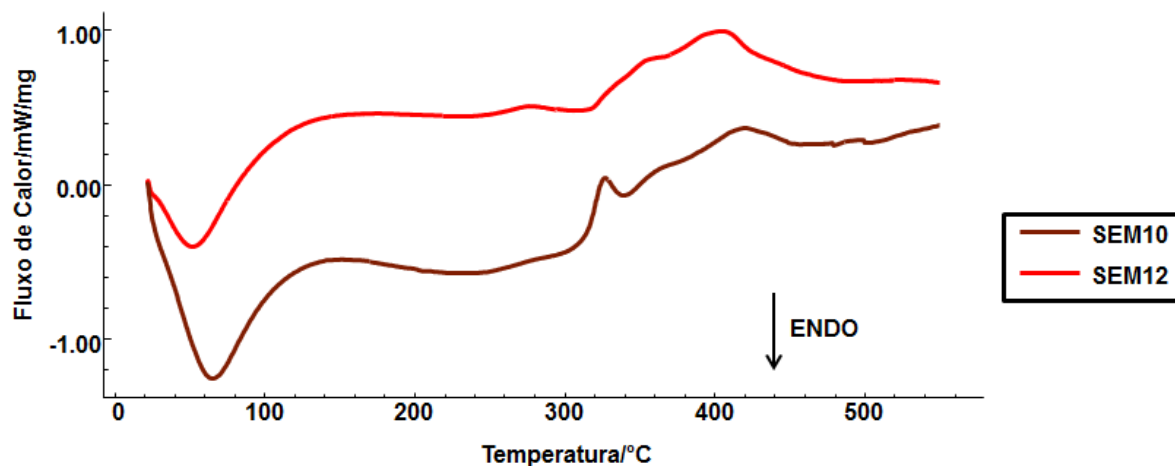


Fonte: Autor, 2013

A amostra de POL de 2012 apresentou um evento endotérmico, característico da desidratação, com T_{pico} de 67 °C e entalpia (ΔH) de - 198,25 J g⁻¹. Analogamente, as amostras de CASNL e FIB, a amostra da safra de 2012 apresentou um valor de entalpia para o evento de desidratação menor do que a de 2010, confirmando os dados de TG/DTG.

A Figura 30 apresenta as curvas DSC das amostras de SEM das duas safras estudadas. A amostra SEM 2010 apresentou um perfil exotérmico de decomposição térmica. Contudo, o 1° evento é endotérmico, caracterizando a desidratação ($\Delta H = - 439,34 \text{ J g}^{-1}$ e $T_{\text{pico}} = 65 \text{ °C}$).

Figura 30. Curvas DSC da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

Analogamente, a amostra de 2010, a amostra SEM12 apresenta um evento endotérmico, referente à desidratação, com T_{pico} de 52 °C e ΔH de - 282,64 J g⁻¹, e sequencialmente observou-se eventos exotérmicos caracterizando a decomposição térmica da amostra. A entalpia desta amostra é menor do que a amostra de 2010, corroborando com os dados de TG/DTG.

As curvas DSC evidenciaram que todas as amostras apresentam perfil de decomposição térmica predominantemente exotérmica. O 1º evento endotérmico, observado nas amostras, é característico da desidratação térmica, assim como, da liberação de compostos voláteis. A amostra de SEM de ambas as safras apresentou maior ΔH de desidratação, o que corrobora com os dados das curvas TG/DTG e o espectro de FTIR, que evidenciaram maior teor de umidade e de voláteis nesta amostra. As amostras CASL e CASNL apresentaram curvas DSC com perfis e valores de ΔH e T_{pico} similares, respectivamente, na safra de 2010. Estes resultados indicam que o processo de lavagem não interfere na decomposição térmica da amostra de casca, de acordo com os resultados supracitados nas demais técnicas. Porém, nas amostras de casca da safra de 2012 observou-se um perfil de decomposição térmica diferentes, indicando que o processo de lavagem modificou a composição química, corroborando com os dados de TG/DTG.

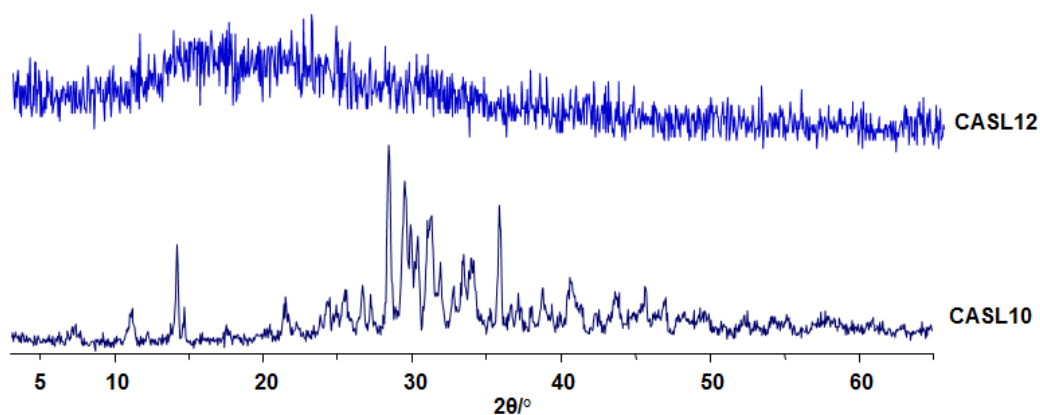
5.5. Difratometria de raios X (DRX)

Nesta seção serão discutidos os resultados de Difratometria de raios X (DRX) das amostras de CASNL, CASL, POL, FIB e SEM. Essa técnica possibilitará a obtenção de resultados para avaliar a presença ou não das fases cristalinas das amostras estudadas.

Os difratogramas de raios X das amostras de CASL das safras de 2010 e 2012 encontram-se na Figura 31. Pode-se observar que a amostra de 2010 apresentou um perfil cristalino, caracterizado pela a presença dos carbonatos que foram identificados pelo FTIR.

Resultados e Discussão

Figura 31. Difratomogramas de raios X da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012

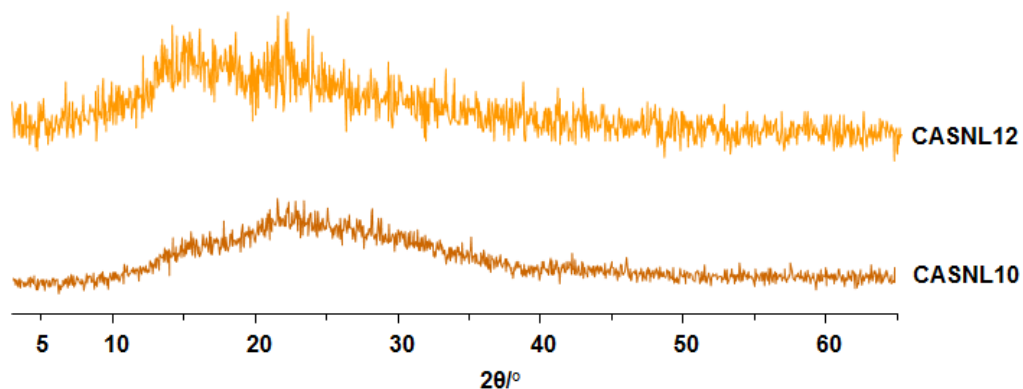


Fonte: Autor, 2013

Diferentemente da amostra de 2010, a amostra de 2012 apresentou amorficidade. Apesar do espectro de FTIR indicar a presença de carbonatos, não foi possível identificar essa presença no difratogramas indicando que a matéria orgânica presente está mascarando os carbonatos.

A Figura 32 apresenta os difratogramas das amostras de CASNL das safras estudadas. Contrário aos resultados da amostra de CASL10, a casca não lavada tem perfil de material com característica amorfa.

Figura 32. Difratomogramas de raios X da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

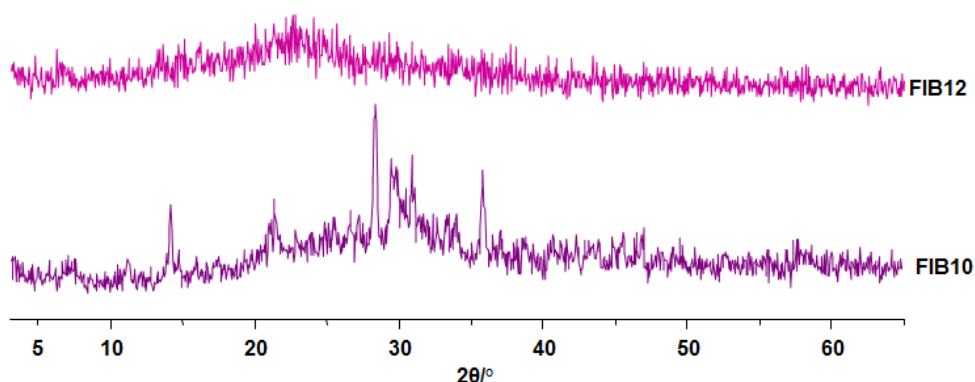
A amostra de CASNL 2012 apresentou perfil amorfo. No caso destas duas amostras, a matéria orgânica mascarou a presença dos carbonatos que foram identificados nos espectros de FTIR desses materiais.

Resultados e Discussão

Comparando os difratogramas das amostras de CASL e CASNL de 2010, verificamos que a lavagem, a qual a amostra CASL10 foi submetida, lixiviou a matéria orgânica presente. Contrário aos resultados obtidos pelas outras técnicas, a DRX indicou que o processo de lavagem interferiu na casca de jatobá da safra de 2010. Porém, essa técnica, não foi efetiva para determinar a interferência da lavagem para a safra de 2012.

A Figura 33 apresentam os difratogramas das amostras de FIB das duas safras. Observou-se que a amostra de 2010 tem carácter cristalino.

Figura 33. Difratogramas de raios X da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012

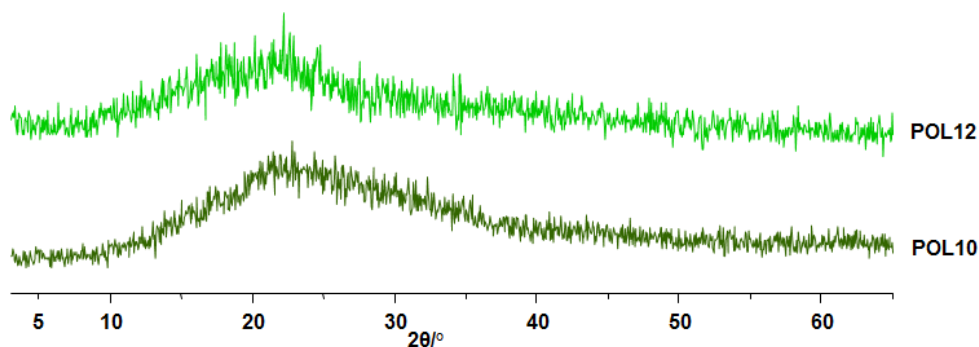


Fonte: Autor, 2013

A amostra de 2012 apresentou amorficidade, diferentemente da amostra de 2010, indicando que houve uma alteração entre as safras.

A Figura 34 apresenta os difratogramas das amostras de POL das safras de 2010 e 2012 e, pode-se verificar que as duas amostras apresentaram caráter amorfo.

Figura 34. Difratogramas de raios X da amostra de POL das safras de 2010 e 2012

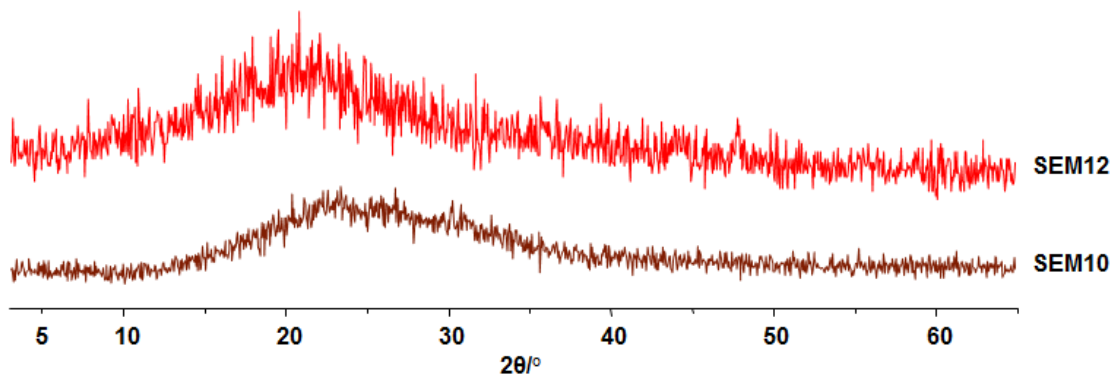


Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

Os difratogramas das duas safras da amostra de semente encontram-se na Figura 35. Analogamente, as amostras de CASNL10 e POL10, a SEM10 apresenta um carácter amorfo, também verificado na amostra de 2012.

Figura 35. Difratogramas de raios X da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012



Fonte: Autor, 2013

5.6. Considerações sobre as condições climáticas

Devido às diferenças do comportamento térmico das amostras entre as duas safras, verificou-se a necessidade de investigar mais detalhadamente sobre as condições climáticas da região de coleta. Essa observação condiz como a única variável, já que os frutos coletados nas duas safras são da mesma época e da mesma árvore.

Os dados das condições climáticas foram retirados dos dados da rede de estações do Instituto Nacional de Meteorologia (INMET). A estação escolhida foi da região de Franca-SP, localizada na latitude $-20,58^\circ$, longitude $-47,36^\circ$ e altitude de 1026,20 m.

Para uma melhor avaliação da interferência das condições ambientais nos frutos, escolheram-se os dados a partir de janeiro de 2009 até setembro de 2012. Na Tabela 15 encontram-se os dados das médias anuais da precipitação total, número de dias de precipitação, precipitação média e umidade relativa média, dados importantes a serem avaliados.

Resultados e Discussão

Tabela 15. Médias anuais da precipitação total, número de dias de precipitação, precipitação média e umidade relativa média da estação de Franca-SP nos anos de 2009 a setembro de 2012

Ano	Médias Anuais			
	Precipitação Total/mm	Número de dias de Precipitação	Precipitação Média/mm	Umidade Relativa Média/%
2009	169,7	14	5,58	73,3
2010	135,7	11	4,47	66,0
2011	135,7	12	4,45	68,4
2012*	111,3	9	3,67	67,0

**Dados coletados até setembro de 2012.*

Fonte: Dados da Rede do INMET

A partir destes dados pode-se inferir que o ano antecedente da safra de 2010 apresentou maior precipitação e umidade relativa em relação ao ano de 2011, isso prova que os frutos coletados em 2012 deverão apresentar um teor de água menor do que a de 2010, como se verificou pelas curvas TG/DTG. Esse fator de precipitação também afeta a disponibilidade de nutrientes e o metabolismo da planta, isso justifica o porquê do comportamento térmico de algumas amostras apresentarem diferenças entre as safras estudadas.

5.7. Estudo dos intermediários de decomposição térmica do fruto de jatobá.

Nesta seção serão discutidos os resultados da caracterização dos intermediários de decomposição térmica das amostras de CASNL, CASL, POL, FIB e SEM para as safras de 2010 e 2012. As fotos dos intermediários de decomposição obtidos para cada amostra encontram-se nos Apêndices F e G, respectivamente. As Tabelas 16(a); 16(b); 16(c); 16(d); 16(e) apresentam, respectivamente, os intermediários coletados para a casca lavada, casca não lavada, fibra, polpa e semente, e suas respectivas temperaturas de coleta e siglas adotadas.

Resultados e Discussão

Tabela 16(a) Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a casca lavada.

Amostra	Casca lavada			
Safra	2010		2012	
Intermediário	Temperatura (°C)	Sigla	Temperatura (°C)	Sigla
1°	168	1CASL10	165	1CASL12
2°	393	2CASL10	386	2CASL12
Resíduo	900	RCASL10	900	RCASL12

Fonte: Autor, 2013

Tabela 16(c) Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a fibra.

Amostra	Fibra			
Safra	2010		2012	
Intermediário	Temperatura (°C)	Sigla	Temperatura (°C)	Sigla
1°	138	1FIB10	141	1FIB12
2°	390	2FIB10	369	2FIB12
3°	-	-	550	3FIB12
Resíduo	900	RFIB10	900	RFIB12

Fonte: Autor, 2013

Tabela 16(b) Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a casca não lavada.

Amostra	Casca não lavada			
Safra	2010		2012	
Intermediário	Temperatura (°C)	Sigla	Temperatura (°C)	Sigla
1°	168	1CASNL10	135	1CASNL12
2°	393	2CASNL10	389	2CASNL12
Resíduo	900	RCASNL10	900	RCASNL12

Fonte: Autor, 2013

Tabela 16(d) Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a polpa.

Amostra	Polpa			
Safra	2010		2012	
Intermediário	Temperatura (°C)	Sigla	Temperatura (°C)	Sigla
1°	141	1POL10	135	1POL12
2°	270	2POL10	255	2POL12
3°	362	3POL10	363	3POL12
4°	565	4POL10	-	-
Resíduo	900	RPOL10	900	RPOL12

Fonte: Autor, 2013

Tabela 16(e) Temperaturas dos intermediários de decomposição térmica e as siglas adotadas para cada safra para a semente.

Amostra	Semente			
Safra	2010		2012	
Intermediário	Temperatura (°C)	Sigla	Temperatura (°C)	Sigla
1°	186	1SEM10	184	1SEM12
2°	389	2SEM10	364	2SEM12
Resíduo	900	RSEM10	900	RSEM12

Fonte: Autor, 2013

5.7.1. Casca lavada safra de 2010 (CASL10)

Para a casca lavada da safra de 2010 foram coletados três intermediários de decomposição térmica: 1° intermediário na temperatura de 168 °C, denominado 1CASL10, o 2° à T = 393 °C (2CASL10) e o 3° à T = 900 °C (RCASL10), esse último refere-se a compostos inorgânicos presentes na amostra.

Os resultados de AE se encontram na Tabela 17. Observa-se que a amostra 1CASL10 apresenta % de C e N maiores que a amostra *in natura* o que indica que houve a liberação de água. O teor de H, em relação à amostra CASL10, deveria diminuir, porém observou-se um aumento, que pode estar associado com a absorção de água de umidade.

Resultados e Discussão

Tabela 17. Resultados de AE da amostra CASL10 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

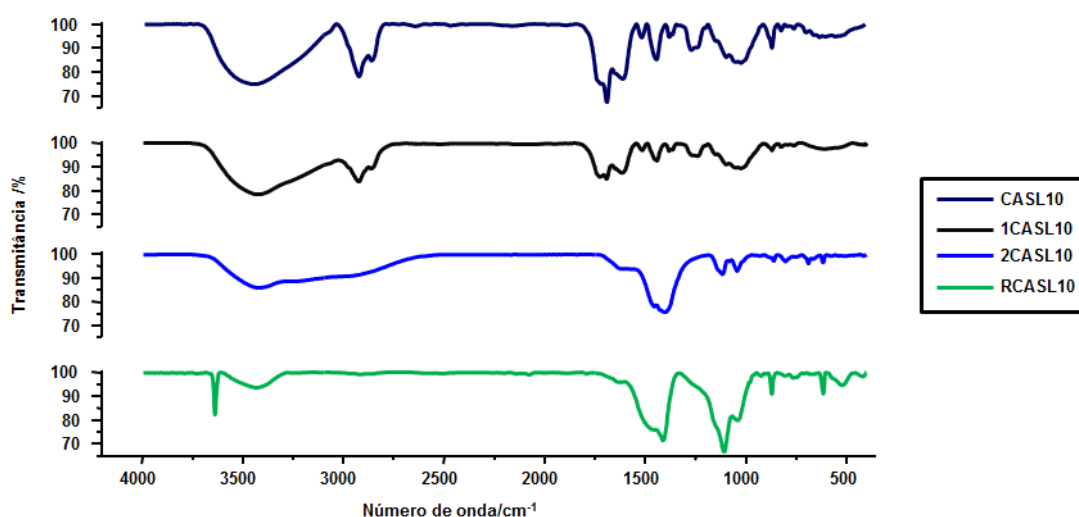
Amostra	C/%	H/%	N/%
CASL10	49,3	6,4	0,3
1CASL10	58,2	7,6	2,5
2CASL10	67,2	3,2	0,9
RCASL10	2,2	0,5	2,3

Fonte: Autor, 2013

Na amostra 2CASL10, o teor de C aumentou e os teores de H e N diminuíram, indicando a carbonização da amostra. As porcentagens de C, H e N presentes na amostra RCASL10 indicam, supostamente, a presença de sais inorgânicos.

Os espectros das amostras se encontram na Figura 36, e as bandas características e as possíveis atribuições estão na Tabela 18. Os espectros individuais dos intermediários encontram-se no Apêndice H, Figuras de 1 a 3.

Figura 36. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra CASL10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Os espectros das amostras CASL10 e 1CASL10 são similares. As bandas observadas na amostra 2CASL10 indicam a presença de compostos inorgânicos como carbonatos, sulfatos e sílica. Não é observada a presença de bandas de compostos orgânicos, o que indica que nesta temperatura que todo o material orgânico foi transformado em material carbonáceo.

Resultados e Discussão**Tabela 18. Bandas características da amostra CASL10 e os intermediários de decomposição térmica**

CASL10		1CASL10		2CASL10		RCASL10	
Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição
3446	ν OH	3430	ν OH	3244	δ N-H	3643	ν hidróxidos e/ou óxidos
2928	ν C-H de	2929	ν C-H de	1458	ν CO ₃ ²⁻	1472	ν CO ₃ ²⁻
2865	carbono sp ³	2868	carbono sp ³	1120	ν SO ₄ ²⁻	1111	ν SO ₄ ²⁻
1723		1731		1047	ν SiO ₂	1043	ν SiO ₂
1694	ν C=O	1697	ν C=O	865	δ CO ₃ ²⁻	874	δ CO ₃ ²⁻
1615	ν C=O de amida	1619	ν C=O de amida	806	δ SiO ₂	807	δ SiO ₂
1521	ν C=C de aromático	1520	ν C=C de aromático	619	δ SO ₄ ²⁻	618	δ SO ₄ ²⁻
1448	ν CO ₃ ²⁻	1447	ν CO ₃ ²⁻				
1384	δ CH ₃	1385	δ CH ₃				
1365		1368					
1274	ν C-O de lipídeos	1264	ν C-O de lipídeos				
1100	ν C-O de álcool 2°	1100	ν C-O de álcool 2°				
1062	ν C-O de álcool	1055	ν C-O de álcool				
1028	1°	1029	1°				
874	δ CO ₃ ²⁻	874	δ CO ₃ ²⁻				

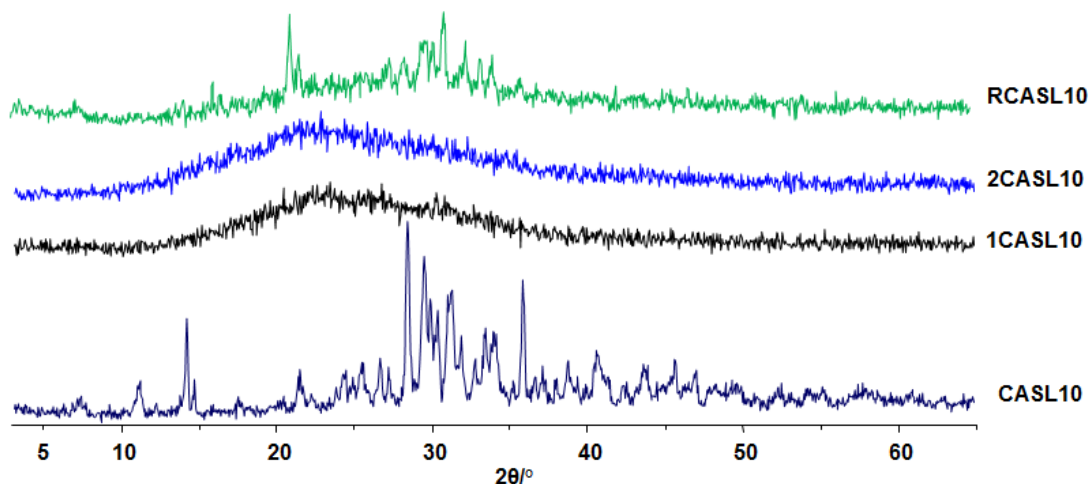
Fonte: Autor, 2013

O espectro do resíduo (RCASL10) apresenta bandas indicativas de carbonatos, sílica, sulfatos e de hidróxidos e/ou óxidos inorgânicos, que é confirmada pela porcentagem de C verificada na AE desta amostra.

Os difratogramas de raios X da amostra de CASL10 e seus intermediários encontram-se na Figura 37. Pode-se observar que a amostra *in natura* apresenta perfil cristalino, porém o 1º e o 2º intermediários de decomposição térmica, obtidos nas temperaturas de 168 e 393 °C, respectivamente, apresentaram amorficidade e o resíduo (T = 900 °C) mostra um perfil cristalino.

Resultados e Discussão

Figura 37. Difratomogramas de raios X da amostra CASL10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

5.7.2. Casca lavada safra de 2012 (CASL12)

Na amostra de CASL12 foram obtidos três intermediários de decomposição: 1CASL12 (165 °C), 2CASL12 (386 °C) e RCASL12 (900 °C). Esse último é considerado como as cinzas (sais minerais) da amostra.

Os resultados de análise elementar (Tabela 19) mostram que a amostra de 1CASL12 apresenta um teor de C, H e N similares com a amostra *in natura* indicando que houve apenas a liberação da umidade presente.

Tabela 19. Resultados de AE da amostra CASL12 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
CASL12	54,6	7,3	0,6
1CASL12	54,7	7,1	0,6
2CASL12	51,2	2,7	1,0
RCASL12	7,7	2,3	< LD*

*porcentagem menor do que limite de detecção do equipamento

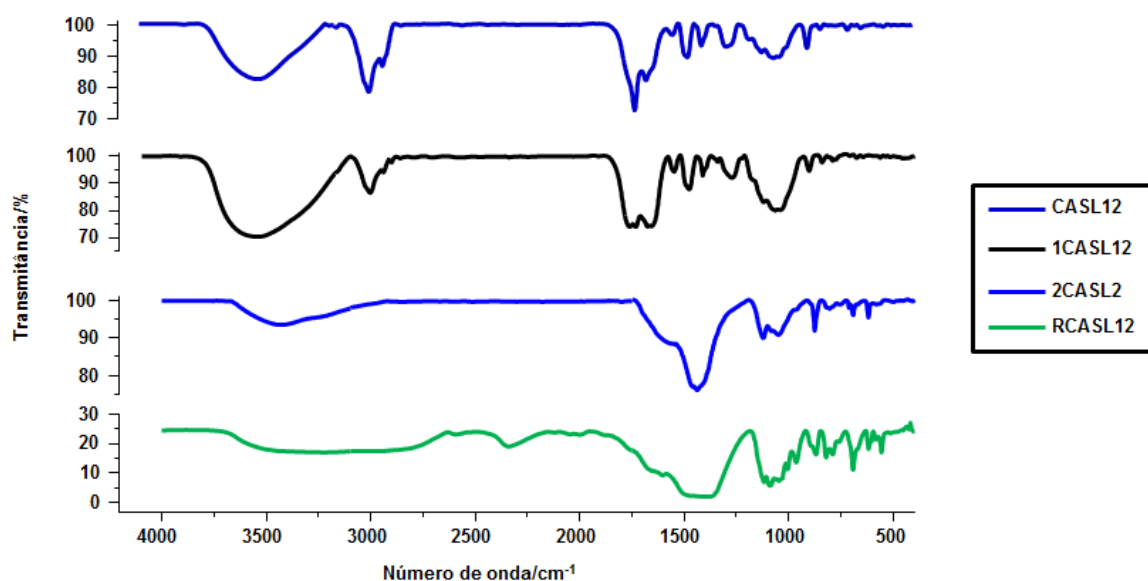
Fonte: Autor, 2013

Na amostra 2CASL12 houve uma diminuição das porcentagens de C e H e aumento da de N, isso nos mostra que houve uma decomposição térmica do material orgânico e dá-se o início da liberação do material carbonáceo. O teor de C presente na amostra RCASL12 indica a possível presença de carbonatos.

Resultados e Discussão

A Figura 38 mostra a sobreposição dos espectros de FTIR dos intermediários e da amostra *in natura*. Observa-se, conforme a coleta dos intermediários, o desaparecimento de algumas bandas observadas e o surgimento de outras que não foram observadas anteriormente, essas bandas encontram-se na Tabela 20. Os espectros individuais dos intermediários desta safra encontram-se no Apêndice I.

Figura 38. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra CASL12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Pode-se observar que o espectro da amostra 1CASL12 é similar com CASL12, porém neste intermediário há a presença da banda 1725 cm^{-1} ($\nu\text{ C=O}$) e a ausência da banda de $\nu\text{ C-O}$ de álcool primário (1023 cm^{-1}) indicando que além da liberação de água, houve a liberação de compostos voláteis.

Resultados e Discussão**Tabela 20. Bandas características da amostra CASL12 e os intermediários de decomposição térmica**

CASL12		1CASL12		2CASL12		RCASL12	
Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição
3446	ν OH	3430	ν OH	-	δ N-H	-	ν hidróxidos e/ou óxidos
2931	ν C-H de carbono sp ³	2932	ν C-H de carbono sp ³	-	ν C=O	-	-
2869		2870		1459	ν CO ₃ ²⁻	-	ν CO ₃ ²⁻
-	ν C=O	1725	ν C=O	1122	ν SO ₄ ²⁻	1118	ν SO ₄ ²⁻
1695		1697		1049	ν SiO ₂	1046	ν SiO ₂
1642	ν C=O de amida	1625	ν C=O de amida	876	δ CO ₃ ²⁻	869	δ CO ₃ ²⁻
1518	ν C=C de aromático	1519	ν C=C de aromático	805	δ SiO ₂	821	δ SiO ₂
1449	ν CO ₃ ²⁻	1447	ν CO ₃ ²⁻	620	δ SO ₄ ²⁻	619	δ SO ₄ ²⁻
1384	δ CH ₃	1385	δ CH ₃				
-		-					
1268	ν C-O de lipídeos	1248	ν C-O de lipídeos				
1102	ν C-O de álcool 2°	1102	ν C-O de álcool 2°				
1023	ν C-O de	1047	ν C-O de				
1046	álcool 1°	-	álcool 1°				
890	δ CO ₃ ²⁻	890	δ CO ₃ ²⁻				

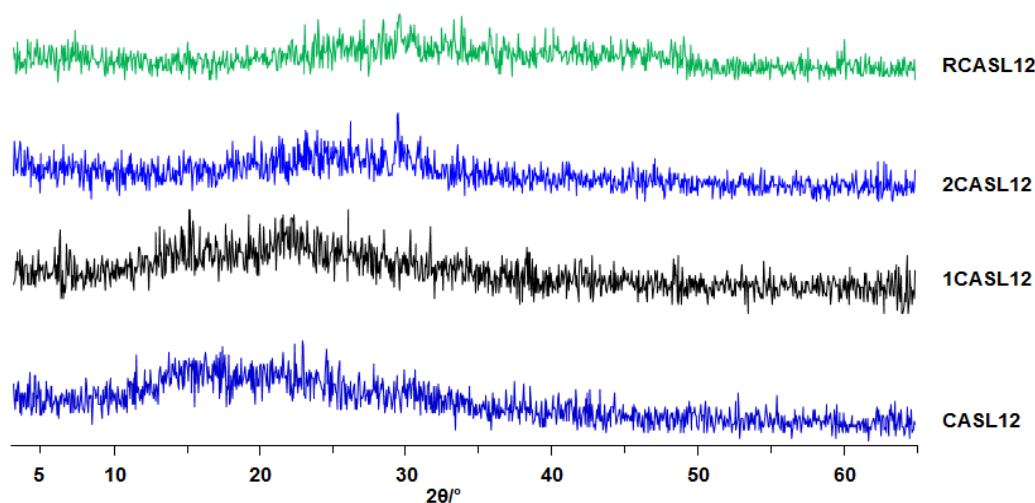
Fonte: Autor, 2013

O espectro da amostra 2CASL12 mostra a presença de carbonatos, sulfatos e sílica e estas mesmas substâncias estão presentes na amostra de RCASL12, apesar da ausência da banda de ν CO₃²⁻. Comparando com a safra de 2010, não foi identificada a presença das bandas δ N-H (3244 cm⁻¹) e ν C=O (1618 cm⁻¹) na amostra 2CASL12 e ν hidróxidos e/ou óxidos inorgânicos no resíduo de 2012.

Os difratogramas dos intermediários encontram-se na Figura 39. Observa-se que a amostra 1CASL12 apresenta amorficidade, assim como CASL12, e os intermediários 2CASL12 e RCASL apresentam caráter cristalino, corroborando com os espectros que indicam a presença de compostos inorgânicos.

Resultados e Discussão

Figura 39. Difratogramas de raios X da amostra CASL12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

5.7.3. Casca não lavada safra de 2010 (CASNL10)

Para a amostra de CASNL10 foram coletados três intermediários de decomposição térmica. O 1º na temperatura de 168 °C, denominado 1CASNL10, o 2º na T = 393 °C (2CASNL10) e o 3º intermediário na T = 900 °C (RCASNL10), que equivale ao resíduo (cinzas) dessa amostra.

Os dados obtidos de AE encontram-se na Tabela 21. Pode-se observar que a porcentagem de C e H das amostras CASNL10 e 1CASNL10 são similares, enquanto houve o aumento da % de N. Isso permite inferir que ocorreu, além da liberação de água, a liberação de compostos orgânicos voláteis. Com relação ao H, a maior porcentagem pode estar associada com a absorção de água de umidade pela amostra.

Tabela 21. Resultados de AE da amostra CASNL10 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
CASNL10	54,3	6,4	0,4
1CASNL10	54,1	6,6	2,4
2CASNL10	76,6	3,5	1,3
RCASNL10	4,9	3,8	<LD*

*porcentagem menor do que limite de detecção do equipamento

Fonte: Autor, 2013

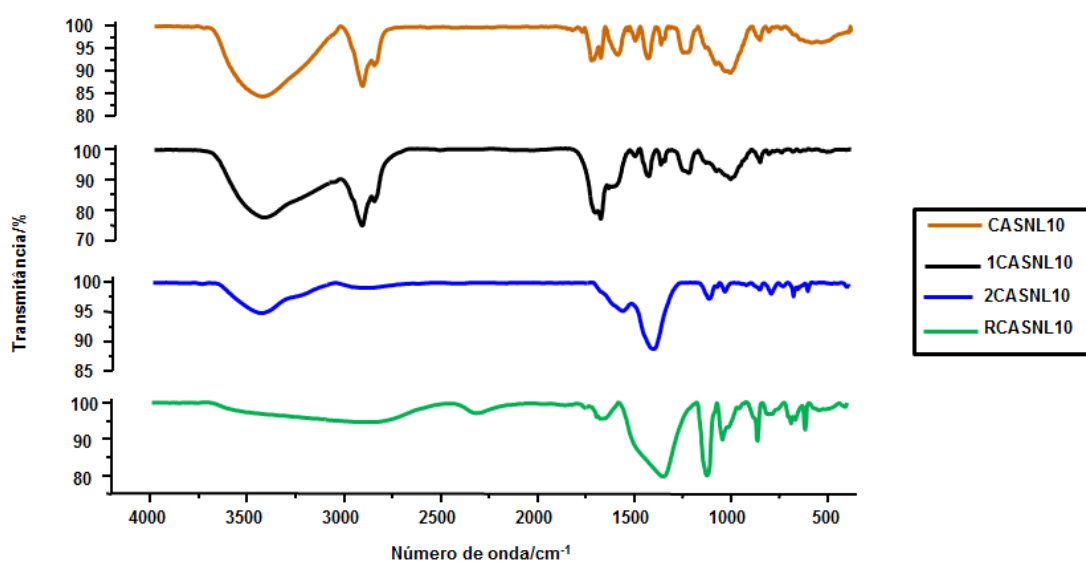
Resultados e Discussão

A amostra 2CASNL10, apresenta menores teores de H e N indicando que houve a decomposição térmica de compostos que apresentam esses elementos. O teor de C, nesta amostra, aumentou devido à carbonização, corroborando com a interpretação da curva TG/DTG.

No resíduo (cinzas) observa-se que há teores de C, correspondente a presença carbonatos inorgânicos nesse material. A porcentagem de H verificada pode estar associada com a absorção de água de umidade.

Pode-se observar pela sobreposição dos espectros de FTIR dos intermediários e da amostra *in natura* (Figura 40), que algumas bandas não evidenciadas aparecem conforme são coletados os intermediários. Os espectros individuais de cada intermediário se encontram nas Figuras 1 a 3 do Apêndice J. As bandas características da amostra CASNL10 e dos intermediários de decomposição térmica encontram-se na Tabela 22.

Figura 40. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra CASNL10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Os espectros das amostras de CASNL e 1CASNL10 são similares, porém na amostra 1CASNL10 há o desaparecimento da banda de ν C=O de éster (1745 cm^{-1}) e δ N-H, o que corrobora com a interpretação de que no 1º evento de decomposição térmica, verificado nas curvas TG/DTG, existe, além da desidratação, a liberação de compostos voláteis.

Resultados e Discussão**Tabela 22. Bandas características da amostra CASNL10 e os intermediários de decomposição térmica**

CASNL10		1CASNL10		2CASNL10		RCASNL10	
Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição
3446	ν OH	3432	ν OH	3747	ν OH	-	-
2928	ν C-H de	2930	ν C-H de	1410	ν CO ₃ ²⁻	1353	ν CO ₃ ²⁻
2887	carbono sp ³	2868	carbono sp ³	1126	ν SO ₄ ²⁻	1127	ν SO ₄ ²⁻
1745	ν C=O de éster	-	ν C=O de éster	1045	ν SiO ₂	1047	ν SiO ₂
1696	ν C=O ligado a aromático	1697	ν C=O ligado a aromático	869	δ CO ₃ ²⁻	866	δ CO ₃ ²⁻
1608	δ N-H	-	δ N-H	806	δ SiO ₂	806	δ SiO ₂
1518	ν C=C de aromático	1520	ν C=C de aromático	620	δ SO ₄ ²⁻	619	δ SO ₄ ²⁻
1448	ν CO ₃ ²⁻	1448	ν CO ₃ ²⁻				
1385	δ CH ₃	1386	δ CH ₃				
1369		1369					
1272	ν C-O de lipídeos	1242	ν C-O de lipídeos				
1098	ν C-O de álcool 2°	1099	ν C-O de álcool 2°				
1024	ν C-O de álcool 1°	1026	ν C-O de álcool 1°				
874	δ CO ₃ ²⁻	873	δ CO ₃ ²⁻				

Fonte: Autor, 2013

Verifica-se que no espectro da amostra 2CASNL10 não há a presença de bandas de compostos orgânicos, o que indica na temperatura de 393 °C que toda a matéria orgânica foi transformada em material carbonáceo. Nessa amostra há presença de bandas de carbonatos (1410 e 869 cm⁻¹), sílica (1045 e 806 cm⁻¹) e sulfatos (1126 e 620 cm⁻¹) indicando a formação de compostos inorgânicos. A banda 3747 cm⁻¹ é característica de ν OH, e pode estar associada com absorção de umidade pela amostra durante a preparação da pastilha de KBr.

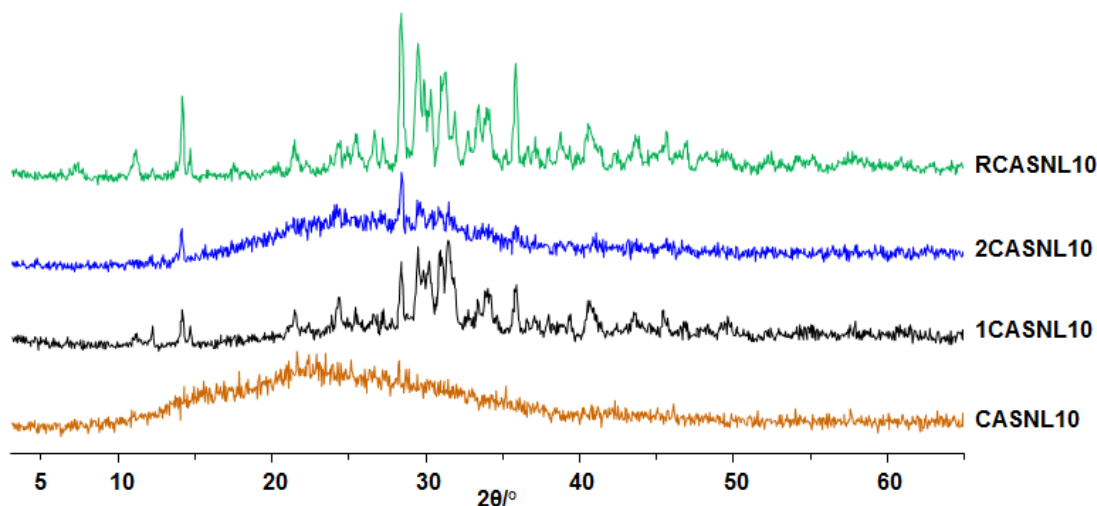
Na amostra RCASNL10 também não se observa bandas de material orgânico, visto que toda a matéria orgânica foi decomposta, e observam-se bandas características de carbonatos, sulfatos inorgânicos e sílica como mostrado na Tabela 21. A presença de carbonatos é confirmada pelo teor de C verificado na AE.

A Figura 41 ilustra os difratogramas de raios X das amostras CASNL10 (*in natura*) e de seus intermediários de decomposição térmica. Observa-se que a amostra CASNL10 apresenta amorficidade, no entanto, o 1º intermediário (T = 168

Resultados e Discussão

°C), o 2º intermediário (T = 393 °C) e o resíduo (T = 900 °C) apresentam perfil cristalino.

Figura 41. Difratogramas de raios X da amostra CASNL10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Com base nos resultados de FTIR verificou-se que as amostras apresentam bandas de carbonatos, porém o difratograma da amostra *in natura* apresenta perfil de material amorfo, indicando, nesse caso, que a matéria orgânica presente está mascarando a presença do carbonato. Contudo, os resultados de DRX dos intermediários corroboram a presença de carbonatos devido ao perfil cristalino apresentado nos difratogramas.

5.7.4. Casca não lavada da safra de 2012 (CASNL12)

A casca não lavada desta safra têm três intermediários, obtidos nas temperaturas de 135 °C (1CASNL12); 389 °C (2CASNL12) e 900 °C (RCASNL).

A Tabela 23 apresenta os resultados de AE, pode-se observar que o 1º intermediário apresenta maiores teores de C e H em relação a CASNL12, isso indica que houve perda da umidade da casca.

Resultados e Discussão

Tabela 23. Resultados de AE da amostra CASNL12 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
CASNL12	56,9	7,5	0,5
1CASNL12	58,2	7,7	0,4
2CASNL12	66,3	3,7	0,9
RCASNL12	5,6	4,7	<LD*

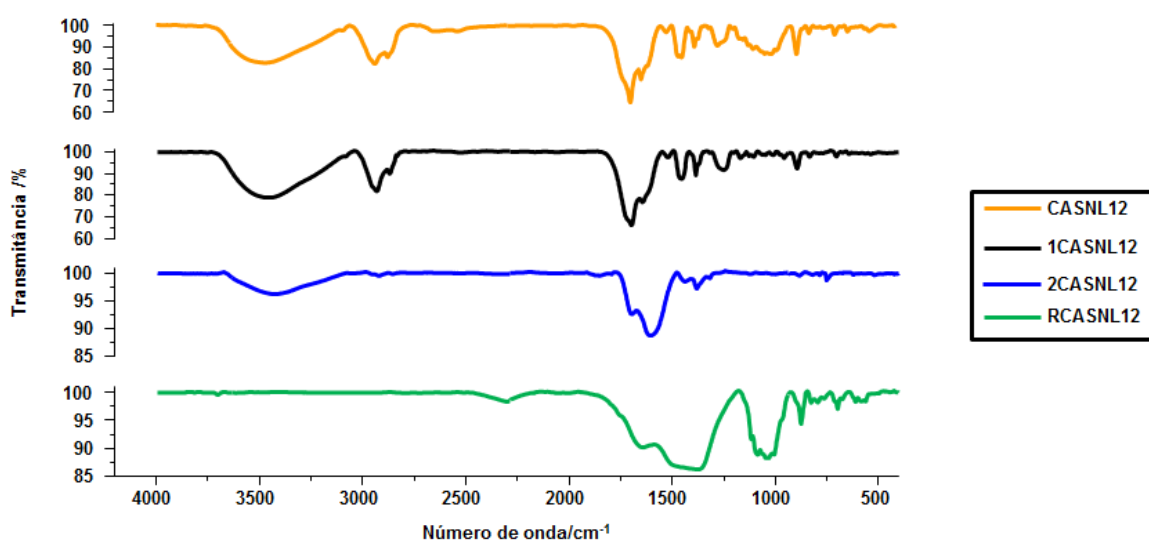
*porcentagem menor do que limite de detecção do equipamento

Fonte: Autor, 2013

No 2º intermediário, temos um aumento de C e N, indicando que houve a decomposição térmica da matéria orgânica confirmando os resultados de TG/DTG. Os teores de C na amostra de resíduo indica a possibilidade de haver carbonatos inorgânicos na amostra.

Os espectros dos intermediários encontram-se na Figura 42. Observa-se que a amostra 1CASNL12 e CASNL12 apresentam espectros similares, entretanto, não foi possível identificar uma das bandas de δCH_3 (1369 cm^{-1}) isso indica que além da perda da umidade, houve a liberação de voláteis. As bandas características dos intermediários encontram-se na Tabela 24. Os espectros individuais das amostras estão no Apêndice K.

Figura 42. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra CASNL12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

O espectro da amostra 2CASNL12 apresenta bandas características da presença de carbonatos, sulfatos e sílica, assim como, a amostra RCASNL12 que também apresenta hidróxido e/ou óxidos inorgânicos, diferindo da safra de 2010. O resíduo 2012 apresenta a banda 1046 cm^{-1} ($\nu\text{ SiO}_2$) que não foi observada na amostra 2CASNL12.

Tabela 24. Bandas características da amostra CASNL12 e os intermediários de decomposição térmica

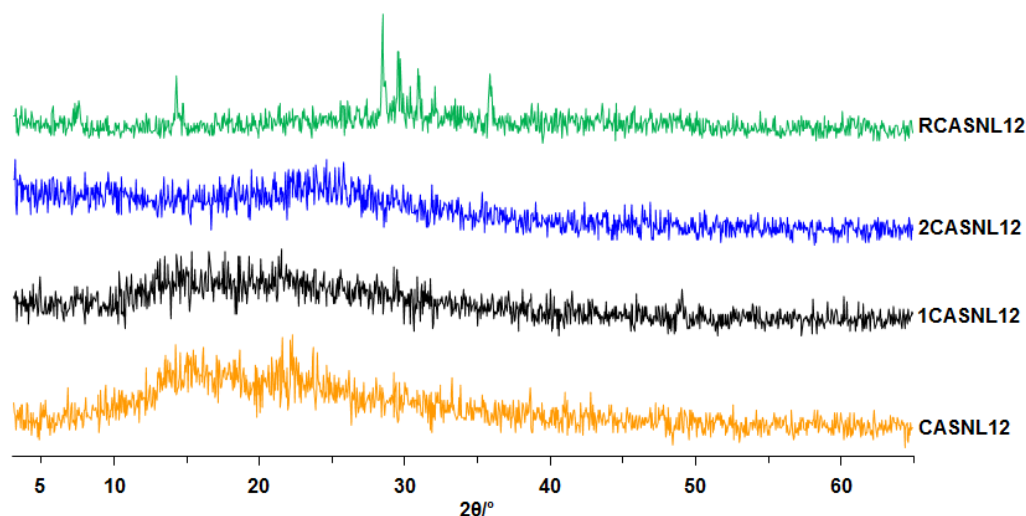
CASNL12		1CASNL12		2CASNL12		RCASNL12	
Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição
3459	$\nu\text{ OH}$	3456	$\nu\text{ OH}$	3427	$\nu\text{ OH}$	3703	ν hidróxidos e/ou óxidos
2930	$\nu\text{ C-H de}$ carbono sp^3	2930	$\nu\text{ C-H de}$ carbono sp^3	1440	$\nu\text{ CO}_3^{2-}$	1374	$\nu\text{ CO}_3^{2-}$
2868	$\nu\text{ C=O de}$ éster	2869	$\nu\text{ C=O de}$ éster	1118	$\nu\text{ SO}_4^{2-}$	1116	$\nu\text{ SO}_4^{2-}$
-		-		-	$\nu\text{ SiO}_2$	1046	$\nu\text{ SiO}_2$
1694	$\nu\text{ C=O ligado a}$ aromático	1697	$\nu\text{ C=O ligado a}$ aromático	876	$\delta\text{ CO}_3^{2-}$	870	$\delta\text{ CO}_3^{2-}$
-	$\delta\text{ N-H}$	-	$\delta\text{ N-H}$	816	$\delta\text{ SiO}_2$	822	$\delta\text{ SiO}_2$
1520	$\nu\text{ C=C de}$ aromático	1518	$\nu\text{ C=C de}$ aromático	618	$\delta\text{ SO}_4^{2-}$	607	$\delta\text{ SO}_4^{2-}$
1447	$\nu\text{ CO}_3^{2-}$	1455	$\nu\text{ CO}_3^{2-}$				
1385	$\delta\text{ CH}_3$	1385	$\delta\text{ CH}_3$				
1369		-					
1274	$\nu\text{ C-O de}$ lipídeos	1249	$\nu\text{ C-O de}$ lipídeos				
1102	$\nu\text{ C-O de}$ álcool 2°	1104	$\nu\text{ C-O de}$ álcool 2°				
1021	$\nu\text{ C-O de}$ álcool 1°	1048	$\nu\text{ C-O de}$ álcool 1°				
-		1010					
889	$\delta\text{ CO}_3^{2-}$	889	$\delta\text{ CO}_3^{2-}$				

Fonte: Autor, 2013

Os difratogramas das amostras encontram-se na Figura 43. Diferentemente da safra de 2010, CASNL12, 1CASNL12 e 2CASNL12 apresentam caráter amorfo, enquanto que RCASNL12 é cristalina.

Resultados e Discussão

Figura 43. Difratogramas de raios X da amostra CASNL12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Apesar de os espectros de FTIR indicarem a presença de carbonatos em todas as amostras, apenas foi verificado a cristalinidade em RCASNL12, isso indica que o material orgânico está mascarando a presença dos carbonatos.

5.7.5. Fibra da safra de 2010 (FIB10)

A amostra de FIB10 apresenta três intermediários de decomposição, que foram coletados nas temperaturas de 138 °C (1FIB10), 390 °C (2FIB10) e 900 °C (RFIB10).

Os resultados de AE, mostrados na Tabela 25, indicam que o 1º intermediário apresenta % de C e N maiores em relação à amostra *in natura*, o que confirma que houve a liberação de água da amostra. A porcentagem de H é similar à amostra FIB10, o que pode ser associado com a absorção de água de umidade.

Tabela 25. Resultados de AE da amostra FIB10 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
FIB10	39,6	5,7	0,4
1FIB10	42,5	5,9	2,4
2FIB10	59,9	1,6	0,4
RFIB10	1,4	0,4	0,5

Fonte: Autor, 2013

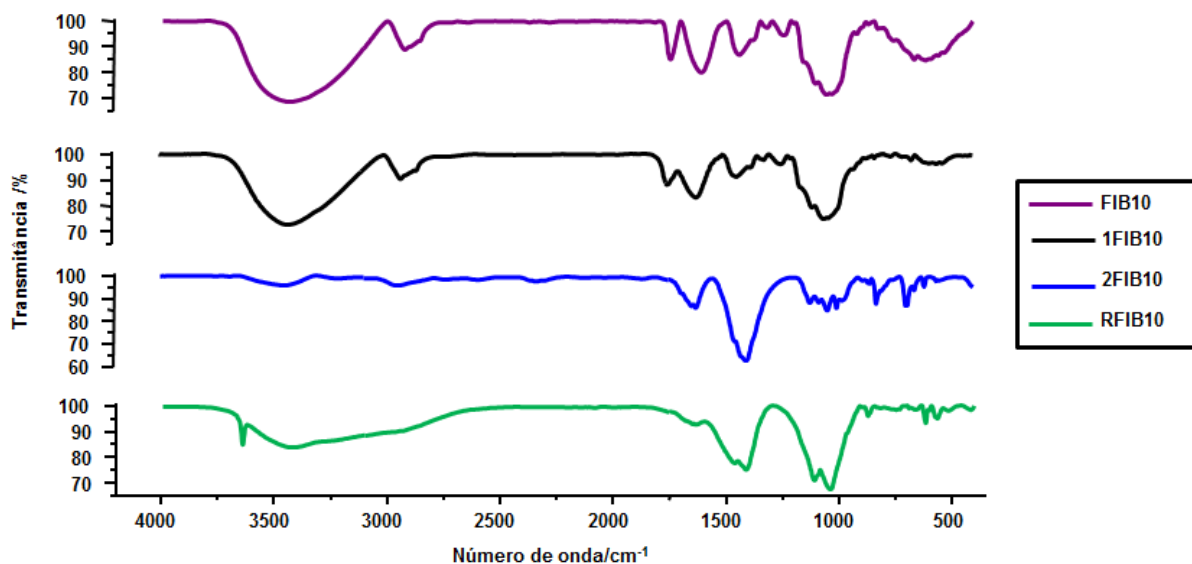
Resultados e Discussão

Os teores de C, H e N presentes na amostra de RFIB10 confirmam à presença de compostos inorgânicos.

Na amostra 2FIB10 observou-se que as porcentagens de C e H aumentaram indicando que a matéria orgânica foi transformada em material carbonáceo, analogamente às amostras anteriores.

Os espectros sobrepostos da amostra de FIB10 e os intermediários estão apresentados na Figura 44. Os espectros individuais dos intermediários se encontram no Apêndice L (Figuras de 1 a 3). As bandas características e as atribuições propostas se encontram na Tabela 26.

Figura 44. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra FIB10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Pode-se inferir que as amostras FIB10 e 1FIB10 apresentam espectros similares, corroborando com a liberação de água da amostra.

Resultados e Discussão**Tabela 26. Bandas características da amostra FIB10 e os intermediários de decomposição térmica**

FIB10		1FIB10		2FIB10		RFIB10	
Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição
3433	v OH	3421	v OH	-	-	3642	v hidróxidos e/ou óxidos
2922	v C-H de carbono sp ³	2923	v C-H de carbono sp ³	1408	v CO ₃ ²⁻	1412	v CO ₃ ²⁻
1748	v C=O de ésteres	1744	v C=O de ésteres	1125	v SO ₄ ²⁻	1110	v SO ₄ ²⁻
1611	v C=O de amida	1617	v C=O de amida	1048	v SiO ₂	1040	v SiO ₂
1442	δ CH ₂ e CH ₃	1438	δ CH ₂ e CH ₃	868	δ CO ₃ ²⁻	873	δ CO ₃ ²⁻
1382	δ CH ₃	1377	δ CH ₃	619	δ SO ₄ ²⁻	619	δ SO ₄ ²⁻
1106	v C-O de álcool 2°	1106	v C-O de álcool 2°				
1034	v C-O de álcool 1°	1036	v C-O de álcool 1°				

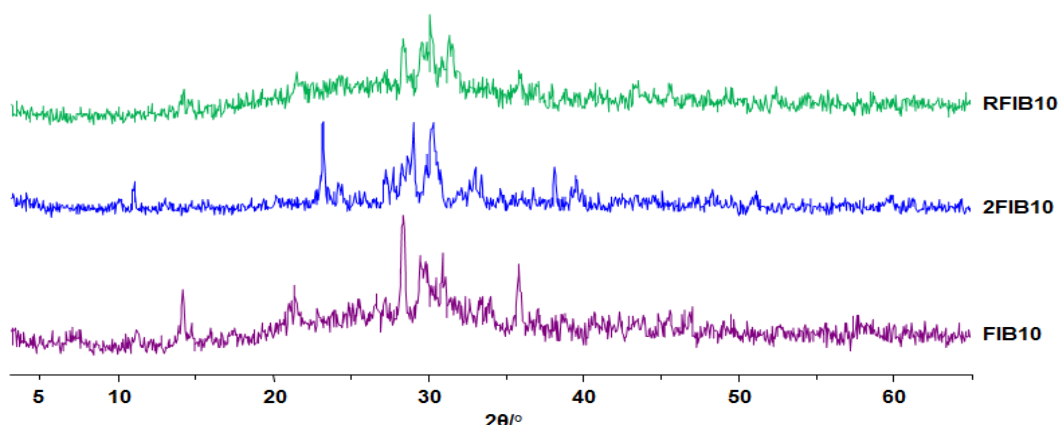
Fonte: Autor, 2013

As bandas atribuídas para o 2º intermediário indicam a presença de compostos inorgânicos como carbonatos, sulfatos e sílica. E, na amostra de RFIB10 observam-se, além da presença destes compostos, os hidróxidos e/ou óxidos inorgânicos.

Na Figura 45 encontram-se os difratogramas de raios X da amostra de FIB10 e dos intermediários de decomposição térmica. Pode-se inferir que a amostra *in natura*, o 2º intermediário (T = 390 °C) e o resíduo (T = 900 °C) apresentam fases cristalinas. O difratograma do 1º intermediário (T = 138 °C) não foi colocado porque apresentou resultado incoerente e não havia mais amostra da safra de 2010 para a realização de uma nova medida de DRX.

Resultados e Discussão

Figura 45. Difratogramas de raios X da amostra FIB10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

5.7.6. Fibra da safra de 2012 (FIB12)

Diferentemente da safra de 2010, a amostra de fibra de 2012 apresenta quatro intermediários que foram denominados 1FIB12 (141 °C), 2FIB12 (369 °C), 3FIB12 (550) e RFIB12 (900 °C).

A Tabela 27 mostram os resultados de análise elementar dos intermediários da fibra de 2012. Observa-se que uma diminuição da % de C do 1º intermediário em relação à fibra *in natura*, isso indica que houve a desidratação da amostra e a liberação de voláteis.

Tabela 27. Resultados de AE da amostra FIB12 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
FIB12	39,2	5,9	1,1
1FIB12	38,9	6,3	1,0
2FIB12	29,8	3,4	0,8
3FIB12	10,3	3,6	<LD*
RFIB12	8,8	2,8	0,3

*porcentagem menor do que limite de detecção do equipamento

Fonte: Autor, 2013

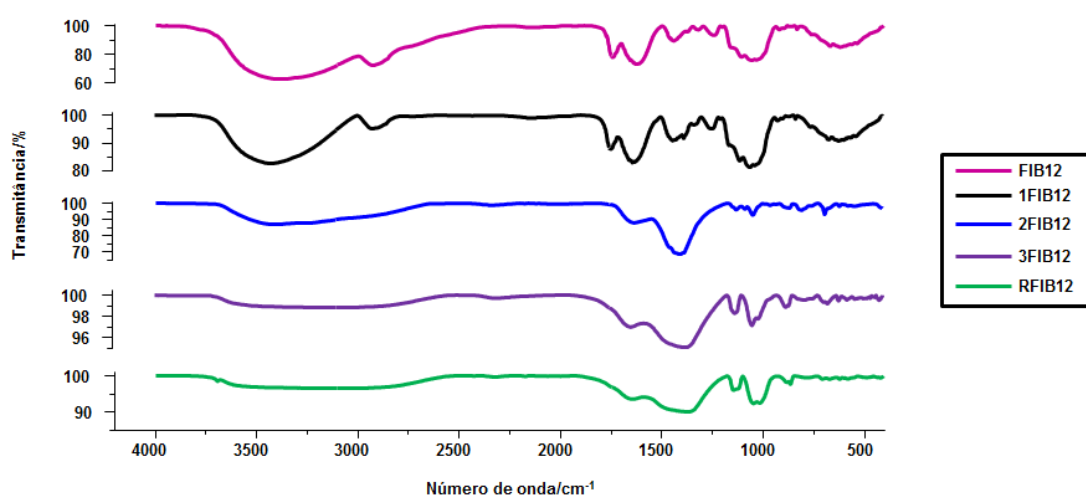
Para a amostra 2FIB12 esperava-se que o teor de C fosse maior do que o intermediário anterior, isso mostra que além da decomposição da matéria orgânica, há a liberação do material carbonáceo. As porcentagens verificadas na amostra 3FIB12 indicam que todo o material carbonáceo foi liberado e temos apenas

Resultados e Discussão

compostos inorgânicos. As porcentagens de C e H diminuíram no resíduo indicando que os compostos inorgânicos formados anteriormente sofreram decomposição.

A sobreposição dos espectros de FTIR da amostra de FIB12 e seus respectivos intermediários encontram-se na Figura 46. A amostra *in natura* e o 1º intermediário de decomposição térmica apresentam espectros similares, inclusive, foram identificadas as mesmas bandas, como pode ser observada na Tabela 28.

Figura 46. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra FIB12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

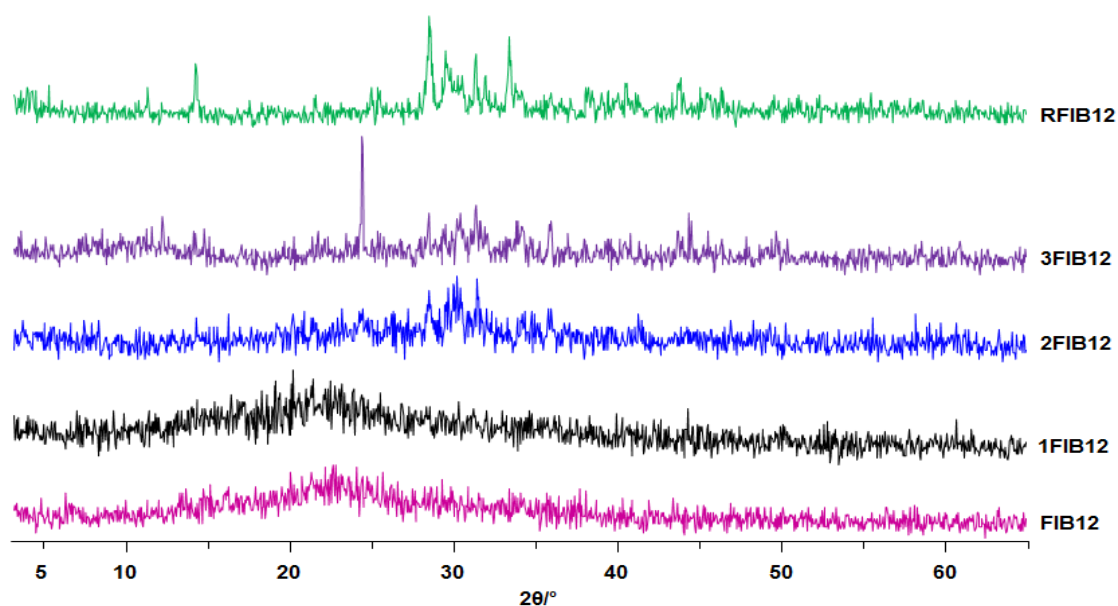
Para a amostra de 2FIB12 foram verificada bandas de compostos inorgânicos como carbonatos, sulfatos e sílica, assim como, na amostra 3FIB12. A amostra do resíduo além dos compostos citados anteriormente apresenta banda característica da presença de hidróxidos e/ou óxidos inorgânicos, comprovando que houve a decomposição de alguns materiais inorgânicos que formaram esses óxidos e/ou hidróxidos. Os espectros de FTIR individuais dos intermediários encontram-se no Apêndice M.

Resultados e Discussão**Tabela 28. Bandas características da amostra FIB12 e os intermediários de decomposição térmica**

FIB12		1FIB12		2FIB12		3FIB12		RFIB12	
Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição
3375	v OH	3422	v OH	3403	v OH	-	v OH	3691	v hidróxidos e/ou óxidos
2923	v C-H de carbono sp ³	2921	v C-H de carbono sp ³	1407	v CO ₃ ²⁻	1382	v CO ₃ ²⁻	1376	v CO ₃ ²⁻
1745	v C=O de ésteres	1742	v C=O de ésteres	1129	v SO ₄ ²⁻	1133	v SO ₄ ²⁻	1147	v SO ₄ ²⁻
1614	v C=O de amida	1628	v C=O de amida	1046	v SiO ₂	1047	v SiO ₂	1047	v SiO ₂
1443	δ CH ₂ e CH ₃	1438	δ CH ₂ e CH ₃	866	δ CO ₃ ²⁻	881	δ CO ₃ ²⁻	883	δ CO ₃ ²⁻
1374	δ CH ₃	1384	δ CH ₃	620	δ SO ₄ ²⁻	620	δ SO ₄ ²⁻	621	δ SO ₄ ²⁻
1107	v C-O de álcool 2°	1107	v C-O de álcool 2°						
1034	v C-O de álcool 1°	1034	v C-O de álcool 1°						

Fonte: Autor, 2013

A Figura 47 ilustra os difratogramas de DRX dos intermediários e da fibra de 2012. Pode-se observar que a FIB12 e 1FIB12 apresentam amorficidade, indicando a presença de compostos orgânicos, corroborando com os espectros de FTIR.

Figura 47. Difratogramas de raios X da amostra FIB12 e seus intermediários de decomposição térmica**Fonte: Autor, 2013**

Resultados e Discussão

Em 2FIB12 observa-se que há um começo de cristalização e os dois intermediários seguintes (3FIB12 e RFIB12) são cristalinos, comprovando a presença dos compostos inorgânicos verificados no FTIR.

5.7.7. Polpa da safra de 2010 (POL10)

Diferentemente das outras amostras, a polpa apresenta cinco intermediários de decomposição térmica, que são: 1POL10 (141 °C), 2POL10 (270 °C), 3POL10 (362 °C), 4POL10 (565 °C) e RPOL10 (900 °C).

Os dados de AE se encontram na Tabela 29. Pode-se inferir que a amostra 1POL10 apresenta maior porcentagem de C e N, o que indica que houve a liberação de água. A porcentagem de H é similar, no entanto, esperava-se que a mesma fosse menor, porém isto é explicado devido à absorção de água de umidade pela amostra.

Tabela 29. Resultados de AE da amostra POL10 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
POL10	40,0	6,1	0,7
1POL10	42,3	6,1	1,7
2POL10	60,4	4,7	2,9
3POL10	49,8	2,1	2,5
4POL10	19,4	1,6	1,6
RPOL10	4,4	3,7	<LD*

*porcentagem menor do que limite de detecção do equipamento

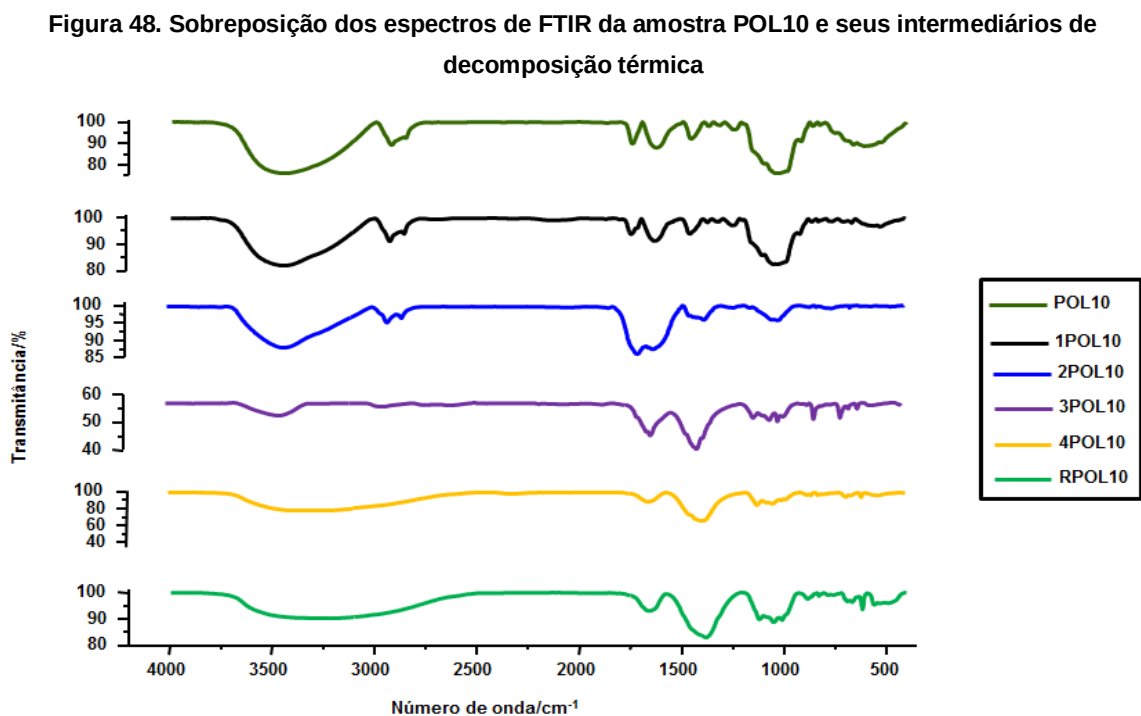
Fonte: Autor, 2013

A amostra 2POL10 apresenta maior teor de C, e menor teor de H, que estão associados com a decomposição da matéria orgânica e a transformação da mesma em material carbonáceo. Na amostra 3POL10, por sua vez, há uma diminuição de C, H e N que podem estar associados com a liberação do material carbonáceo.

No intermediário 565 °C, todo material carbonáceo foi liberado e a perda de massa associada a este evento é devido à decomposição térmica de compostos inorgânicos e a presença do teor de C presente nessa amostra. Na RPOL10 as porcentagens de C e N diminuem, indicando que há presença de compostos inorgânicos, principalmente, carbonatos. O teor de H verificado pode estar associado com a absorção de água de umidade.

Resultados e Discussão

Os espectros de FTIR da amostra de POL10 e os intermediários se encontram na Figura 48. Os espectros individuais dos intermediários se encontram nas Figuras 1 a 5 do Apêndice N.



Fonte: Autor, 2013

O espectro de FTIR da amostra 1POL10 é similar ao espectro da amostra *in natura*, indicando que houve a liberação de água sem a modificação das estruturas químicas presentes. No espectro da amostra 2POL10 verificou-se a presença de bandas de compostos orgânicos em degradação como mostrada na Tabela 30.

Resultados e Discussão**Tabela 30. Bandas características da amostra POL10 e os intermediários de decomposição térmica**

POL10		1POL10		2POL10		3POL10		4POL10		RPOL10	
Banda /cm ⁻¹	Atribuição	Banda /cm ⁻¹	Atribuição	Banda /cm ⁻¹	Atribuição	Banda /cm ⁻¹	Atribuição	Banda /cm ⁻¹	Atribuição	Banda /cm ⁻¹	Atribuição
3444	v OH	3447	v OH	3428	v OH	3448	v OH	3373		3234	
2924	v C-H de carbono sp ³	2924	v C-H de carbono sp ³	2922	v C-H de carbono sp ³	2934	v C-H de carbono sp ³	1660	H ₂ O	1663	H ₂ O
2850		2854		2850		1630	v C=O de amida	-	-	-	-
1748	v C=O de ésteres	1746	v C=O de ésteres	1706	v C=O em degradação	1402	v CO ₃ ²⁻	1400	v CO ₃ ²⁻	1383	v CO ₃ ²⁻
1632	v C=O de amida	1634	v C=O de amida	1628		1127	v SO ₄ ²⁻	1126	v SO ₄ ²⁻	1123	v SO ₄ ²⁻
1461	δ CH ₂ e CH ₃	1458	δ CH ₂ e CH ₃	1455	δ CH ₂ e CH ₃ em degradação	1048	v SiO ₂	1055	v SiO ₂	1062	v SiO ₂
1374	δ CH ₃	1373	δ CH ₃	1418		1007	δ C-O de carbonos 1° e 2°	-	-	-	-
1106	v C-O de álcool 2°	1106	v C-O de álcool 2°	1379	δ CH ₃	832	δ CO ₃ ²⁻	-	δ CO ₃ ²⁻	865	δ CO ₃ ²⁻
1033	v C-O de álcool 1°	1032	v C-O de álcool 1°	1049	v C-O de álcool em degradação	619	δ SO ₄ ²⁻	619	δ SO ₄ ²⁻	619	δ SO ₄ ²⁻
				1018							

Fonte: Autor, 2013

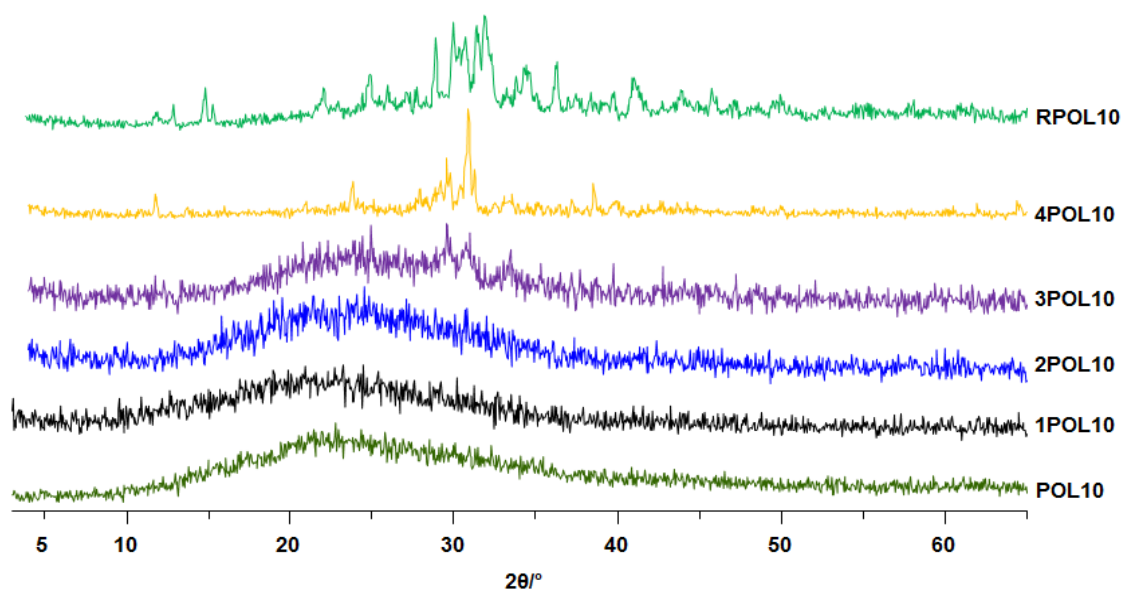
Resultados e Discussão

Em 3POL10 verificou-se a presença de bandas de compostos inorgânicos e orgânicos, indicando que nem toda a matéria orgânica foi decomposta. Em 4POL10, as bandas referentes a compostos orgânicos não aparecem, indicando que não há material orgânico nessa temperatura.

No espectro de RPOL10 verificaram-se bandas características de carbonatos, sulfatos e sílica, o que justifica a porcentagem de C verificada pelos resultados de AE. Em 4POL10 e RPOL10 apresentaram bandas características de água, que pode estar associada com a absorção de água de umidade pela amostra no momento da preparação da pastilha de KBr.

Os difratogramas de raios X da amostra de POL10 e seus intermediários de decomposição térmica encontram-se na Figura 49. Observou-se que a amostra *in natura*, o 1º e 2º intermediários (temperaturas de 141 e 270 °C, respectivamente) apresentam caráter amorfo, porém os intermediários obtidos nas temperaturas de 362, 565 e 900 °C (resíduo) apresentam fases cristalinas.

Figura 49. Difratogramas de raios X da amostra POL10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

5.7.8. Polpa da safra de 2012 (POL12)

Diferentemente da safra de 2010, a polpa 2012 apresenta quatro intermediários: 1POL12 (135 °C), 2POL12 (255 °C), 3POL12 (363 °C) e RPOL12 (900 °C).

Os resultados de AE (Tabela 31) mostram um aumento nos teores de C, H e N na amostra 1POL12 indicando que além da desidratação, houve a decomposição de compostos voláteis.

Tabela 31. Resultados de AE da amostra POL12 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
POL12	40,8	6,4	1,3
1POL12	44,1	6,8	1,4
2POL12	54,6	5,2	2,1
3POL12	50,2	3,6	1,8
RPOL12	6,3	3,4	1,4

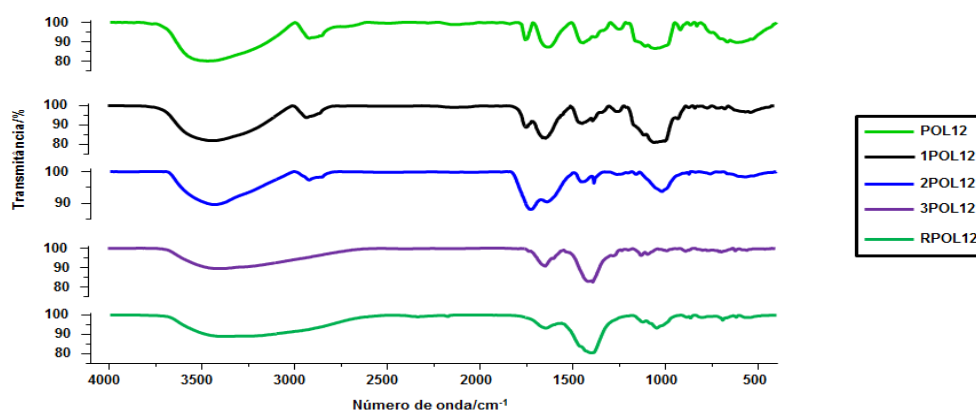
Fonte: Autor, 2013

A amostra 2POL12 apresenta maior teor de C indicando a decomposição da matéria orgânica e a transformação em material carbonáceo. Na amostra de 3POL12 há diminuição das porcentagens dos três elementos indicando que houve a liberação do material carbonáceo. O teor de C na amostra de RPOL12 pode estar associado com a presença de carbonatos e %H se deve a absorção de água de umidade durante a preparação das pastilhas de KBr.

Os espectros de FTIR (Figura 50) das amostras de 1POL12 e POL12 são similares, apesar de que no intermediário não foi possível identificar uma das bandas de ν C-H sp^3 (2856 cm^{-1}), isso prova que além da desidratação houve a decomposição de compostos voláteis.

Resultados e Discussão

Figura 50. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra POL12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

No espectro da amostra 2POL12 verificou-se a presença de bandas de compostos em degradação e a ausência da banda de ν C-O de álcool em degradação (1052 cm^{-1}) e a presença da banda em 2854 cm^{-1} (ν C-H sp^3) como mostrada na Tabela 32.

Tabela 32. Bandas características da amostra POL12 e os intermediários de decomposição térmica

POL12		1POL12		2POL12		3POL12		RPOL12	
Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição	Banda/ cm^{-1}	Atribuição
3468	ν OH	3442	ν OH	3433	ν OH	3399	ν OH	3377	
2921	ν C-H de carbono sp^3	2924	ν C-H de carbono sp^3	2922	ν C-H de carbono sp^3	-	ν C-H de carbono sp^3	2172	H_2O
2856		-		2854		1641	ν C=O de amida	1642	
1753	ν C=O de ésteres	1742	ν C=O de ésteres	1724	ν C=O em degradação	1409	ν CO_3^{2-}	1401	ν CO_3^{2-}
1631	δ N-H	1638	δ N-H	1635		1229	ν SO_4^{2-}	1120	ν SO_4^{2-}
1443	δ CH_2 e CH_3	1458	δ CH_2 e CH_3	1454	δ CH_2 e CH_3 em degradação	1091	ν SiO_2	1046	ν SiO_2
1381	δ CH_3	1384	δ CH_3	1446		-	δ C-O de carbonos 1° e 2°	-	-
1109	ν C-O de álcool 2°	1106	ν C-O de álcool 2°	1384	δ CH_3	861	δ CO_3^{2-}	865	δ CO_3^{2-}
1033	ν C-O de álcool 1°	1035	ν C-O de álcool 1°	-	ν C-O de álcool em degradação	618	δ SO_4^{2-}	620	δ SO_4^{2-}
		1052		1020					

Fonte: Autor, 2013

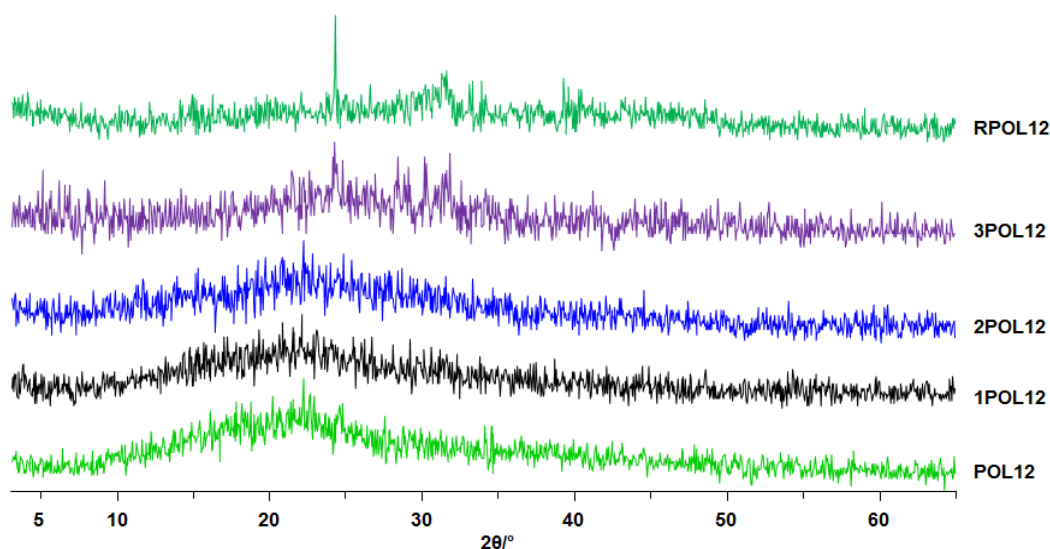
Resultados e Discussão

Na amostra de 3POL12 verificou-se a presença de alguns compostos inorgânicos, mas ainda temos banda características da presença de compostos orgânicos (1641 cm^{-1}), ou seja, nem toda a matéria orgânica foi decomposta na temperatura de $363\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Na amostra de RPOL12 verificam-se bandas características de compostos inorgânicos como carbonatos, sulfatos e sílica, a presença de água pode ser justificada pela absorção de umidade pela amostra. Os espectros individuais dos intermediários encontram-se no Apêndice O.

A Figura 51 apresenta os difratogramas dos intermediários. Pode-se observar que as amostras POL12, 1POL12 e 2POL12 têm caráter amorfo.

Figura 51. Difratogramas de raios X da amostra POL12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Na amostra de 3POL12 verifica-se um começo de cristalização, comprovando os resultados de FTIR que indicam que esta amostra tem compostos inorgânicos e orgânicos. A amostra RPOL12 tem caráter cristalino comprovando a presença dos compostos inorgânicos verificados no FTIR.

Resultados e Discussão

5.7.9. Semente da safra de 2010 (SEM10)

A amostra de SEM10 apresenta três intermediários de decomposição térmica obtidos nas seguintes temperaturas: 1º a 186 °C, o 2º a 389 °C e o 3º a 900 °C. Estas temperaturas foram determinadas pelas curvas TG/DTG.

Os resultados apresentados na Tabela 33 se referem à técnica de AE. Observa-se que na amostra de 1SEM10, analogamente a amostra CASNL10, o teor de C e H é similar ao da amostra *in natura*, que indica que além da liberação de água há a liberação de compostos orgânicos voláteis.

Tabela 33. Resultados de AE da amostra SEM10 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

Amostra	C/%	H/%	N/%
SEM10	43,2	6,2	0,8
1SEM10	44,9	6,1	1,1
2SEM10	55,9	2,8	3,1
RSEM10	4,0	2,4	2,9

Fonte: Autor, 2013

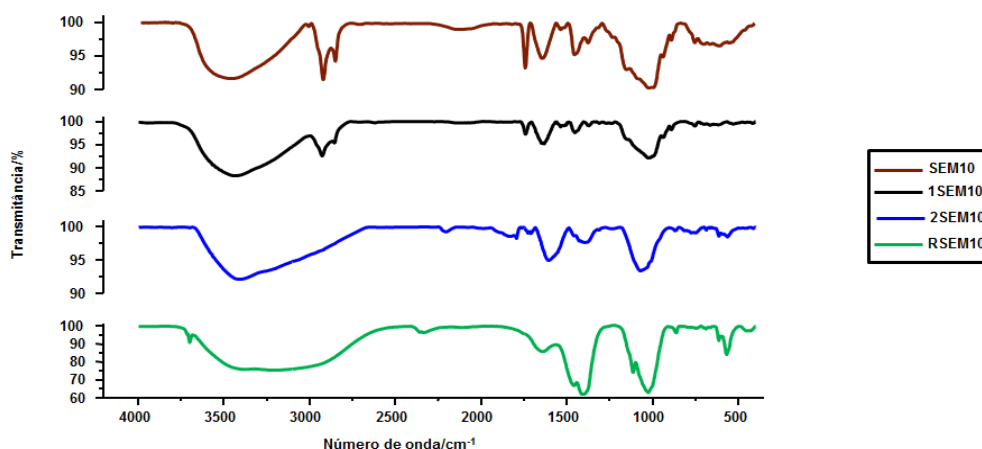
A porcentagem de H diminui na amostra 2SEM10 e os teores de C e N aumentam indicando que o material orgânico foi transformado em material carbonáceo.

Na amostra RSEM10 verifica-se a presença de C, o que indica que há a formação de carbonatos, visto que na temperatura de 900 °C não há a presença de material orgânico.

Os espectros de FTIR da amostra de SEM10 e dos intermediários estão na Figura 52, os espectros individuais dos intermediários estão nas Figuras 1 a 3 do Apêndice P. Os espectros de 1SEM10 e SEM10 apresentaram bandas características similares (Tabela 34). Observa-se que as bandas (ν C-H carbono sp^2 e ν C=O) estão presentes na amostra *in natura*, contudo não estão presentes no espectro da amostra 1SEM10. Isso indica que houve a liberação de compostos voláteis, corroborando com os dados de AE discutidos anteriormente. Nesta amostra foram observadas bandas que indicam a presença de água, que provavelmente foi adsorvida.

Resultados e Discussão

Figura 52. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra SEM10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

Na amostra de 2SEM10 houve a predominância de bandas de compostos inorgânicos, como carbonatos, sulfatos e sílica. Verificou-se, também, a presença de bandas características da presença de água, que provavelmente foi adsorvida pela amostra no momento da preparação das pastilhas de KBr.

Tabela 34. Bandas características da amostra SEM10 e os intermediários de decomposição térmica

SEM10		1SEM10		2SEM10		RSEM10	
Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição	Banda/cm ⁻¹	Atribuição
3460		3431		3412		3412	
2132	H ₂ O	1637	H ₂ O	2207	H ₂ O	2340	H ₂ O
1649		-		1613		1638	
3010	v C-H carbono sp ²	-	v C-H carbono sp ²	1400	v CO ₃ ²⁻	1462	v CO ₃ ²⁻
2925	v C-H de	2926	v C-H de	1075	v SiO ₂	1118	v SiO ₂
2855	carbono sp ³	2855	carbono sp ³	873	δ CO ₃ ²⁻	1030	δ CO ₃ ²⁻
1746	v C=O de ésteres	1746	v C=O de ésteres	618	δ SO ₄ ²⁻	618	δ SO ₄ ²⁻
1459	δ CH ₂ e CH ₃	1459	δ CH ₂ e CH ₃			1407	v SO ₄ ²⁻
1381	δ CH ₃	1375	δ CH ₃			867	δ SiO ₂
1157	v C=O	-	v C=O			3699	v hidróxidos e/ou óxidos
1027	v C-O de álcool 1°	1025	v C-O de álcool 1°				

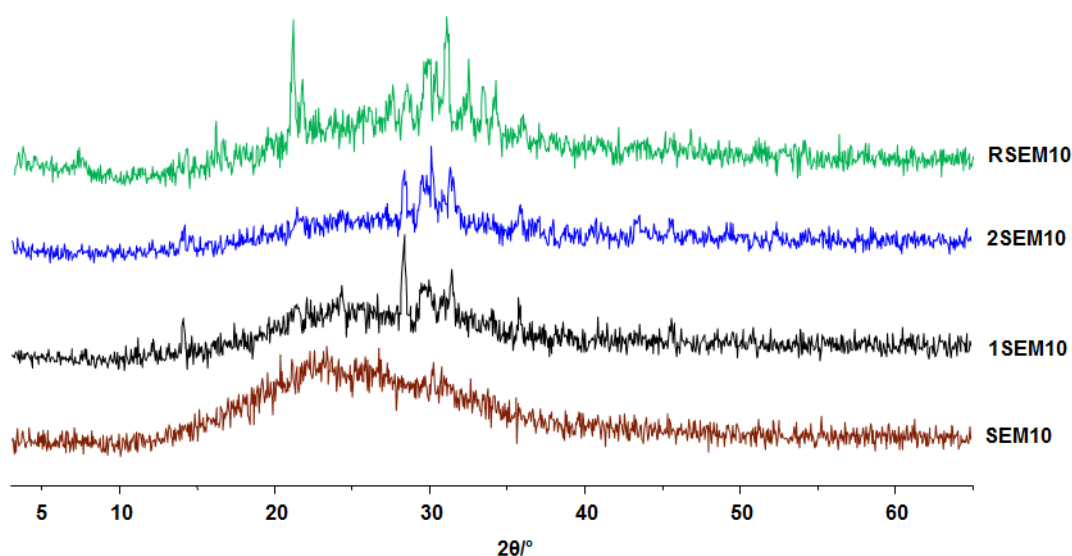
Fonte: Autor, 2013

Resultados e Discussão

O espectro do resíduo obtido a 900 °C do RSEM10 apresentou bandas de carbonatos, sulfatos, sílica, hidróxidos e/ou óxidos inorgânicos, o que confirma os dados de AE encontrados sobre os teores de C e H. Contudo, esse intermediário também apresentou as bandas características de H₂O, que podem estar associadas com a adsorção da mesma no momento da preparação da pastilha.

A Figura 53 apresenta os difratogramas de raios X da amostra de SEM10 e dos intermediários de decomposição térmica. Analogamente as amostras de CASNL10, a SEM10 (*in natura*) apresenta amorficidade, no entanto, os intermediários 1, 2 (temperaturas de 186 e 393 °C, respectivamente) e o resíduo (T = 900 °C) apresentam fases cristalinas.

Figura 53. Difratogramas de raios X da amostra SEM10 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

5.7.10. Semente da safra de 2012 (SEM12)

Analogamente à amostra de 2010, a semente de 2012 apresentou três intermediários de decomposição térmica sendo, 1SEM12 (184 °C), 2SEM12 (364 °C) e RSEM12 (900 °C).

Os resultados de AE encontram-se na Tabela 35. Verifica-se que o 1° intermediário apresenta um teor de C maior em comparação com a amostra SEM12, indicando que houve a desidratação da amostra.

Resultados e Discussão

Tabela 35. Resultados de AE da amostra SEM12 *in natura* e os respectivos intermediários de decomposição térmica

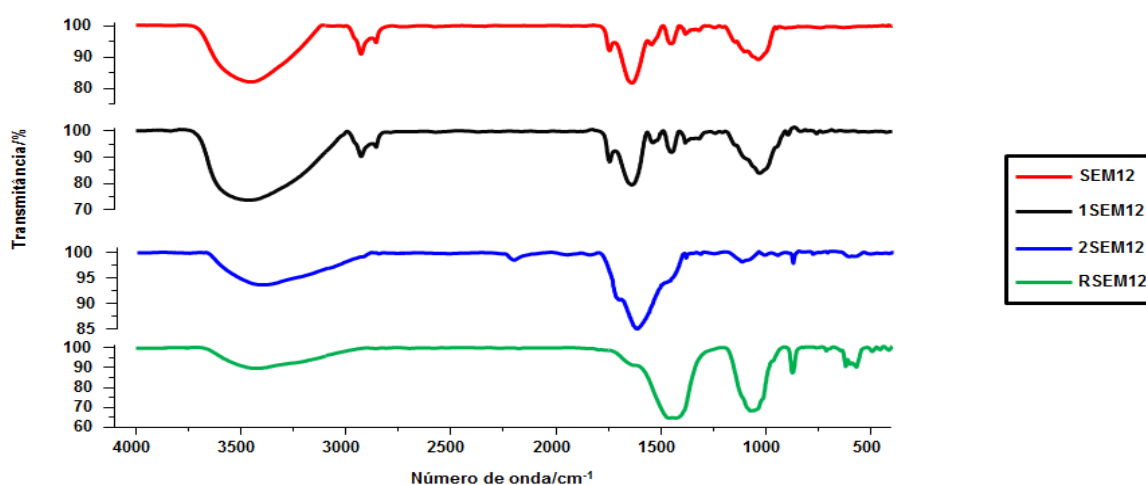
Amostra	C/%	H/%	N/%
SEM12	44,4	6,2	0,9
1SEM12	48,6	6,1	0,9
2SEM12	51,7	2,4	3,6
RSEM12	5,7	1,6	0,6

Fonte: Autor, 2013

Os teores de C e N aumentaram na amostra 2SEM12, indicando que houve a decomposição da matéria orgânica e transformação em material carbonáceo. A porcentagem de C presente na amostra RSEM12 sugere a presença de carbonatos.

Os espectros de FTIR das amostras encontram-se na Figura 54, os espectros individuais estão no Apêndice Q. As bandas características das amostras encontram-se na Tabela 36.

Figura 54. Sobreposição dos espectros de FTIR da amostra SEM12 e seus intermediários de decomposição térmica



Fonte: Autor, 2013

A amostra 1SEM12 e SEM 12 apresentam espectros similares, entretanto, o intermediário não apresenta as bandas de ν C-H sp^2 e ν C=O, indicando que além da desidratação, houve a decomposição de compostos voláteis. A água presente no intermediário deve-se a umidade atmosférica.

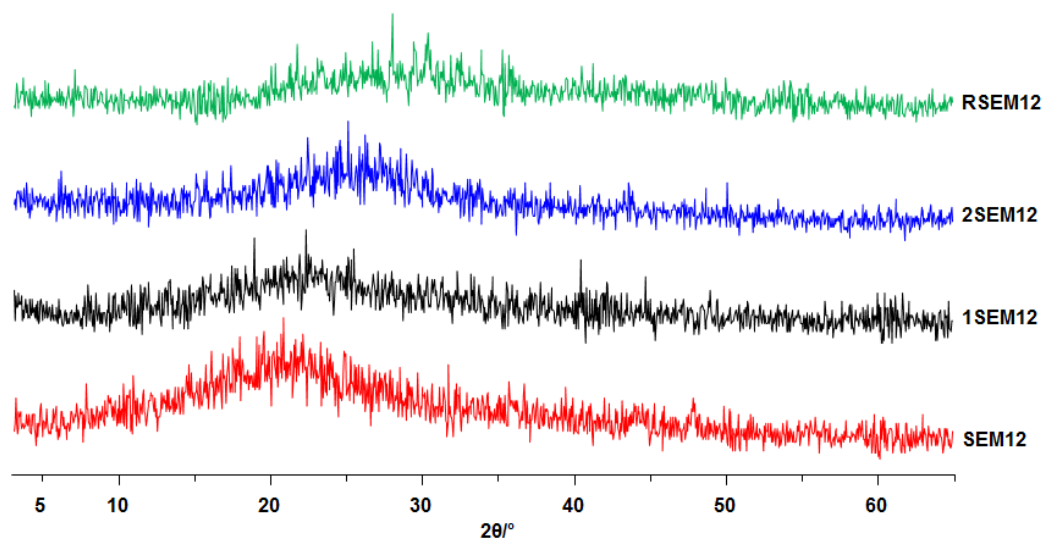
Resultados e Discussão**Tabela 36. Bandas características da amostra SEM12 e os intermediários de decomposição térmica**

SEM12		1SEM12		2SEM12		RSEM12	
Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição	Banda/ cm ⁻¹	Atribuição
3451	v OH	3463		3403		-	
-	H ₂ O	-	H ₂ O	2206	H ₂ O	-	H ₂ O
-		1637		1618		-	
3010	v C-H carbono sp ²	-	v C-H carbono sp ²	1384	v CO ₃ ²⁻	1459	v CO ₃ ²⁻
2926	v C-H de carbono sp ³	2925	v C-H de carbono sp ³	1118	v SiO ₂	1073	v SiO ₂
2855		2855		876	δ CO ₃ ²⁻	1058	δ CO ₃ ²⁻
1744	v C=O de ésteres	1745	v C=O de ésteres	-	δ SO ₄ ²⁻	619	δ SO ₄ ²⁻
1449	δ CH ₂ e CH ₃	1449	δ CH ₂ e CH ₃			1430	v SO ₄ ²⁻
1383	δ CH ₃	1384	δ CH ₃			873	δ SiO ₂
							v hidróxidos e/ou óxidos
1147	v C=O	-	v C=O			-	
1035	v C-O de álcool 1°	1031	v C-O de álcool 1°				

Fonte: Autor, 2013

Na amostra 2SEM12 verificaram-se bandas características da presença de carbonatos e sílica e as bandas da presença de água deve-se a adsorção durante a preparação das pastilhas de KBr. Diferentemente do caso acima, a amostra RSEM12 apresenta bandas características de sulfato, além dos compostos inorgânicos citados anteriormente.

Os difratogramas de DRX (Figura 55) indicam que as amostras SEM12, 1SEM12 e 2SEM12 apresentam amorficidade e RSEM12 tem caráter cristalino. O fato da amostra 2SEM12 não apresentar cristalinidade pode ser devido à presença de alguma matéria orgânica que ainda não foi decomposta, algo que não foi verificado nos espectros de FTIR.

Resultados e Discussão**Figura 55. Difratomogramas de raios X da amostra SEM10 e seus intermediários de decomposição térmica**

Fonte: Autor, 2013

Considerações

6. CONSIDERAÇÕES

6.1. Considerações sobre o fruto *in natura*

6.1.1. Safra de 2010

Os dados de AE mostraram que as amostras apresentam teores de H e N similares. A amostra de CASNL10 apresentou maior %C que está associada com a presença de resíduos de polpa e fibra que foram retirados pela lavagem. A amostra de FIB10 apresentou o menor teor de C e H condizente com as características da amostra, por exemplo, a presença de polímeros orgânicos.

Os espectros de FTIR das amostras mostram-se extremamente complexos, indicando que a matriz estudada apresenta inúmeros compostos, principalmente, orgânicos, por exemplo: carboidratos, lipídeos, óleos vegetais, celulose, além de compostos contendo a função orgânica amida.

As amostras de CASNL10 e CASL10 apresentaram bandas características de carbonatos, que podem estar associados com a dureza do material.

A presença dos compostos orgânicos e os carbonatos são confirmados pelos resultados de AE.

As curvas TG/DTG evidenciaram que a decomposição térmica de todas as amostras é completa a 900 °C.

A amostra de SEM10 apresentou maior porcentagem de umidade (15,0 %), que foi confirmado pelas curvas DSC (maior ΔH de desidratação), pelo espectro de FTIR (bandas características de H₂O) e o difratograma de raios X (amorficidade).

A amostra de FIB10 apresentou maior teor de cinzas (sais minerais). A amostra de POL10 diferiu das demais amostras por apresentar cinco eventos de decomposição térmica, enquanto que as outras apresentaram três eventos de decomposição, esta diferença pode estar associada com a presença de substâncias, na polpa, que se decompõem em temperaturas mais altas que são mensuradas pelo equipamento.

As curvas DSC indicaram que todas as amostras apresentam o 1º evento endotérmico, caracterizando a desidratação, e a decomposição térmica apresenta caráter exotérmico para as amostras CASNL10, CASL10 e endotérmico na amostra de FIB10.

Considerações

A amostra CASNL10 apresentou perfil amorfo, indicando que a matéria orgânica presente está mascarando a presença de carbonato.

Os difratogramas de raios X das amostras *in natura* indicam que as amostras CASNL10, SEM10 e POL10 apresentam amorficidade e as amostras CASL10 e FIB10 apresentam caráter cristalino. Diferentemente das técnicas de AE, FTIR, TG/DTG e DSC, os resultados de DRX das amostras CASNL10 e CASL10 foram diferentes, indicando que o processo de lavagem interfere na casca de jatobá.

6.1.2. Safra de 2012

Os dados de AE mostraram que a amostra CASNL12, assim como a CASNL10, apresentou maior teor de C indicando que há a presença de resíduos de polpa e fibra que na amostra de CASL12 foram retiradas pela lavagem.

Na safra de 2010, os espectros de FTIR das amostras mostram-se extremamente complexos, indicando que a matriz estudada apresenta inúmeros compostos, principalmente, orgânicos, por exemplo: carboidratos, lipídeos, óleos vegetais, celulose, além de compostos contendo a função orgânica amida.

Observou-se que as amostras de CASL12, CASNL12 e SEM12 perderam algumas bandas em relação a 2010, indicando que as condições climáticas afetaram os frutos.

Todas as amostras apresentam decomposição completa na temperatura de 900°C, confirmada pelas curvas TG/DTG.

Com relação a todas as amostras incluindo a safra de 2010, a FIB12 e SEM12, apresentaram maiores teores de cinza e umidade, respectivamente. Porém, as amostras de POL12 e fibra apresentaram quatro eventos de decomposição térmica, diferindo da safra de 2010.

As curvas DSC indicaram que todas as amostras apresentam o 1º evento endotérmico, característico da desidratação e a decomposição térmica têm caráter exotérmico para as amostras de CASL12 e CASNL12 e endotérmico para a amostra de FIB12.

Os difratogramas de raios X evidenciaram que todas as amostras dessa safra apresentam amorficidade, evidenciando que a matéria orgânica está mascarando a presença dos compostos inorgânicos que foram identificados nas amostras de CASL12 e CASNL12.

Considerações

Para a safra de 2012, o processo de lavagem interfere na presença e/ou na ausência de substâncias na casca, porém isso foi mostrado pelas curvas TG/DTG e DSC.

Com base nos resultados obtidos por todas as técnicas utilizadas nesse trabalho foi observada que as condições climáticas interferiram de forma efetiva no fruto de jatobá.

6.2. Considerações sobre os intermediários de decomposição térmica

6.2.1. Safra de 2010

O estudo dos intermediários de decomposição térmica foi importante para compreender e elucidar os compostos presentes no fruto.

Em CASL, os resultados de AE e FTIR para o 1º intermediário confirmam a liberação de água da amostra. O espectro do 2º intermediário não indica a presença de matéria orgânica, a qual foi verificada nos difratogramas, visto que esta amostra (CASL 393 °C) apresenta amorficidade.

Na amostra CASNL e dos intermediários de decomposição térmica, os dados de AE e FTIR, corroboram com os dados de TG/DTG da amostra *in natura*. Os resultados de DRX confirmam a presença de carbonatos nas amostras de CASNL e de seus respectivos intermediários, visto que foi verificada a presença de fases cristalinas.

Os espectros de FTIR e os dados de AE, para a fibra e os intermediários de decomposição, confirmam os dados de TG/DTG da amostra FIB. Os resultados de DRX indicam que todas as amostras apresentam caráter cristalino.

Diferentemente das amostras CASNL, CASL, FIB e SEM, a amostra de polpa apresenta cinco intermediários. Os dados de FTIR, AE e DRX corroboram com os dados de TG/DTG para esta amostra.

Para a semente, verificou-se que os dados de FTIR e AE confirmam os dados de TG/DTG. Os difratogramas de raios X das amostras 2SEM10 e RSEM10 apresentam caráter cristalino que corrobora com os dados de FTIR. A amostra 1SEM10 apresenta caráter cristalino, porém no espectro de FTIR não foram identificadas bandas de compostos inorgânicos.

Considerações

6.2.2. Safra de 2012

Na amostra de CASL12 verificou-se que para o 1º intermediário houve, além da desidratação, a decomposição da matéria orgânica e liberação dos compostos voláteis. Os difratogramas de 2CASL12 e RCASL12 apresentaram caráter cristalino comprovado pelos espectros de FTIR devido à presença de composto inorgânicos.

Para os intermediários de CASNL12 os espectros de FTIR corroboraram com os dados de TG/DTG. Mas apenas a amostra RCASNL12 apresentou cristalinidade, isso indica que a matéria orgânica está mascarando a presença dos carbonatos.

Os dados de AE para o intermediário 2FIB12 indicaram que há a decomposição da matéria orgânica e transformação da mesma em material carbonáceo e, concomitantemente, uma parte desse material foi transformado em cinzas. Com relação ao difratograma dessa amostra observou-se o início de cristalização.

Para a polpa, verificou-se que os dados de AE e FTIR corroboram com os dados de TG/DTG. No difratograma da amostra 3POL12 verificou-se o início da cristalização, comprovando a presença de compostos orgânicos e inorgânicos, como foi observado no espectro de FTIR.

Na amostra SEM12 e seus intermediários observou-se que os dados de FTIR e AE corroboram com os dados de TG/DTG. Os dados de DRX para a amostra 2SEM12 indicaram amorficidade, isso pode ser devido a presença de matéria orgânica, porém não foi verificado no espectro de FTIR.

6.3. Considerações gerais sobre o trabalho

O fruto de jatobá se mostrou uma matriz complexa para a caracterização química, físico-química e termoanalítica.

As técnicas escolhidas (AE, FTIR, TG/DTG, DSC e DRX) para este estudo preliminar mostraram-se eficientes para a caracterização do material.

O processo de lavagem interfere na composição química da casca do fruto de jatobá que foi confirmada pela técnica de DRX, para a safra de 2010, e pelas técnicas de TG/DTG e DSC, nas amostras obtidas na safra de 2012.

Considerações

As condições climáticas das safras precedentes se mostraram muito diferentes e isso afetou consideravelmente o comportamento térmico dos frutos de jatobá.

7. PERSPECTIVAS DO TRABALHO

As técnicas utilizadas até momento apresentaram resultados preliminares, com o intuito de confirmar e realizar uma caracterização mais completa dessa matriz. Com base nesses dados para a continuação e complementação dessa caracterização, esse trabalho propõe-se a:

- Identificar os voláteis de decomposição térmica utilizando o sistema de termogravimetria/termogravimetria derivada/análise térmica diferencial acoplada com cromatografia em fase gasosa e espectrometria de massas (TG/DTG/DTA – GC/MS).
- Identificar os voláteis naturais do fruto utilizando a cromatografia em fase gasosa com detector de espectrometria de massas (GC/MS).
- Identificar os metais presentes nas amostras a fim de confirmar quais os compostos inorgânicos que fazem parte desse material. E, para isso, será utilizada a técnica de Espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).
- Extração e identificação dos princípios ativos do jatobá para se estudar possíveis aplicações no âmbito medicinal e/ou tecnológico.

REFERÊNCIAS

ARAUJO, G.L.B. **Caracterização no estado sólido dos polimorfos de tibolona**. Tese (Doutorado em Fármaco e Medicamentos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas - Universidade de São Paulo, São Paulo 2009. (B)

ARAUJO, G.L.B.; MERCURI, L.P.; MATOS, J.R.; **Análise térmica aplicada a fármacos e medicamentos**. In: STORPIRTIS, S.; GONÇALVES, J.E.; CHIANN, C.; GAI, M.N.; *Biofarmacotécnica*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2009. p.32-65. (A)

BATSCHAUER, A.L. **Projeto de Reatores Eletrônicos Para Lâmpadas de Vapor de Sódio de Alta Pressão de 250W e 400W**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica). Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 2002.

BROWN, M.E.; **Introduction to thermal analysis: techniques and applications**. New York: Kluwer Academic Publishers, Vol.2, 2004.

CARVALHO FILHO, J. L. S.; ARRIGONI-BLANK, M. F.; BLANK, A. F.; RANGEL, M. S. A. Produção de mudas de jatobá (*Hymenaea courbaril* L.) em diferentes ambientes, recipientes e composições de substratos. **CERNE**, v.9, p. 109-118, 2003.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. 2. Ed. Addison-Wesley Publishing Company, 1978.

DE MELO, M. G. G.; MENDES, A. M. S. Jatobá *Hymenaea courbaril* L.. **Informativo Técnico Rede de Sementes da Amazônia**, n. 9, 2005.

DE MELO, M. G. G.; MENDONÇA, M. S.; MENDES, A. M. S. Análise morfológica de sementes, germinação e plântulas de jatobá (*Hymenaea intermedia* Ducke var. *adenotricha* (Ducke) Lee & Lang.) (*Leguminosae-caesalpinioideae*). **ACTA Amazônica**, v. 34 p. 9-14, 2004.

Referências

DOMÉNECH-CARBÓ, M. T.; CRUZ-CAÑIZARES, J.; OSETE-CORTINA, L.; DOMÉNECH-CARBÓ, A.; DAVID, H. Ageing behaviour and analytical characterization of the *Jatobá* resin collected from *Hymenaea stigonocarpa* Mart. **International Journal of Mass Spectrometry**, v. 284, p.81-92, 2009.

DOS SANTOS, L. M., **Dinâmica da matéria orgânica e destino de metais pesados em dois solos submetidos à adição de lodo de esgoto**. Dissertação (mestrado em Química Analítica) – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

FREITAS, R. A.; MARTIN, S.; PAULA, R. C.; FEITOSA, J. P. A.; SIERAKOWSKI, M. R. Effect of the oxidation level on the thermogravimetric kinetics of na oxidized galactoxyloglucan from *Hymenaea courbaril* (Jatobá) seeds. **Thermochimica Acta**, v. 409, p. 41-47, 2004.

GIL, E.S.; MATOS, J.R.; **Métodos termooanalíticos**. In: GIL, E.S.; *Controle físico-químico de qualidade de medicamentos*. São Paulo: Pharmabooks, 3ª ed., 2010. p.399-403.

GOMES, A. C. R. **Síntese, caracterização e estudo termooanalítico de etanossulfonatos de terras raras**. Dissertação (Mestrado em Química Analítica) – Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA. **Rede de dados das estações**. Disponível em: <<http://www.inmet.gov.br/portal/index.php?r=bdmep/bdmep>> Acesso em: 04 dez. 2012.

LORENZI, H. **Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. Nova Odessa: Editora Plantarum, 1992. 352p.

LUCYSZYN, N.; LUBAMBO, A. F.; MATOS, K. F.; MARVILLA, I.; SOUZA, C. F.; SIERAKOWSKI, M. R. Specific modification of xyloglucan from *Hymenaea courbaril* seeds. **Materials Science and Engineering C.**, v. 29, p. 552-558, 2009.

Referências

MACHENZIE, R. Nomenclature for Thermal Analysis IV (Recommendations 1985), **Pure Appl. Chem.** v. 57, p. 1738, 1985.

MATOS, J. R.; MACHADO, L. D. B. Análise Térmica – Termogravimetria. In: CANEVAROLO JÚNIOR., S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. São Paulo: Artliber, p. 209-228, 2004.

MATUDA, T. G.; MARIA NETTO, F. Caracterização química parcial de sementes de jatobá-do-cerrado (*Hymenaea stigonocarpa* Mart.). **Ciência Tecnológica de Alimentos**, v. 25, p. 353-357, 2005.

MIYAKE, M.; IDE, K.; SASAKI, K.; MATSUKURA, Y.; SSHIJIMA, K.; FUJIWARA, D. Oral administration of Highly Oligomeric Procyanidins of Jatoba reduces the severity of Collagen-Induced Arthritis. **Bioscience, Biotechnology and Biochemistry**, v. 72, p. 1781-1788, 2008.

MIYANO, M.H., et al. Resultados de Análise Elementar Associados à Termogravimetria. **An. Assoc. Bras. de Quím.**, v.45, n.4, p.185-190, 1996.

MOTHÉ, C.G.; AZEVEDO, A.D.; **Análise térmica de materiais**. São Paulo: Artliber, 1ª ed., 2009.

NÚCLEO DE ESTUDOS E PESQUISAS EM ALIMENTAÇÃO. **Tabela brasileira de composição de alimentos**. Campinas: NEPA/UNICAMP, 2004. 42p.

ORSI, P. R.; BONAMIN, F.; SEVERI, J. A.; SANTOS, R. C.; VILEGAS, W.; HIRUMA-LIMA, C. A.; DI STASI, L. C. *Hymenaea stigonocarpa* Mart. ex Hayne: A Brazilian medicinal plant with gastric and duodenal anti-ulcer and antidiarrheal effects in experimental rodent models. **Journal of Ethnopharmacology**, n. 143, p. 81-90, 2012.

ORWA C.; MUTUA A.; KINDT R.; JAMNADASS R.; SIMONS A. Agroforestry Database: a tree reference and selection guide, version 4.0, 2009. Disponível em: <<http://www.worldagroforestry.org/af/treedb/>>. Acesso em: 24 abr. 2013.

Referências

PAIVA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., VYVYAN, J. R. **Introdução à espectroscopia**, tradução Pedro Barros, 4. Ed. São Paulo: Cengage Learning, 2010.

RABELO NETO, J. S. **Hidroxiapatita sintética nanoestruturada e esmalte dental aquecidos e irradiados por laser de Er,Cr:YSGG. Caracterização por FTIR e por DRX**. Dissertação (Mestrado em Ciências) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

SALVADOR, J. L. G. **Considerações sobre as matas ciliares e a implantação de reflorestamentos mistos nas margens de rios e reservatórios**. 2.ed. ver. At. CESP: São Paulo. 1989. 15p. (Série divulgação e informação, 105).

SALVIO NETO, H.. **Estudo de compatibilidade fármaco/excipiente e de estabilidade do prednicarbato por meio de técnicas termoanalíticas e encapsulação do fármaco em sílica mesoporosa do tipo SBA-15**. Tese (Doutorado em Fármaco e Medicamentos), Faculdade de Ciências Farmacêuticas – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

SASAKI, K.; MATSUKURA, Y.; SHIJIMA, K.; MIYAKE, M.; FUJIWARA, D.; KONISHI, Y. High-Performance Liquid Chromatographic Purification of oligomeric procyanidins trimers up to nonamers, derived from bark of jatobá (*Hymenaea courbaril*). **Bioscience, Biotechnology and Biochemistry**, v. 73, 1274-1279, 2009.

SHRIVER, D.F.; ATKINS, P.; **Química inorgânica**. Porto Alegre: Bookman, 4^a ed., 2008.

SILVA, M. R.; SILVA, M. S.; MARTINS, K. A.; BORGES, S. Utilização tecnológica dos frutos de jatobá-do-cerrado e de jatobá-da-mata na elaboração de biscoitos fontes de fibra alimentar e isentos de açúcares. **Ciência Tecnológica de Alimentos**, v. 21 p.176-182, 2001.

SKOOG, D. A., HOLLER, F. J., CROUCH, S. R. **Princípios de análise instrumental**. 6. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2009.

Referências

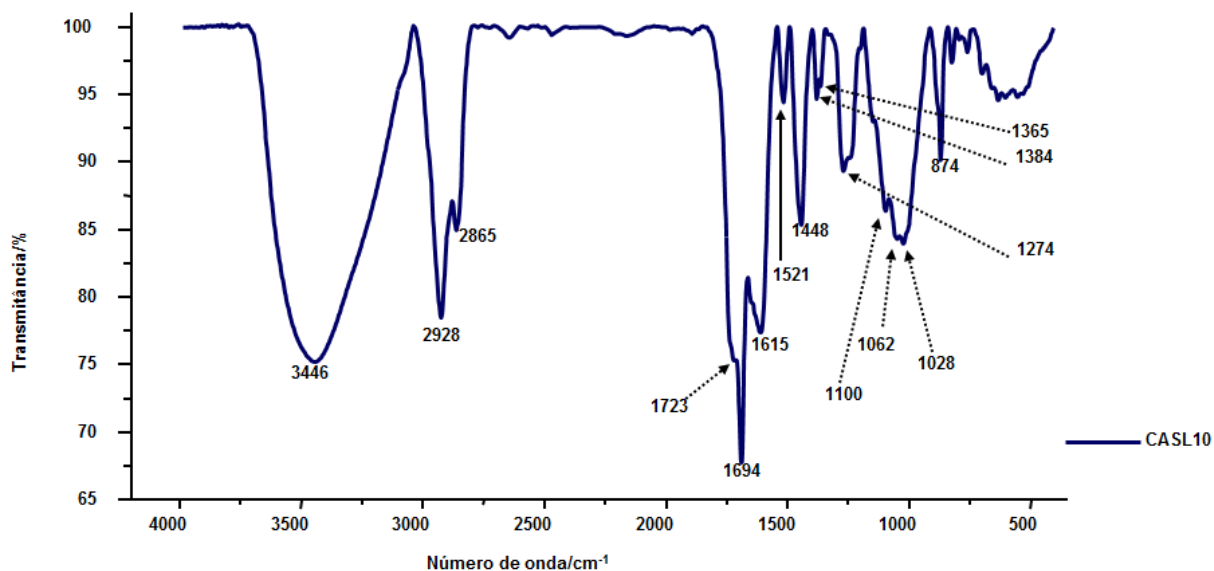
SOUZA, L. C. D.; SÁ, M. E.; MORAES, S. M. B.; CARVALHO, M. A. C.; SILVA, M. P.; ABRANTES, F. L. Composição química e nutrientes em sementes das espécies florestais pente de macaco, flor de paca, itaúba, jatobá e murici manso. **Bioscience Journal**, v. 28, n. 3, p. 478-483, 2012.

VAN VLACK, L. H. **Princípios de ciência dos materiais**. 13. Ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2000.

WENDLANDT, W.W.; **Thermal analysis**. In: *Chemical Analysis*. New York: John Wiley & Sons, 3ª ed., Vol.19, 1985.

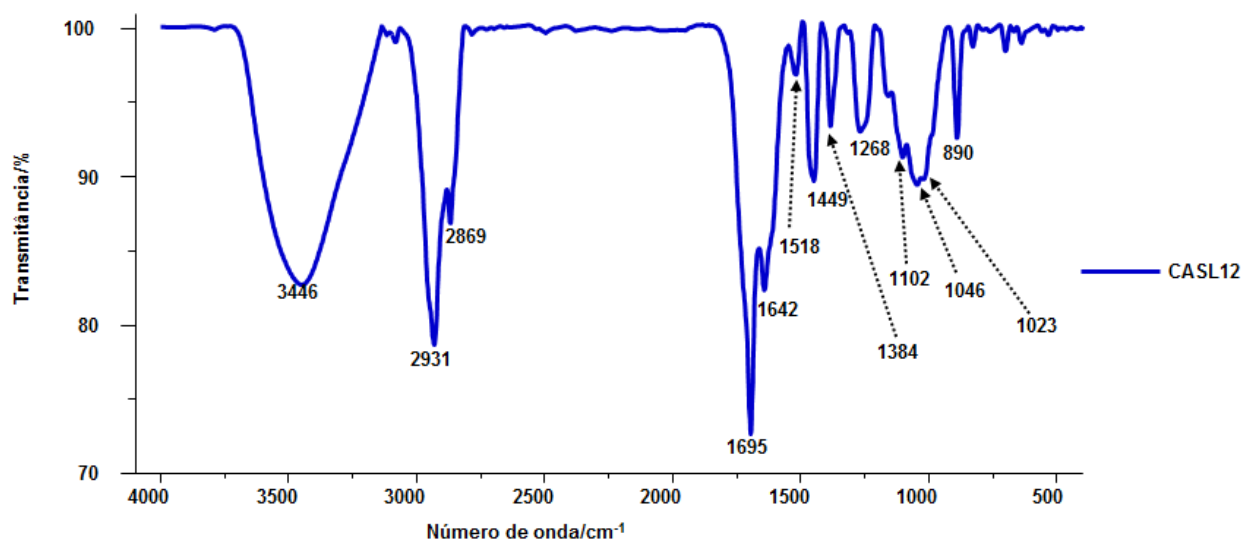
APÊNDICE A – Espectros de FTIR da amostra de CASL das safras de 2010 e 2012

Figura 1. Espectro de FTIR de CASL da safra de 2010

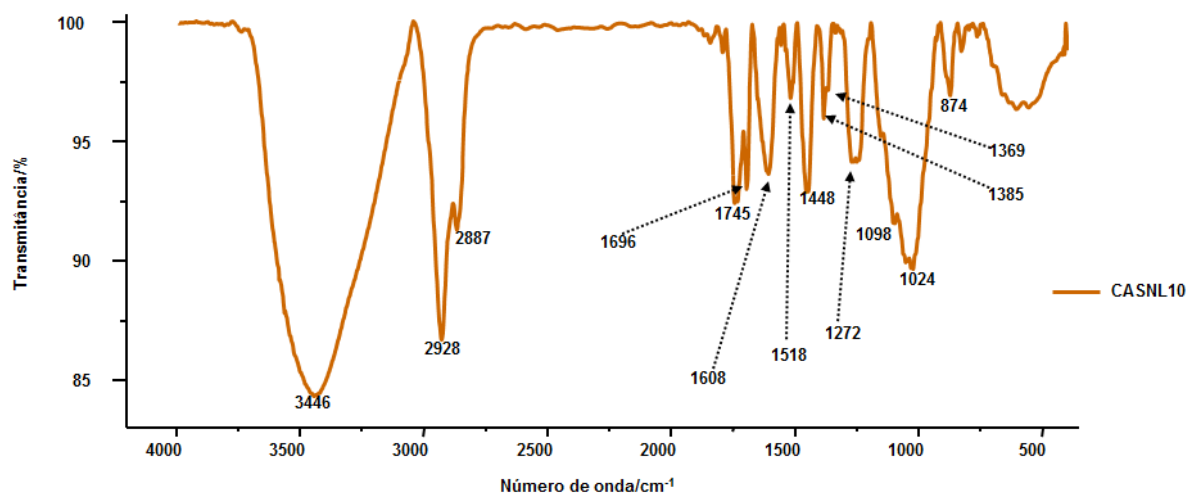


Fonte: Autor, 2013

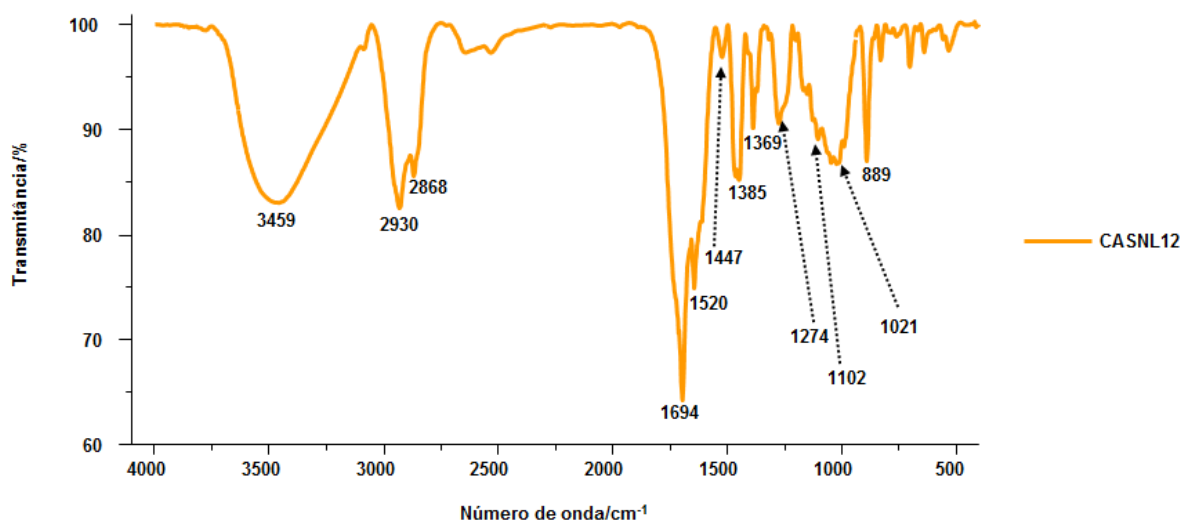
Figura 2. Espectro de FTIR de CASL da safra de 2012



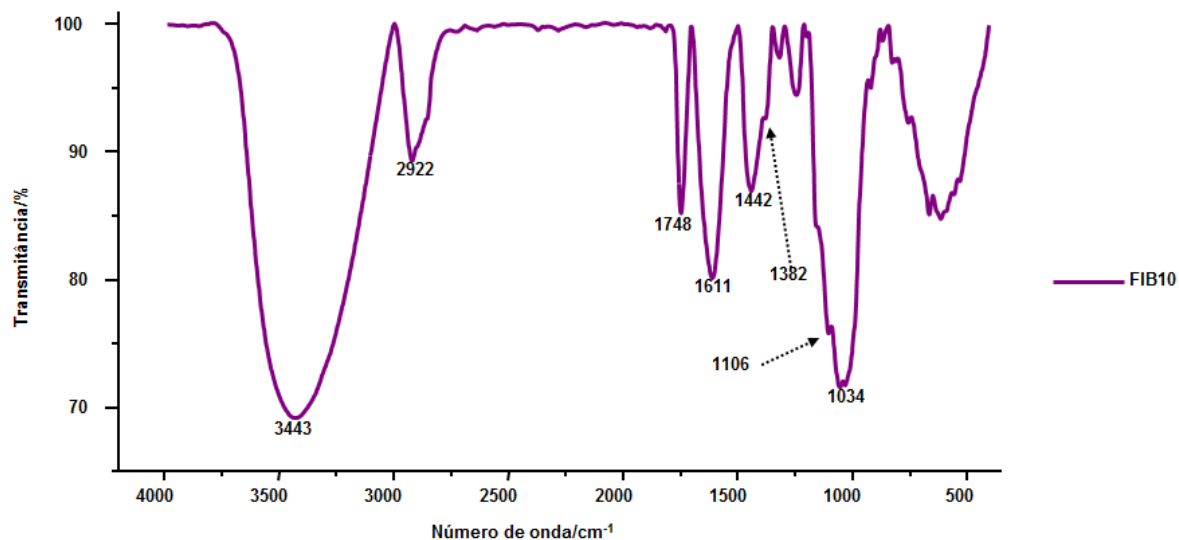
Fonte: Autor, 2013

Apêndices**APÊNDICE B – Espectros de FTIR da amostra de CASNL das safras de 2010 e 2012****Figura 1. Espectro de FTIR de CASNL da safra de 2010**

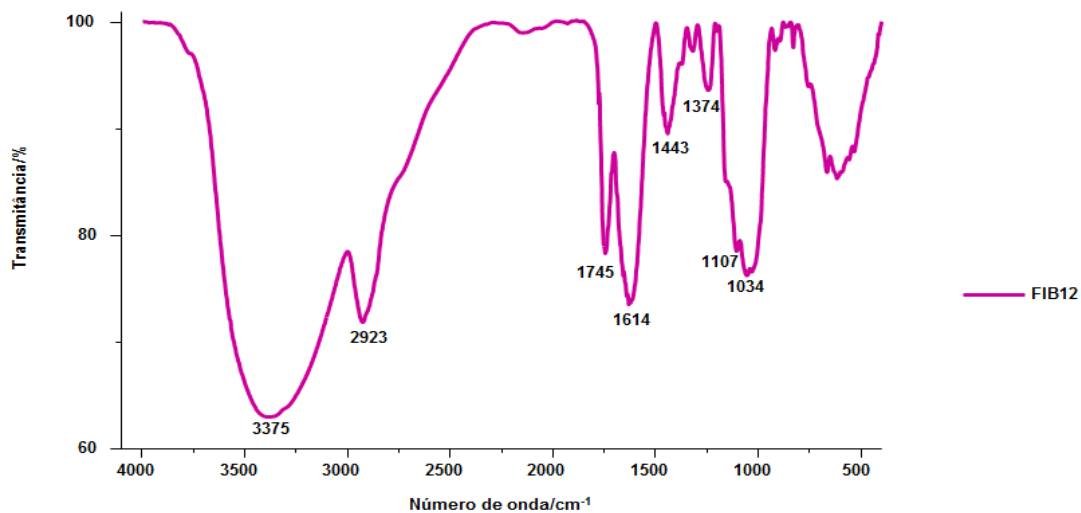
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR de CASNL da safra de 2012

Fonte: Autor, 2013

APÊNDICE C – Espectros de FTIR da amostra de FIB das safras de 2010 e 2012**Figura 1. Espectro de FTIR de FIB da safra de 2010**

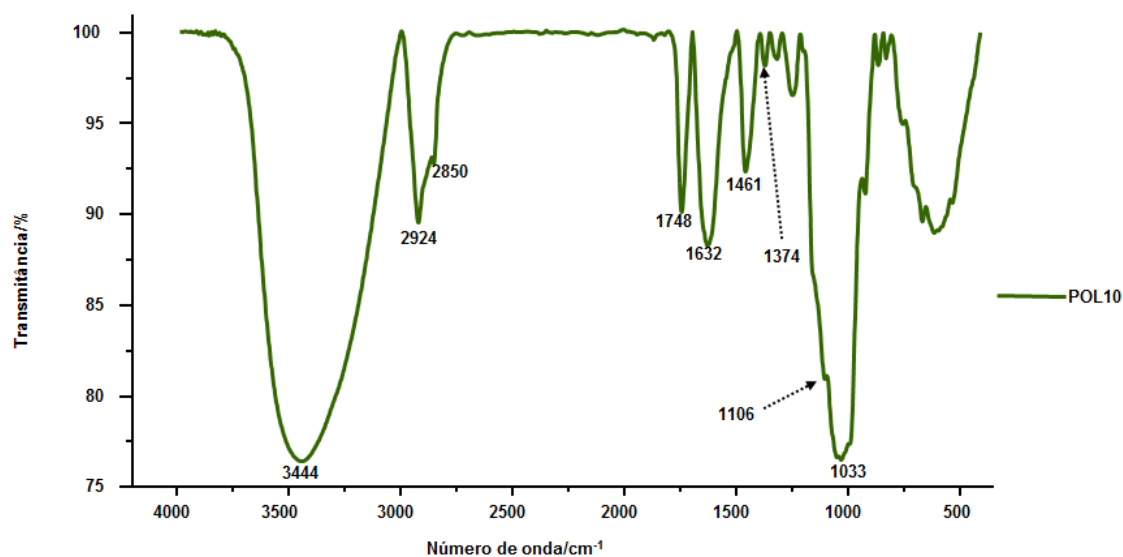
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR de FIB da safra de 2012

Fonte: Autor, 2013

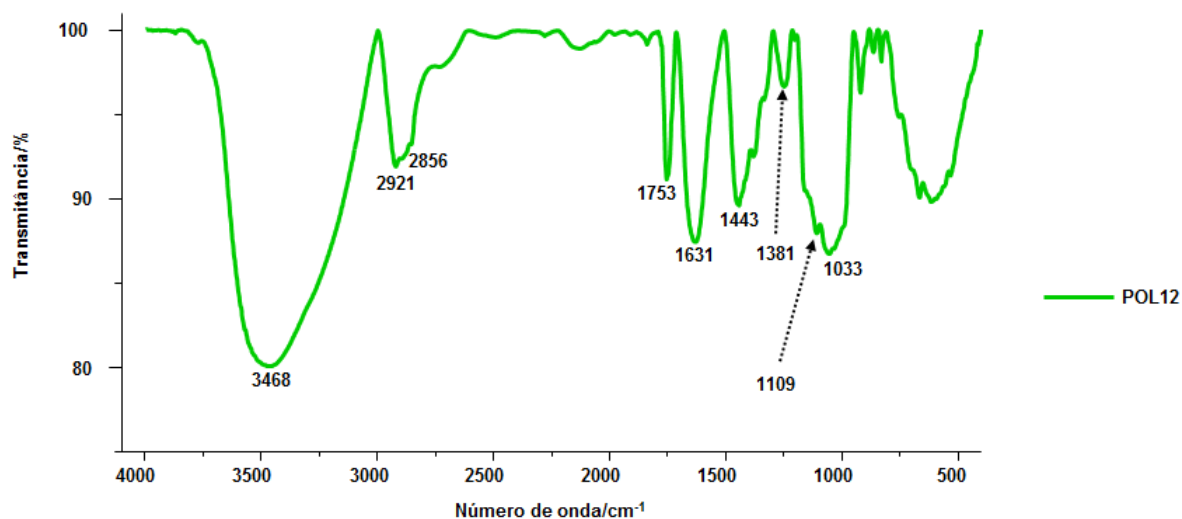
APÊNDICE D – Espectros de FTIR da amostra de POL das safras de 2010 e 2012

Figura 1. Espectro de FTIR de POL da safra de 2010



Fonte: Autor, 2013

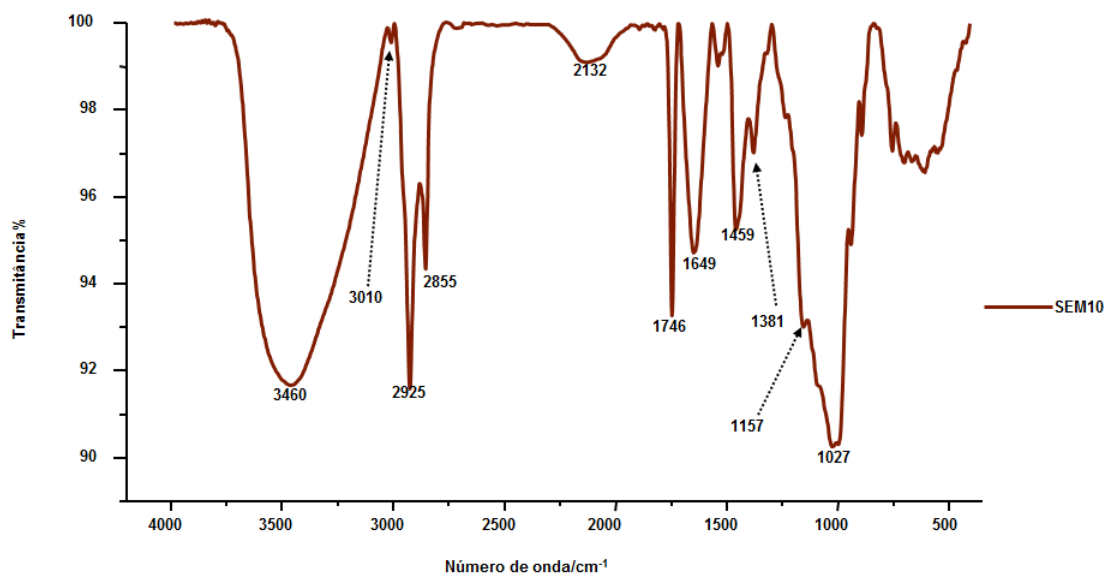
Figura 2. Espectro de FTIR de POL da safra de 2012



Fonte: Autor, 2013

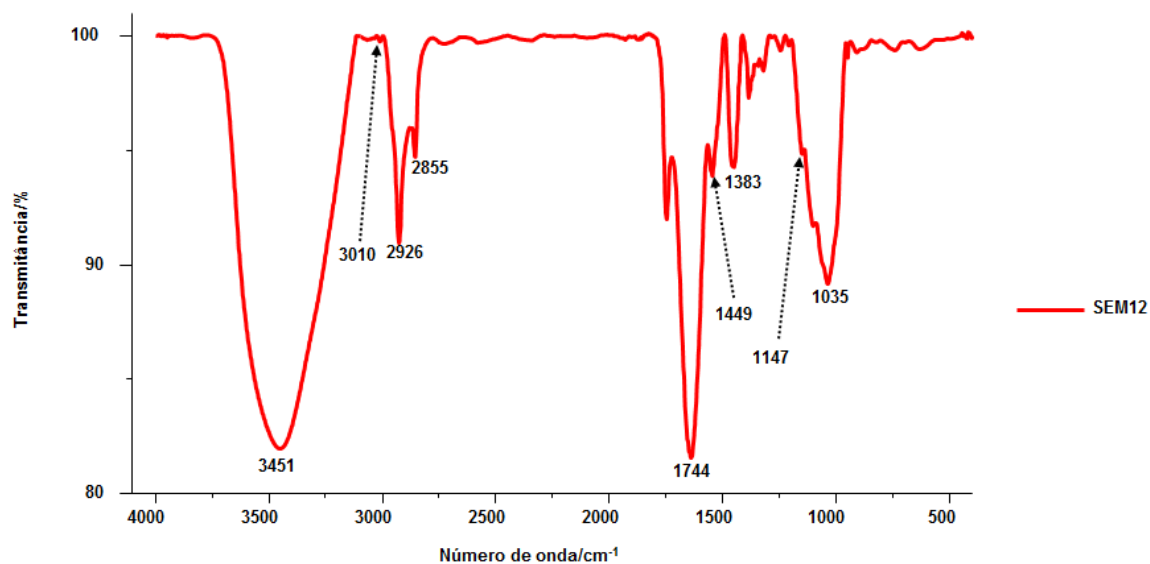
APÊNDICE E – Espectros de FTIR da amostra de SEM das safras de 2010 e 2012

Figura 1. Espectro de FTIR de SEM da safra de 2010



Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR de SEM da safra de 2012

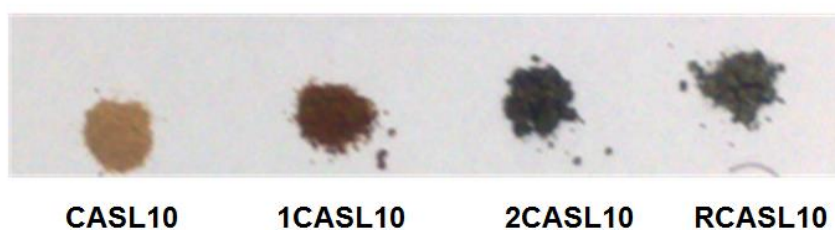


Fonte: Autor, 2013

Apêndices**APÊNDICE F – Fotos dos intermediários de decomposição térmica das amostras de fruto de jatobá da safra de 2010**

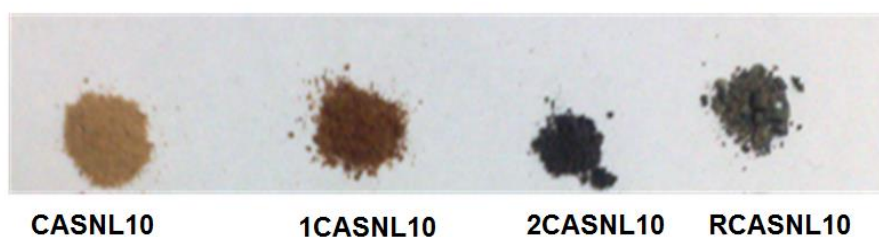
Este apêndice apresenta as fotos dos intermediários de decomposição térmica das amostras de cascas não lavadas (CASNL10), cascas lavadas (CASL10), fibra (FIB10), polpa (POL10) e sementes (SEM10) de frutos de jatobá (*Hymenaea courbarill* L.) da safra de 2010.

Figura 1. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca lavada da safra de 2010 (CASL10)



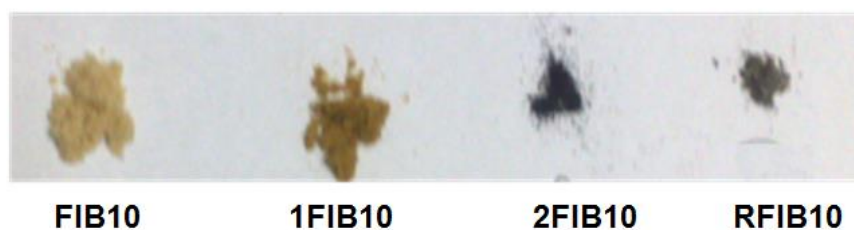
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca não lavada da safra de 2010 (CASNL10)



Fonte: Autor, 2013

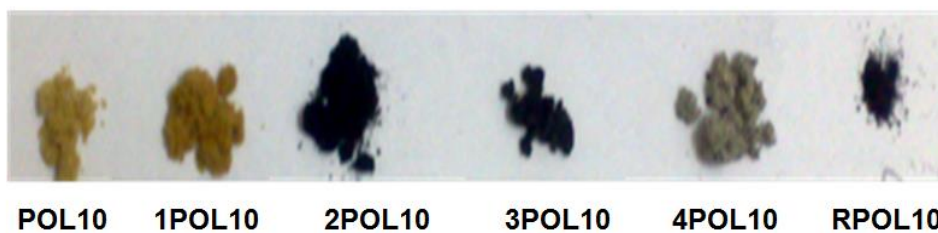
Figura 3. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de fibra da safra de 2010 (FIB10)



Fonte: Autor, 2013

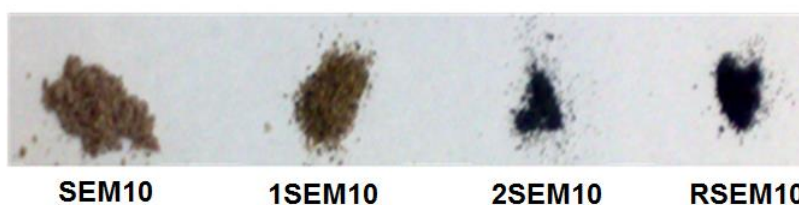
Apêndices

Figura 4. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de polpa da safra de 2010 (POL10)



Fonte: Autor, 2013

Figura 5. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de semente da safra de 2010 (SEM10)



Fonte: Autor, 2013

Apêndices**APÊNDICE G – Fotos dos intermediários de decomposição térmica das amostras de fruto de jatobá da safra de 2012**

Este apêndice apresenta as fotos dos intermediários de decomposição térmica das amostras de cascas não lavadas (CASNL12), cascas lavadas (CASL12), fibra (FIB12), polpa (POL12) e sementes (SEM12) de frutos de jatobá (*Hymenaea courbarill* L.) da safra de 2012.

Figura 1. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca lavada da safra de 2012 (CASL12)



Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de casca não lavada da safra de 2012 (CASNL12)



Fonte: Autor, 2013

Figura 3. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de fibra da safra de 2012 (FIB12)



Fonte: Autor, 2013

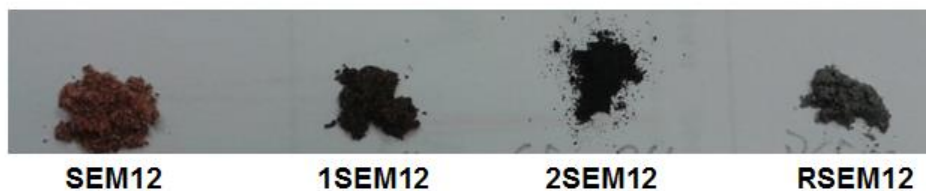
Apêndices

Figura 4. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de polpa da safra de 2012 (POL12)



Fonte: Autor, 2013

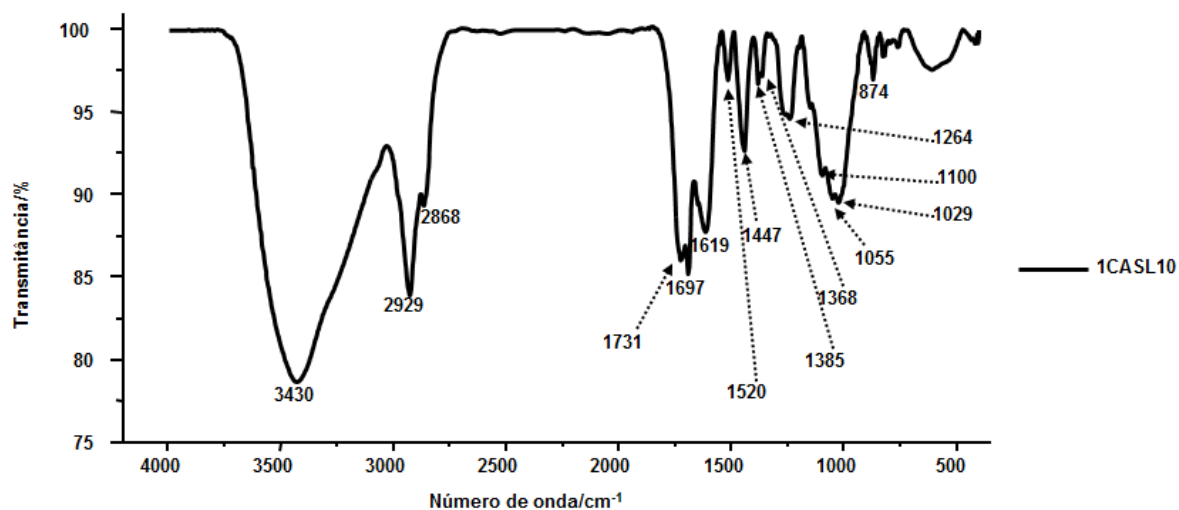
Figura 5. Fotos dos intermediários de decomposição térmica da amostra de semente da safra de 2012 (SEM12)



Fonte: Autor, 2013

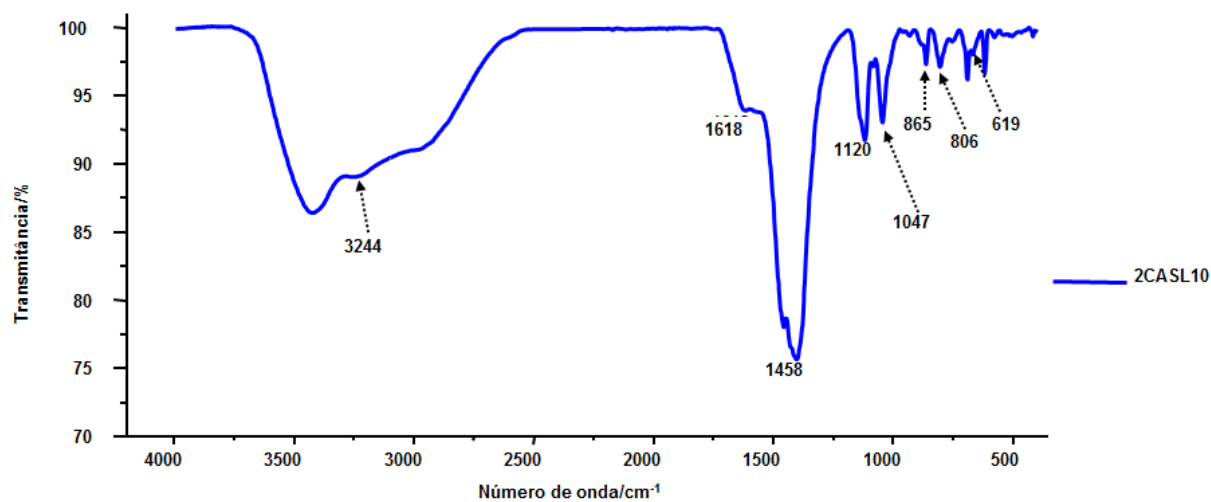
APÊNDICE H – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASL10

Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASL10



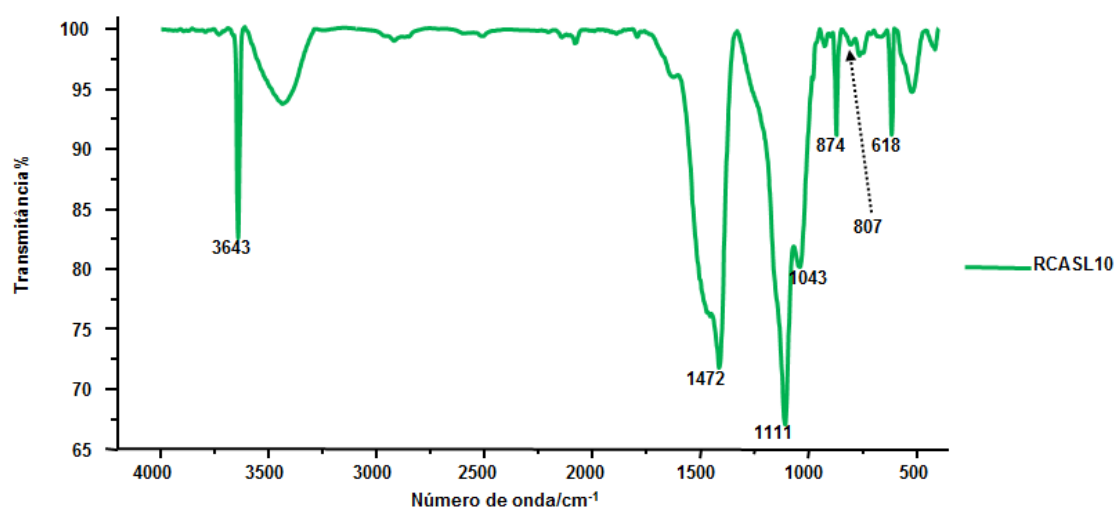
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASL10

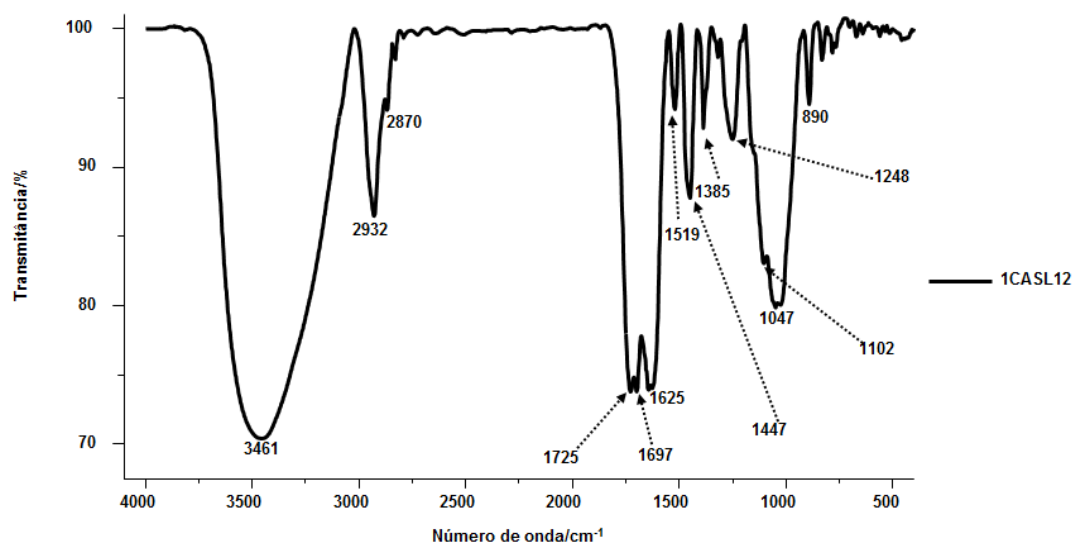


Fonte: Autor, 2013

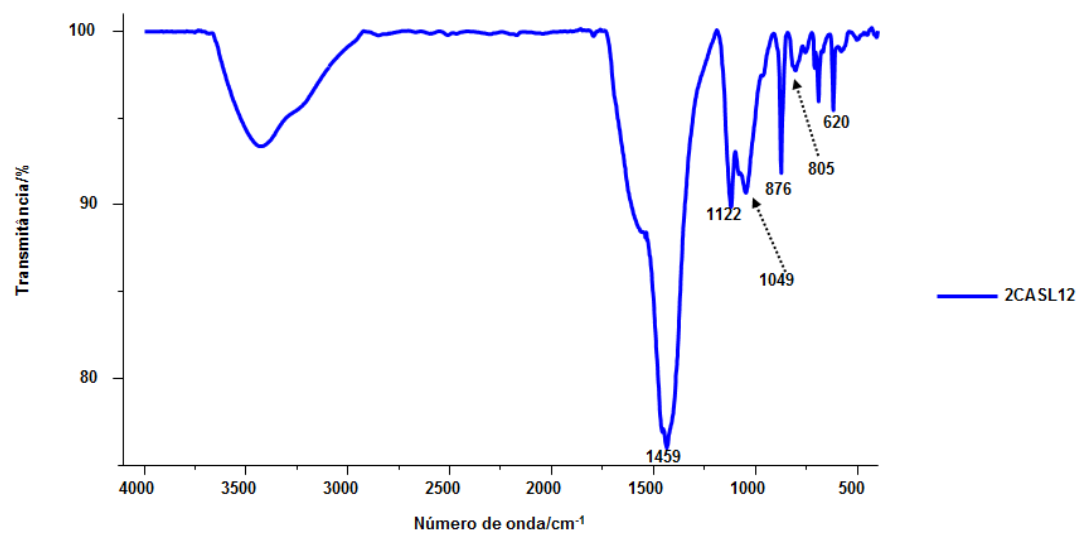
Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASL10



Fonte: Autor, 2013

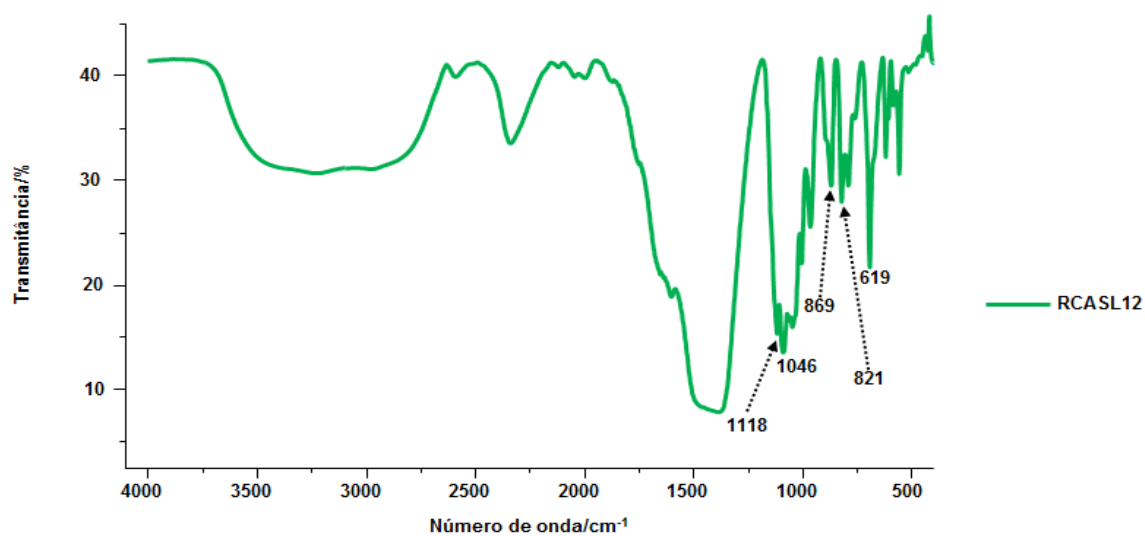
APÊNDICE I – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASL12**Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASL12**

Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASL12

Fonte: Autor, 2013

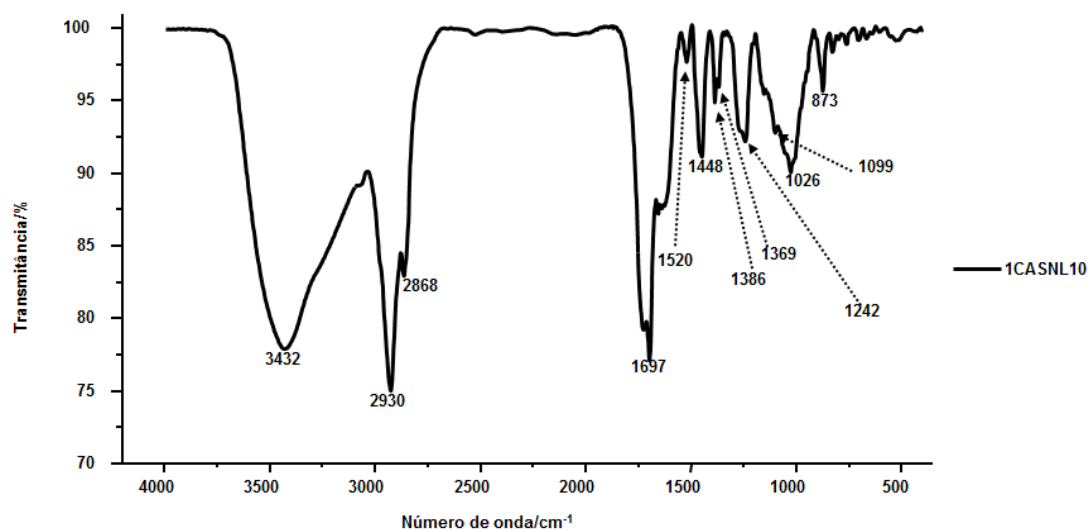
Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASL12



Fonte: Autor, 2013

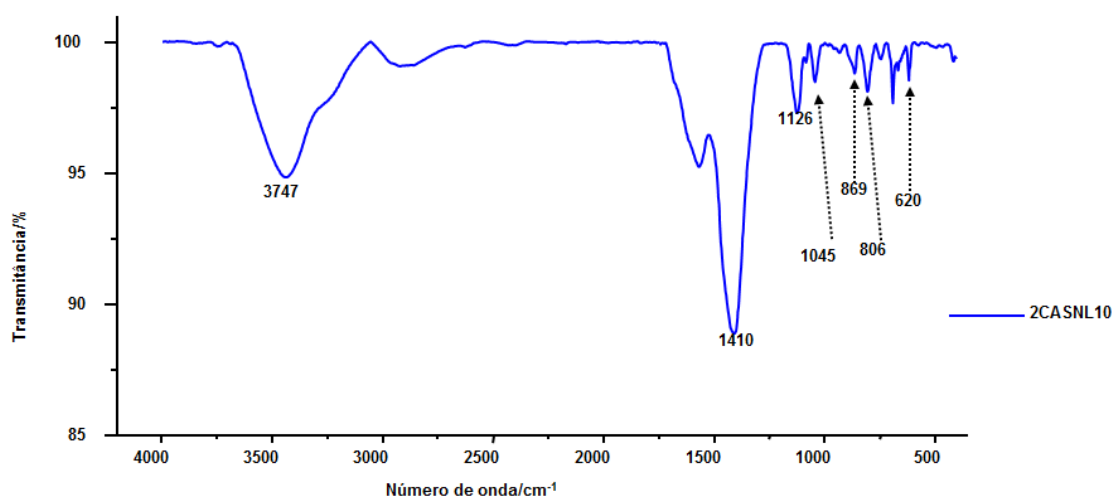
APÊNDICE J – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASNL10

Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASNL10



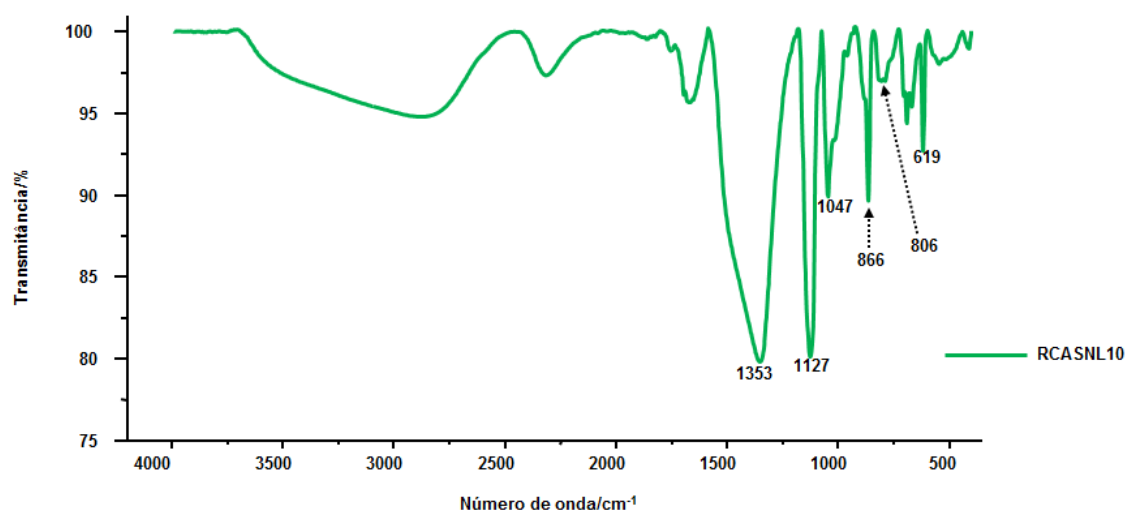
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASNL10

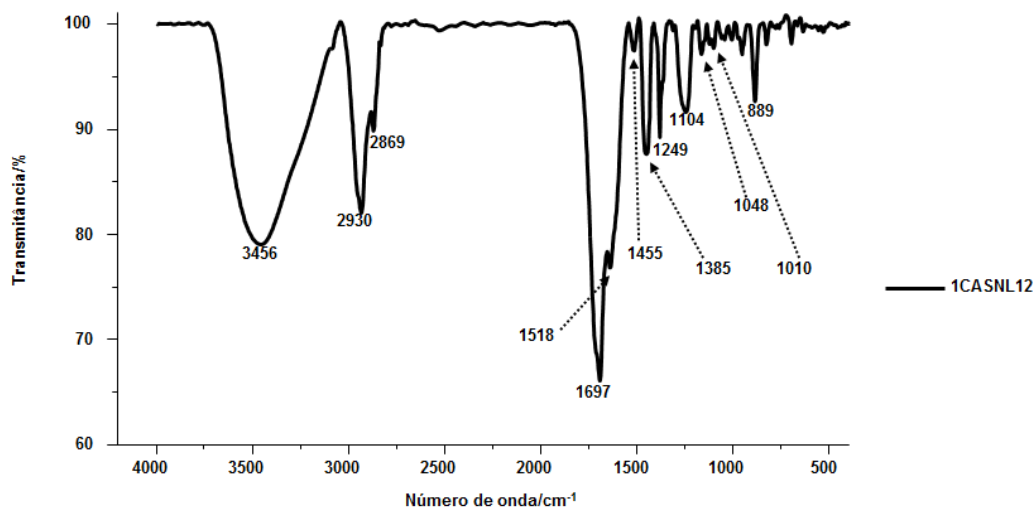


Fonte: Autor, 2013

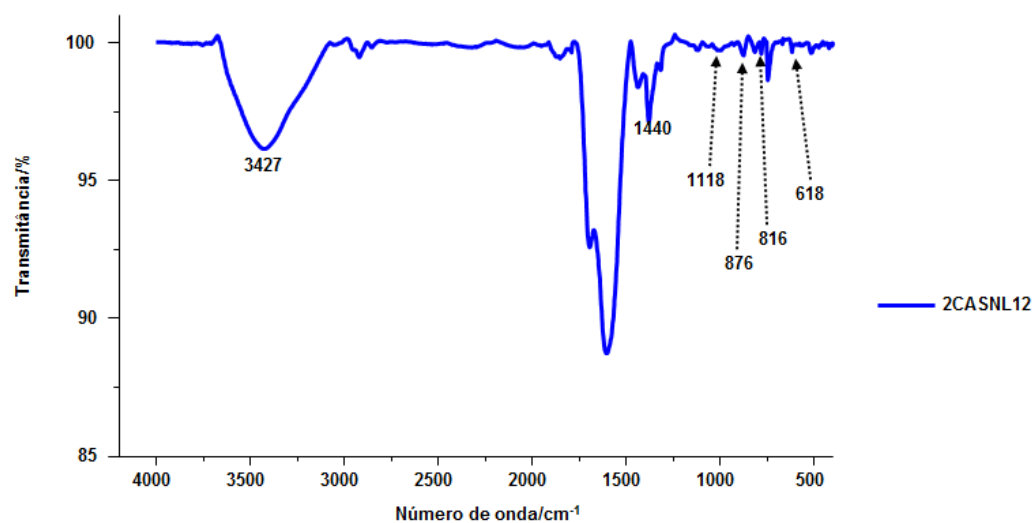
Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASNL10



Fonte: Autor, 2013

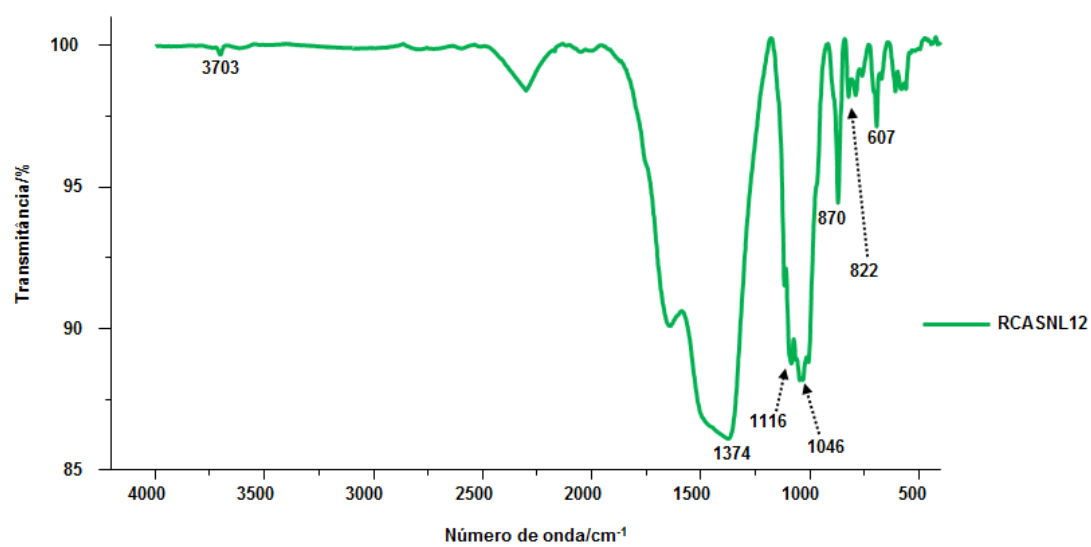
APÊNDICE K – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de CASNL12**Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1CASNL12**

Fonte: Autor, 2013

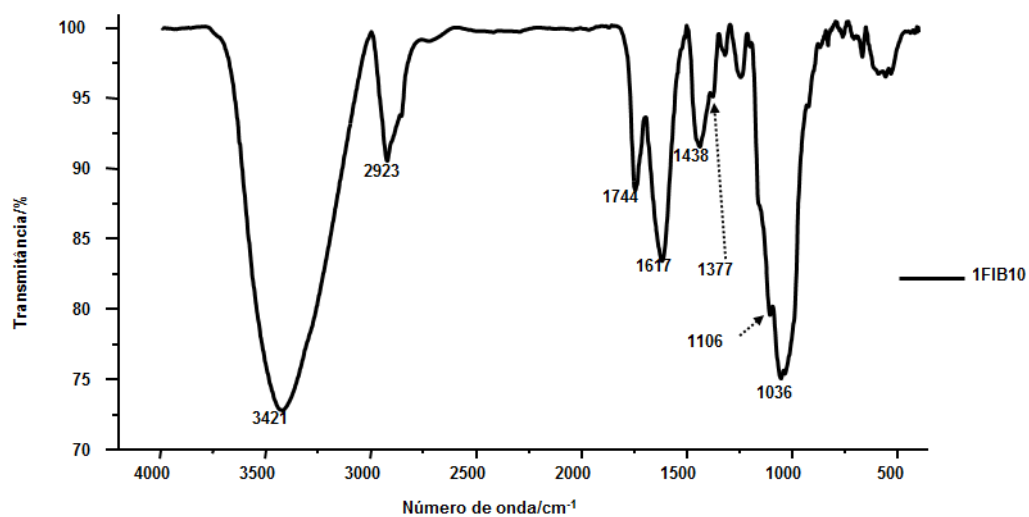
Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2CASNL12

Fonte: Autor, 2013

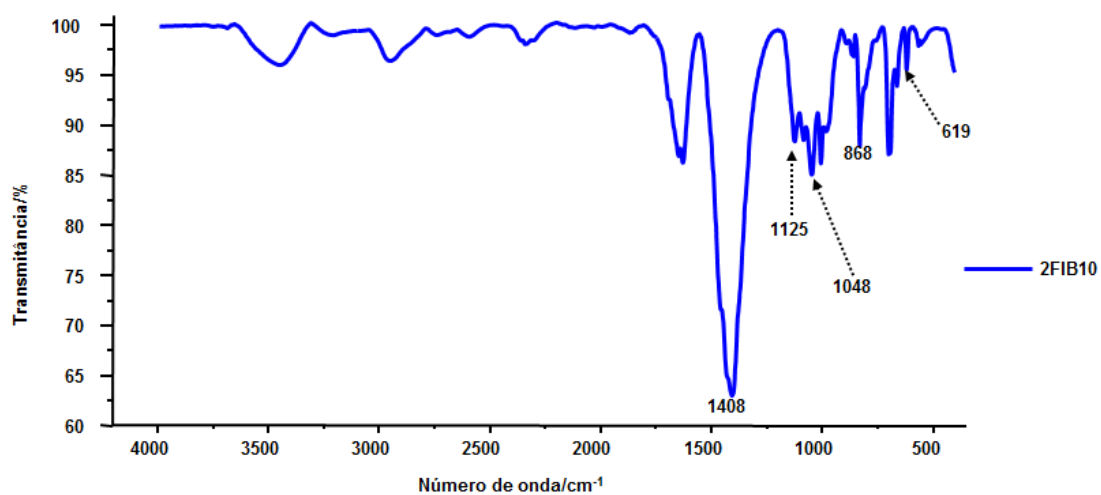
Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RCASNL12



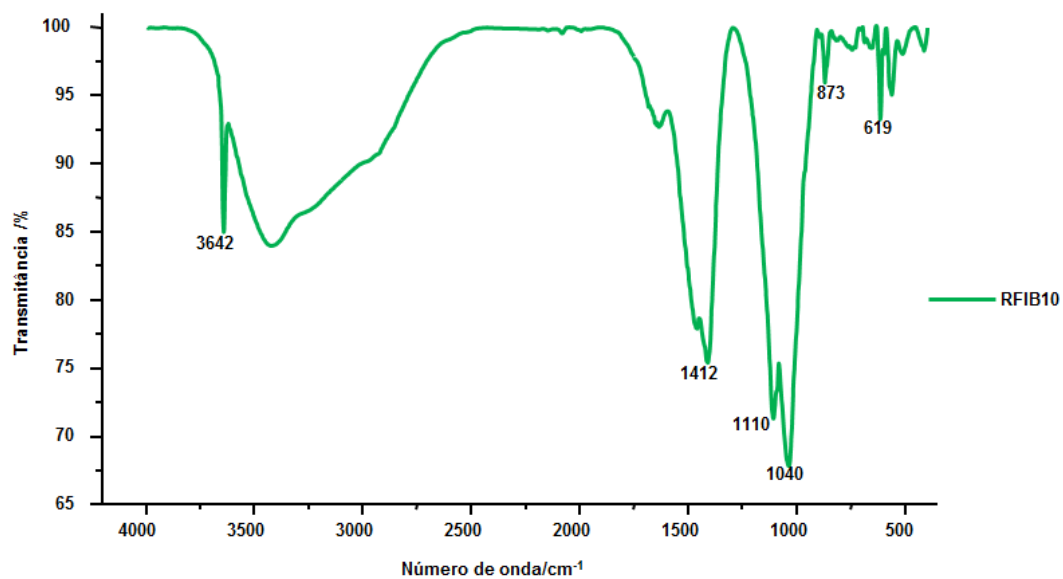
Fonte: Autor, 2013

APÊNDICE L – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de FIB10**Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1FIB10**

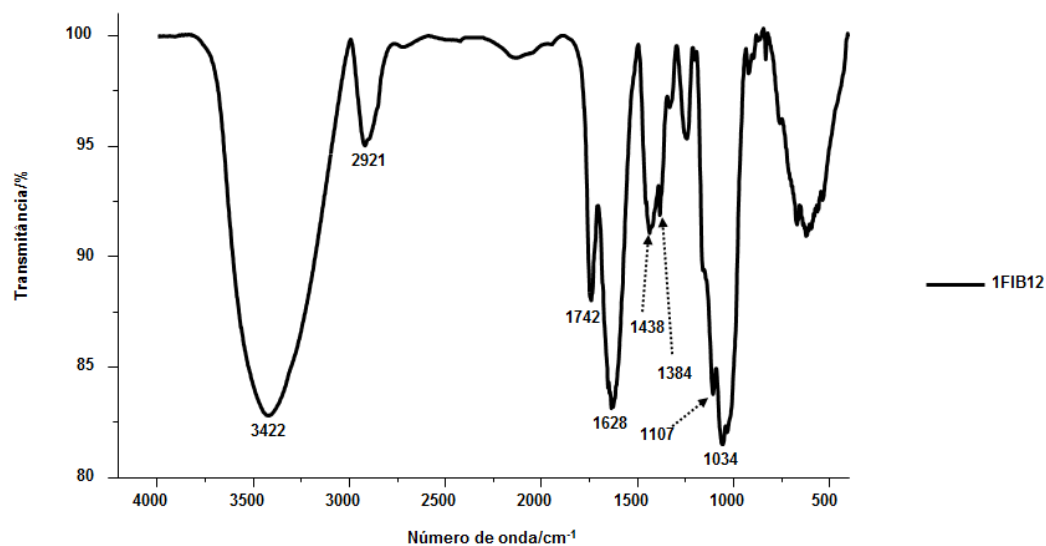
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2FIB10

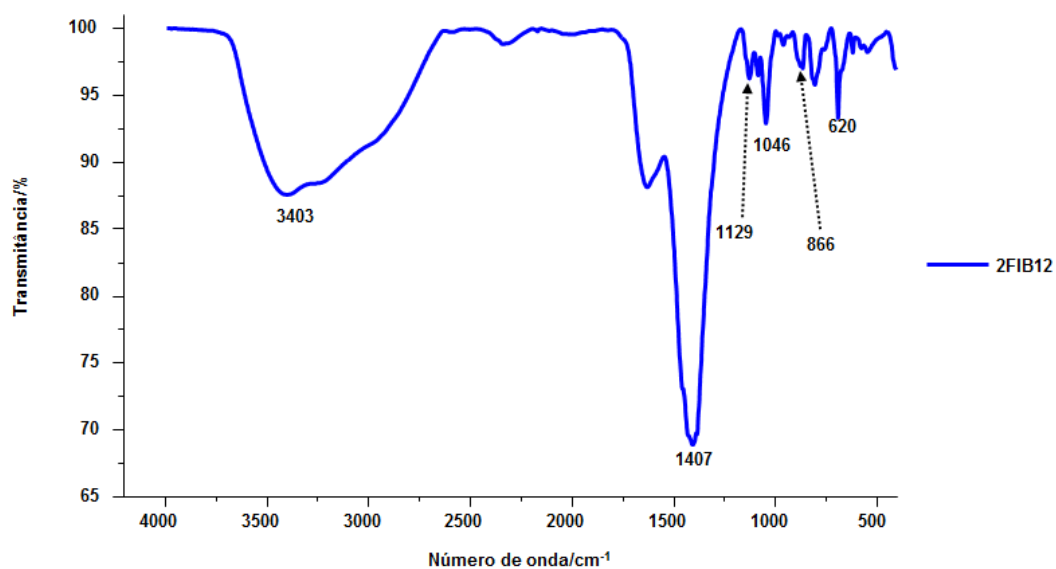
Fonte: Autor, 2013

Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RFIB10

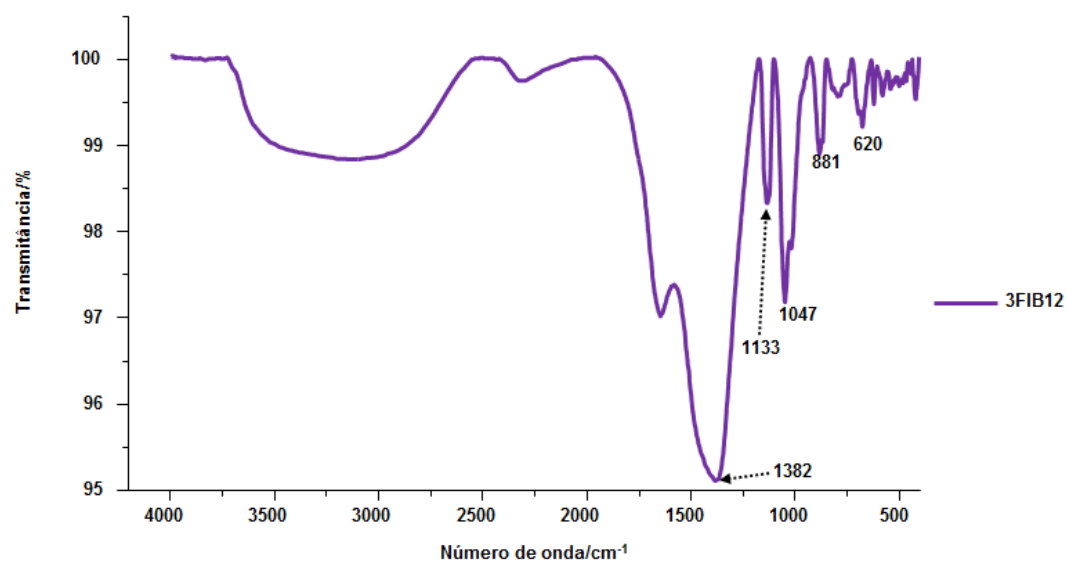
Fonte: Autor, 2013

APÊNDICE M – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de FIB12**Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1FIB12**

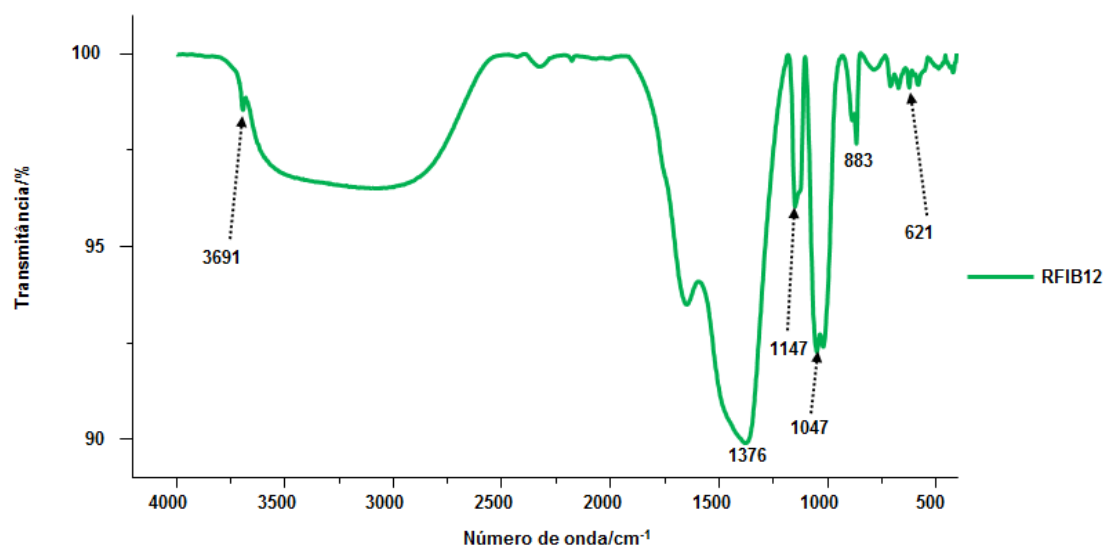
Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2FIB12

Fonte: Autor, 2013

Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário 3FIB12

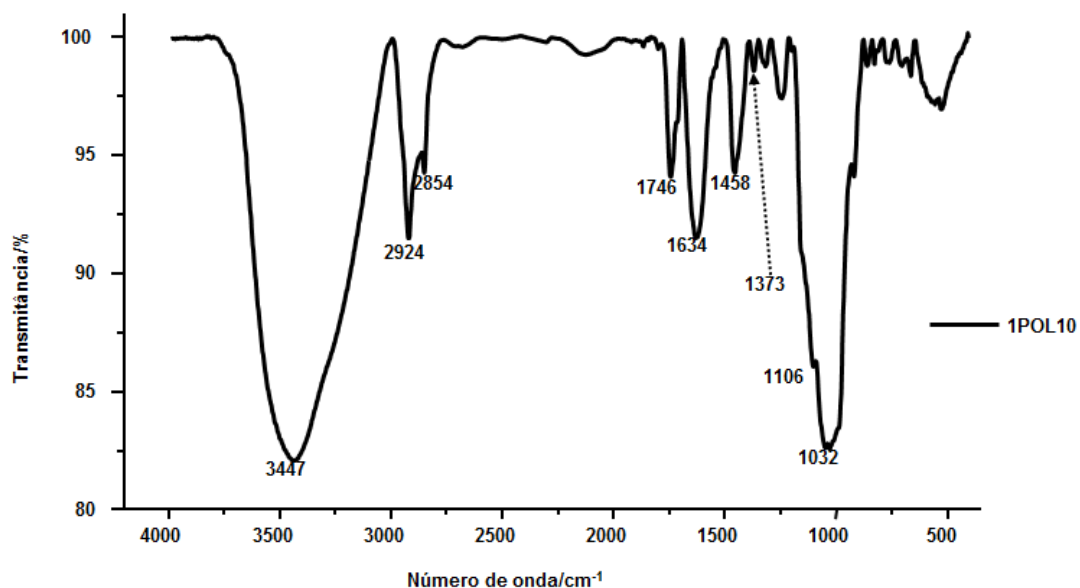
Fonte: Autor, 2013

Figura 4. Espectro de FTIR do intermediário RFIB12

Fonte: Autor, 2013

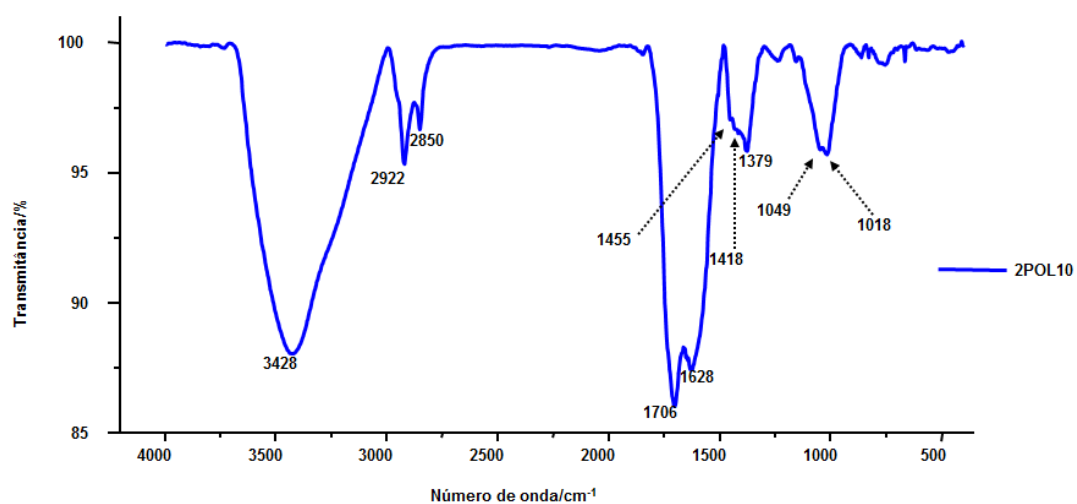
APÊNDICE N – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de POL10

Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1POL10

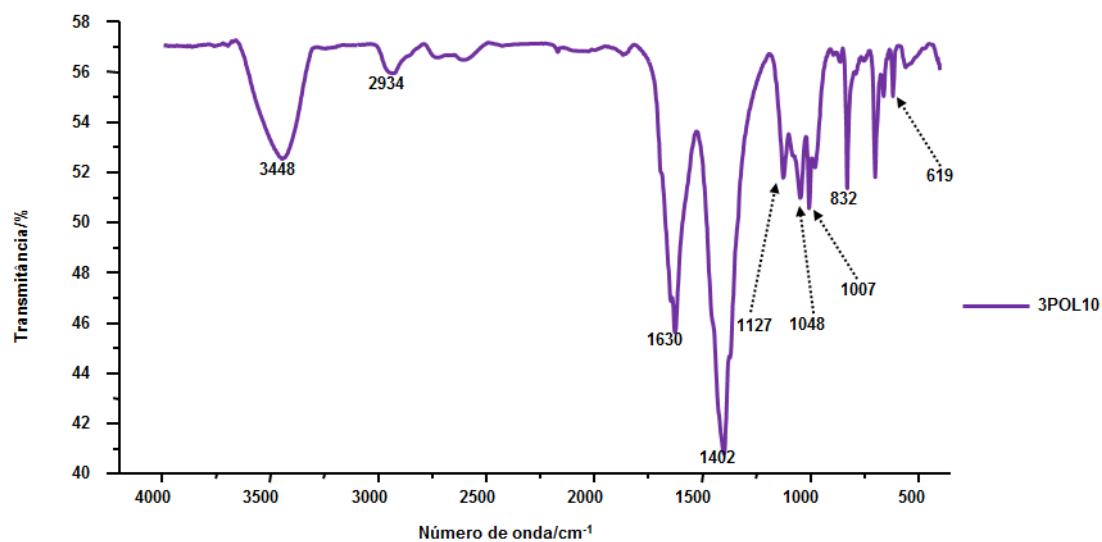


Fonte: Autor, 2013

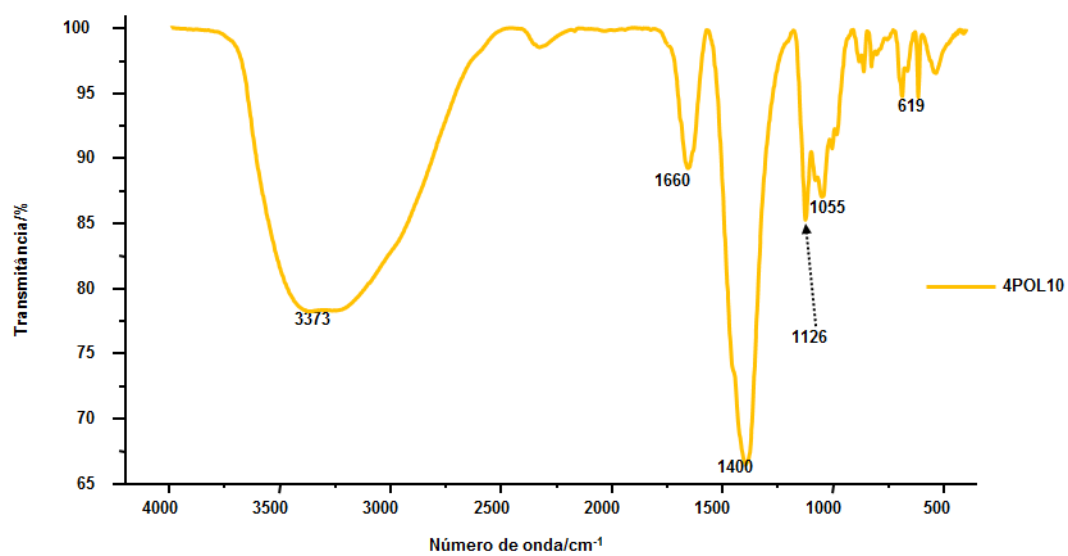
Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2POL10



Fonte: Autor, 2013

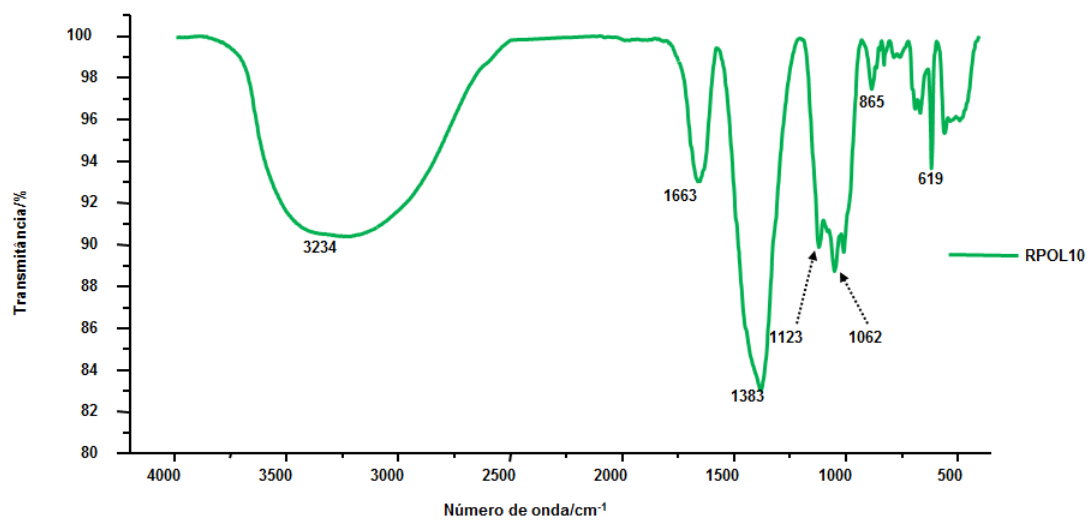
Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário 3POL10

Fonte: Autor, 2013

Figura 4. Espectro de FTIR do intermediário 4POL10

Fonte: Autor, 2013

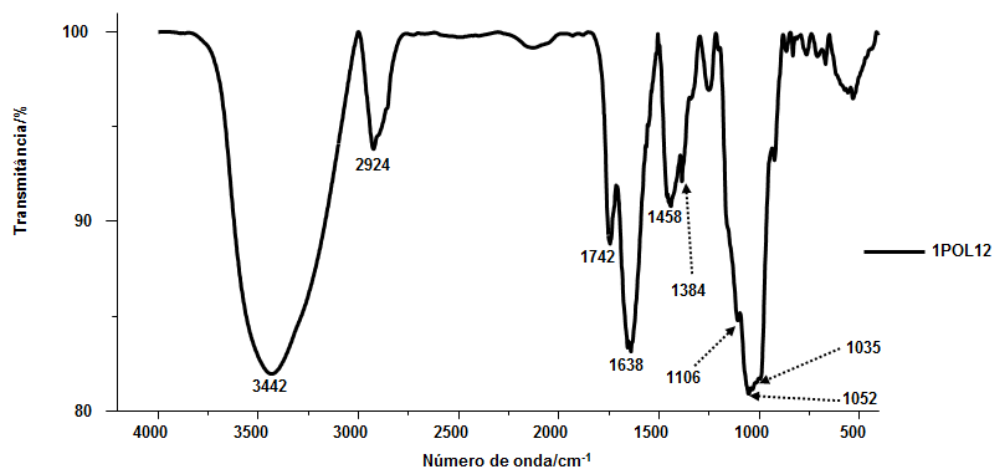
Figura 5. Espectro de FTIR do intermediário RPOL10



Fonte: Autor, 2013

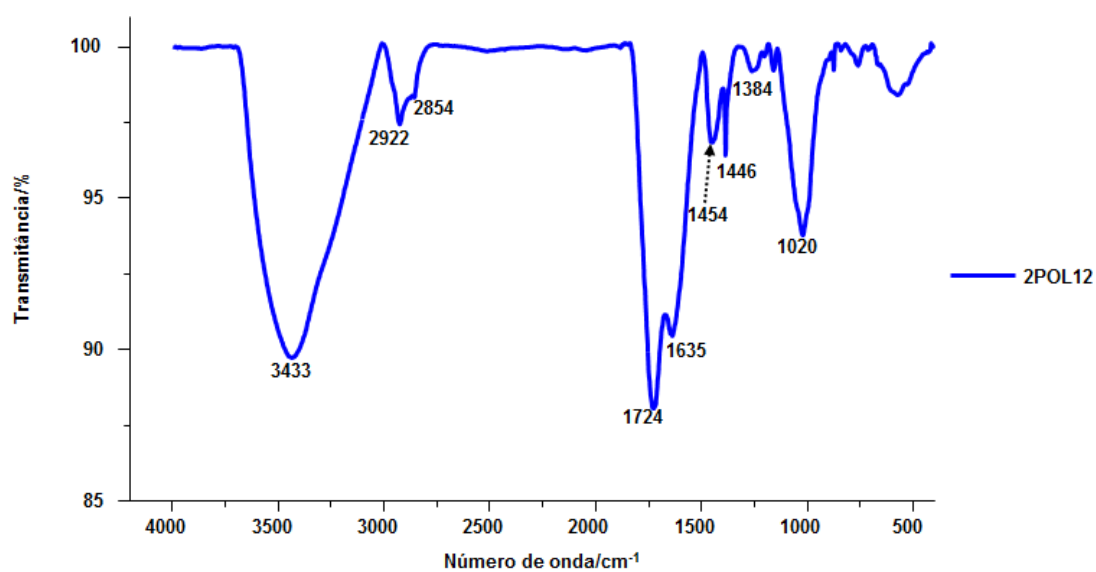
APÊNDICE O – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de POL12

Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1POL12



Fonte: Autor, 2013

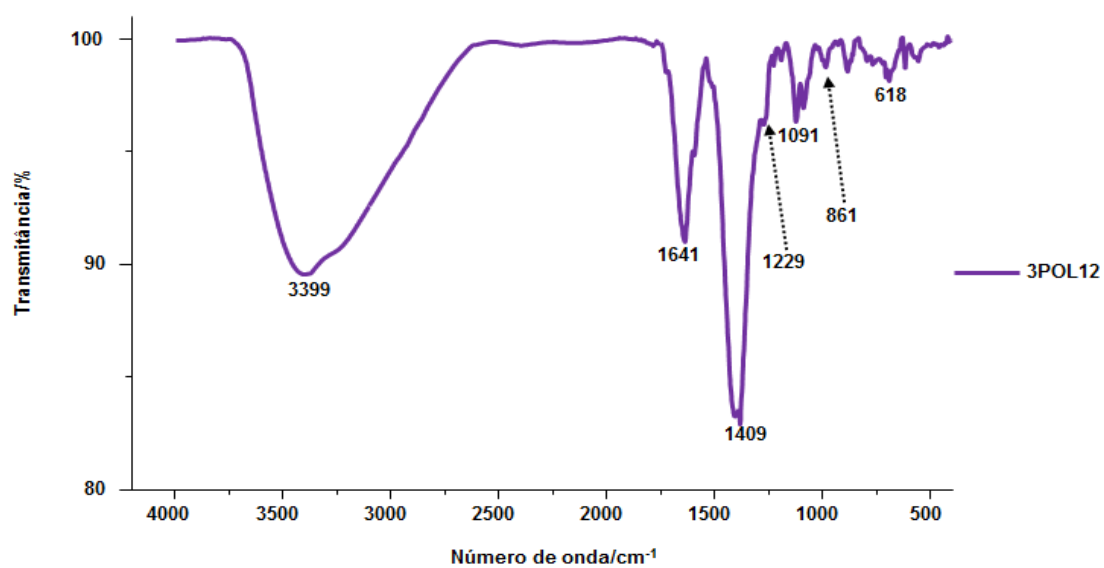
Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2POL12



Fonte: Autor, 2013

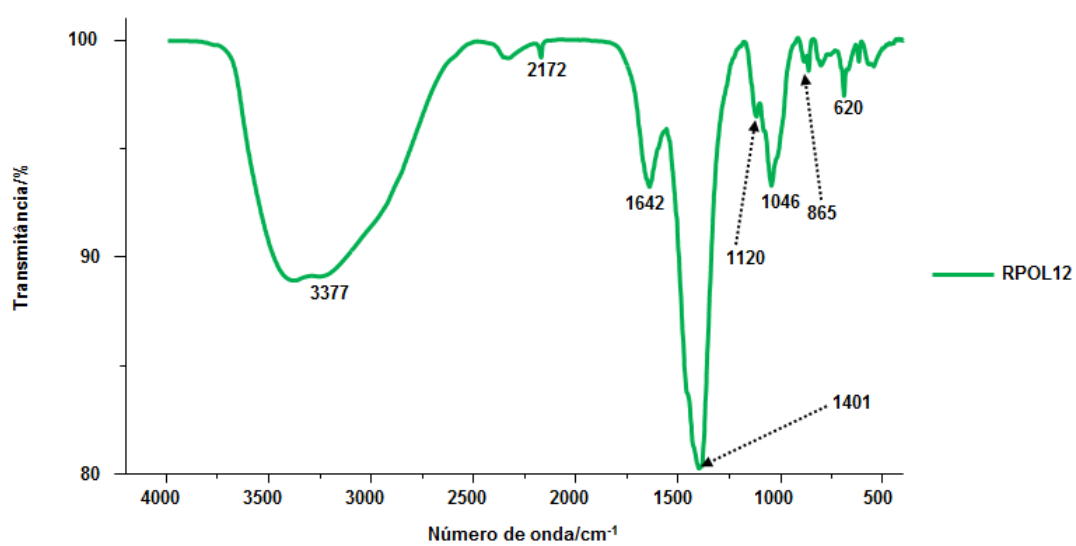
Apêndices

Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário 3POL12

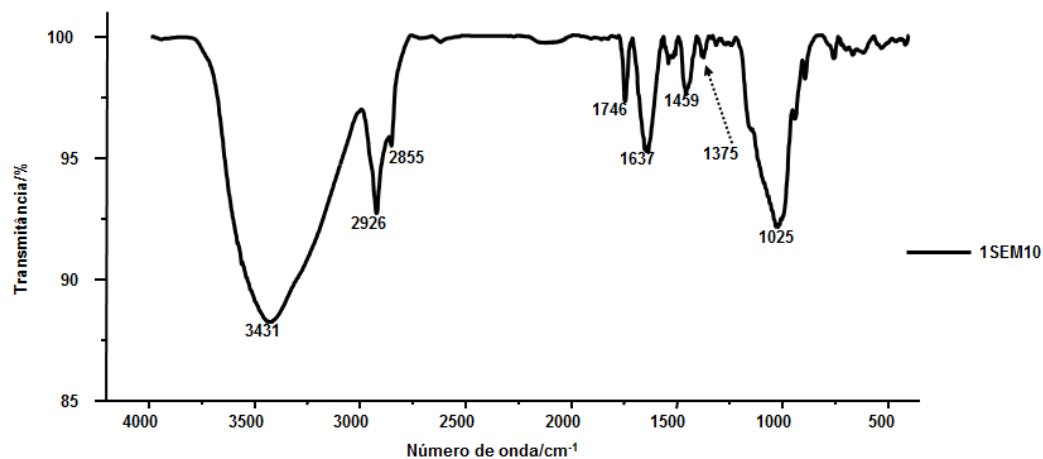


Fonte: Autor, 2013

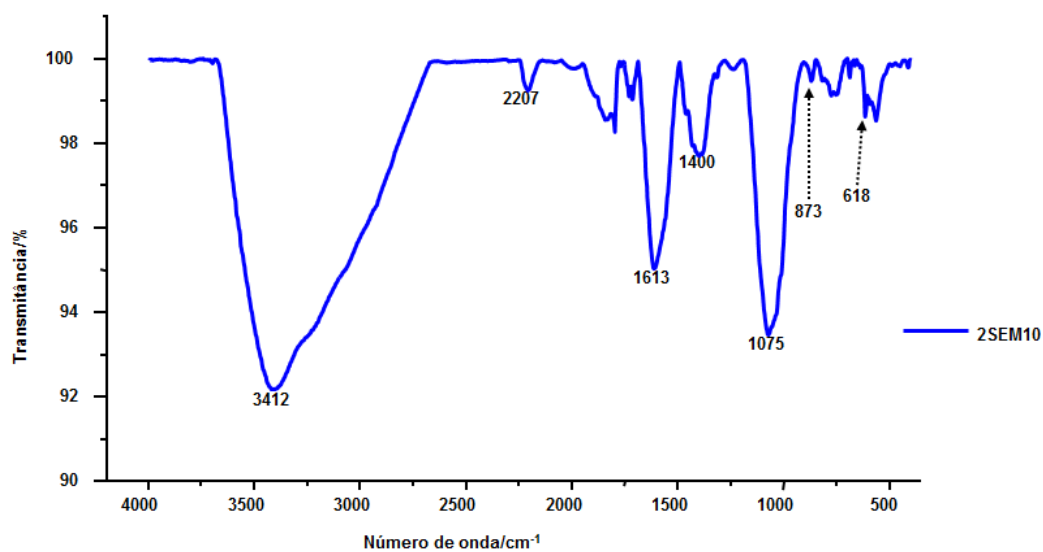
Figura 4. Espectro de FTIR do intermediário RPOL12



Fonte: Autor, 2013

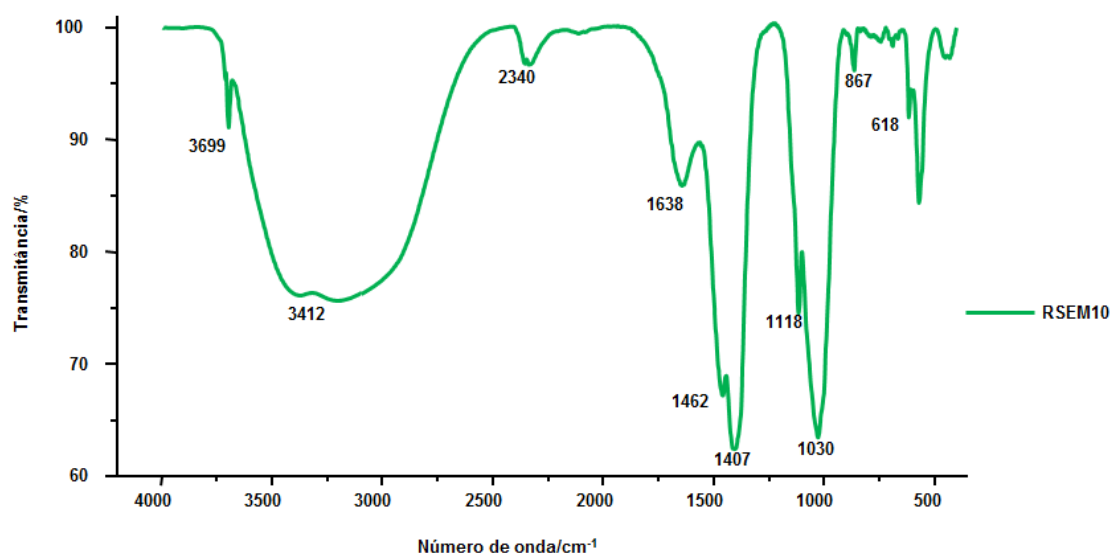
APÊNDICE P – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de SEM10**Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1SEM10**

Fonte: Autor, 2013

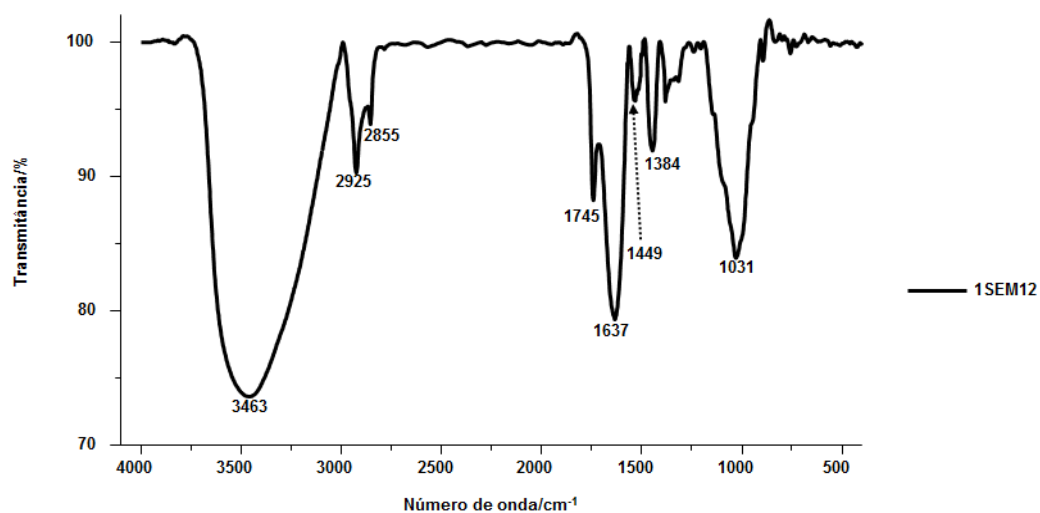
Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2SEM10

Fonte: Autor, 2013

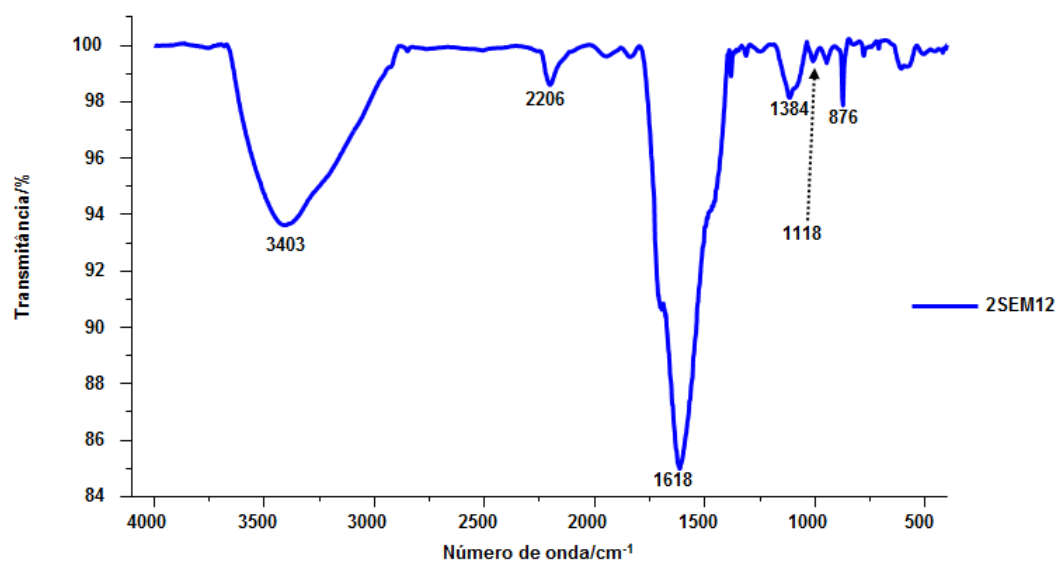
Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RSEM10



Fonte: Autor, 2013

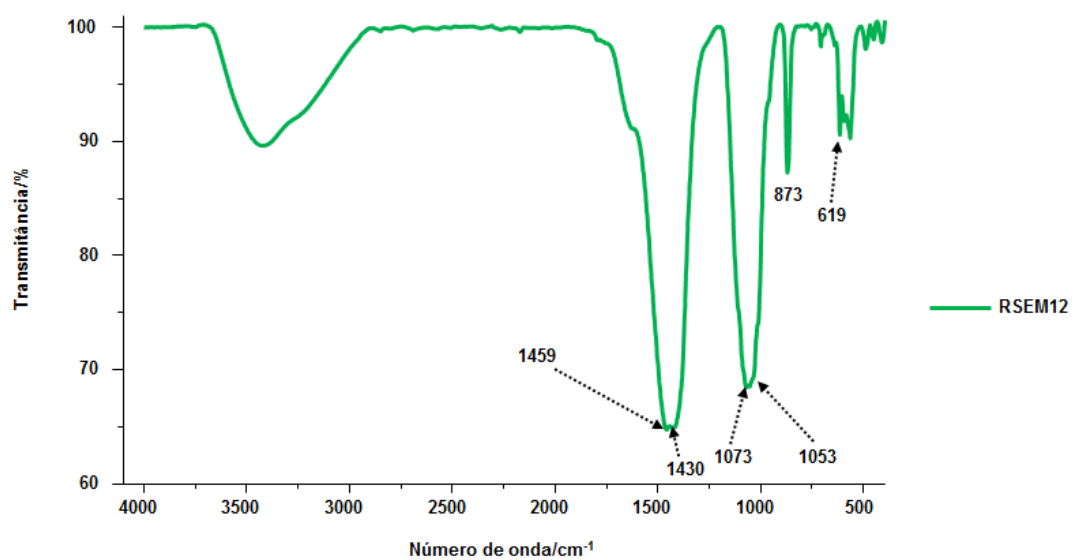
APÊNDICE Q – Espectros de FTIR dos intermediários da amostra de SEM12**Figura 1. Espectro de FTIR do intermediário 1SEM12**

Fonte: Autor, 2013

Figura 2. Espectro de FTIR do intermediário 2SEM12

Fonte: Autor, 2013

Figura 3. Espectro de FTIR do intermediário RSEM12



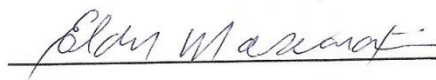
Fonte: Autor, 2013

ANEXO A - Carta de doação dos frutos de jatobá da safra de 2010**CARTA DE DOAÇÃO**

Eu, ELDER MOSCARDINI, agricultor e pecuarista na região de Franca-SP, venho por meio desta, autorizar a utilização da matéria prima de frutos de jatobá coletados, em setembro de 2010 no total de aproximadamente 1Kg, nas propriedades rurais a mim pertencentes no projeto titulado **“Estudo do comportamento térmico, físico-químico e analítico do fruto de *Hymenaea courbaril* L. (Jatobá)”**, que será realizado pela estudante de mestrado do programa de Biologia-Química da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP) – Campus Diadema, sob a orientação da Prof.^a Dr.^a Lucildes Pita Mercuri.

Autorizo a utilização para fins de pesquisas, permitindo também a publicação dos dados, assim como a transformação em algum possível produto industrial.

Sem mais, firmo a presente.



ELDER MOSCARDINI

Agricultor e Pecuarista

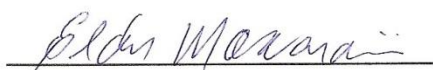
Franca-SP

ANEXO B - Carta de doação dos frutos da safra de 2012**CARTA DE DOAÇÃO**

Eu, ELDER MOSCARDINI, agricultor e pecuarista na região de Franca-SP, venho por meio desta, autorizar a utilização da matéria prima de frutos de jatobá coletados, em setembro de 2012 no total de aproximadamente 5Kg, nas propriedades rurais a mim pertencentes no projeto titulado "**Estudo do comportamento térmico, físico-químico e analítico do fruto de *Hymenaea courbaril* L. (Jatobá)**", que será realizado pela estudante de mestrado do programa de Biologia-Química da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP) – Campus Diadema, sob a orientação da Prof.^a Dr.^a Lucildes Pita Mercuri.

Autorizo a utilização para fins de pesquisas, permitindo também a publicação dos dados, assim como a transformação em algum possível produto industrial.

Sem mais, firmo a presente



ELDER MOSCARDINI

Agricultor e Pecuarista

Franca-SP

CURRICULUM

Nome: Natalia Raiz Segismundo

ENDEREÇO PROFISSIONAL:

Laboratório de Análise Térmica Multidisciplinar Prof. Dr. Ivo Giolito (LATEMIG) da Universidade Federal de São Paulo – *Campus* Diadema – Unidade José de Alencar localizado na Rua São Nicolau, nº 210, Centro, Diadema – SP.

FORMAÇÃO ACADÊMICA:

2007-2011 – Bacharelado em Química pela Universidade Federal de São Paulo – *Campus* Diadema.

2012 – atual – Mestranda do Programa de Pós-Graduação em Biologia Química na Universidade Federal de São Paulo – *Campus* Diadema.

ATUAÇÃO:

2008-2011 – Estudante de Iniciação Científica sob orientação da Prof.^a Dr.^a Lucildes Pita Mercuri.

2008 – Monitora da Unidade Curricular de Estrutura da Matéria.

2009 – Coordenadora de Finanças do Centro Acadêmico Simão Mathias

2010 – Monitora da Unidade Curricular de Química Analítica Qualitativa.

2011-Atual – Monitora de Análise Térmica na Unidade Curricular de Análise Instrumental.

PRODUÇÃO BIBLIOGRÁFICA:**Artigos completos publicados:**

Cides da Silva, L. C.; Araújo, G. L. B.; Segismundo, N. R.; Moscardini, E. F.; MERCURI, L. P.; COSENTINO, I. C.; Fantini, M. C. A.; MATOS, J. R. **DSC**

estimation of structural and textural parameters of SBA-15 silica using water probe. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, v. 97, p. 701-704, 2009.

Trabalhos publicados em anais de eventos:

1. SEGISMUNDO, N. R.; MOSCARDINI FILHO, E.; SANTOS, A. V.; REIS, A. K. C. A.; LONGO JR., L. S.; MATOS, J. R.; MERCURI, L. P. **Estudo termoanalítico e físico-químico de casca e polpa de frutos de jatobá.** In: 15º Encontro Nacional de Química Analítica - 3º Congresso Iberoamericano de Química Analítica (15ºENQA/3ºCIAQA), 2009.
2. SEGISMUNDO, N. R.; MERCURI, L. P. **Caracterização termoanalítica e físico-química de méis de Apis mellífera.** In: XVII Congresso de Iniciação Científica- PIBIC, II Congresso de Iniciação em Tecnologia e Inovação-PIBITI e II Congresso de Extensão-PBEX, 2009.
3. SEGISMUNDO, N. R.; MOSCARDINI FILHO, E.; MATOS, J. R.; MERCURI, L. P. **Caracterização termoanalítica e físico-química de méis de Apis mellífera.** In: 32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 2009.
4. WESGUERBER R., A. C. F. F.; MOSCARDINI FILHO, E.; SEGISMUNDO, N. R.; Matos, J. R.; MERCURI, L. P. **Caracterização Físico-Química e Termoanalítica de Cálculos Biliares Bovinos.** In: 32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 2009.
5. SEGISMUNDO, N. R.; MERCURI, L. P. **Estudo físico-químico e avaliação termoanalítica de frutos de Hymenaea courbaril L.** In: XVIII Congresso de Iniciação Científica - PIBIC, III Congresso de Iniciação em Tecnologia e Inovação - PIBITI, III Congresso de Extensão - PBEX, 2010.
6. SEGISMUNDO, N. R.; MATOS, J. R.; MERCURI, L. P. **Estudo do comportamento térmico da casca de frutos de Hymenaea courbaril L. (jatobá).** In: VII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria - VII CBRATEC, 2010.
7. LEE, M. S.; REINICKE, C.; MOSCARDINI FILHO, E.; SEGISMUNDO, N. R.; NODA, L. K.; MATOS, J. R.; MERCURI, L. P. **Avaliação do comportamento**

Curriculum

térmico do ácido húmico e da quitosana para possível aplicação como filtro metálico. In: VII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria - VII CBRATEC, 2010.

8. LOPES, B. R.; MOSCARDINI FILHO, E.; SEGISMUNDO, N. R.; MATOS, J. R.; **MERCURI, L. P. Avaliação termoanalítica de um novo ativo cosmético contendo cafeína utilizado para tratamento da hidrolipodistrofia ginóide.** In: VII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria - VII CBRATEC, 2010.

9. SEGISMUNDO, N. R.; MOSCARDINI FILHO, E.; MATOS, J. R.; MERCURI, L. P. **Avaliação do comportamento térmico do fruto de jatobá (*Hymenaea courbaril* L.).** In: VIII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria/III Congresso Pan-Americano de Análise Térmica e Calorimetria, 2012.

10. MOSCARDINI FILHO, E.; SEGISMUNDO, N. R.; MATOS, J. R.; MERCURI, L. P. **Avaliação da encapsulação de morfina em sílica SBA-15: Um novo método por termogravimetria/termogravimetria derivada.** In: VIII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria/III Congresso Pan-Americano de Análise Térmica e Calorimetria, 2012.

11. DA SILVA, H. D. T.; SEGISMUNDO, N. R.; **MERCURI, L. P. Determinação da incerteza de medição da calibração das técnicas de TG/DTG utilizando o padrão de oxalato de cálcio monoidratado.** In: VIII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria/III Congresso Pan-Americano de Análise Térmica e Calorimetria, 2012.

PRÊMIOS:

2012: 2º Lugar no 2º Prêmio Ivo Giolito. Prêmio dado pela Associação Brasileira de Análise Térmica (ABRATEC) durante o VIII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria/III Congresso Pan-Americano de Análise Térmica e Calorimetria.

Curriculum**ORGANIZAÇÃO DE EVENTO:**

2008 – 14th International Congress on Thermal Analysis and Calorimetry/VI Brazilian Congress on Thermal Analysis and Calorimetry.

2010 – VII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria.

2010 – II Semana Científica e Cultural UNIFESP Diadema.

2012 - VIII Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria/III Congresso Pan-Americano de Análise Térmica e Calorimetria.

PARTICIPAÇÃO EM EVENTOS:

2007 – Projeto Diadema visita UNIFESP Diadema.

2007 – IV Seminário de Etnobiologia e Etnoecologia do Sudeste.

2008 – Feira Experimentando a Ciência.

2009 – I Semana Científica e Cultural UNIFESP Diadema.

2009 – Workshop de Química Estrutural.

2009 – I Seminário de Eletroforese Capilar.

2009 – 15° Encontro Nacional de Química Analítica/3° Congresso Iberoamericano de Química Analítica.

2009 – 32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química.

2009 – XVII Congresso de Iniciação Científica – PIBIC/II Congresso de Iniciação em Tecnologia e Inovação – PIBITI/II Congresso de Extensão – PBEX.

2009 – Conjunto de Apresentações Literalmente Animadas – COALA.

2010 - XVIII Congresso de Iniciação Científica – PIBIC/III Congresso de Iniciação em Tecnologia e Inovação – PIBITI/III Congresso de Extensão – PBEX.