

**Extração E Caracterização Térmica E Mineralógica Do Corante Extraído Das Sementes De Urucum****Thermal and Mineralogical Extraction and Characterization of Dye Extracted from Urucum Seeds**

DOI:10.34115/basrv4n6-035

Recebimento dos originais: 08/11/2020

Aceitação para publicação: 08/12/2020

**Eziel Cardoso da Silva**

Doutorando em Ciências e engenharia de materiais (UFPI)  
Universidade federal do Piauí (UFPI), Campos Petrônio Portela, Teresina -PI  
Endereço: Loteamento Vila Paris, Bairro, Samapi, CEP: 64058-050, Teresina- Piauí  
E-mail: ezielcardoso@gmail.com

**Marco Aurélio da Silva Coutinho**

Doutorando em Química (UFPI)  
Universidade federal do Piauí (UFPI), Campos Petrônio Portela, Teresina -PI  
Endereço: Rua Licon Fontinele Guimarães, Santa Isabel condomínio São Cristóvão Park Bloco  
Azaleia  
E-mail: drmarcoareliocoutinho@gmail.com

**Antonio Zilverlan Germano Matos**

Doutorando em Ciências e Engenharia de Materiais (UFPI)  
Secretaria Estadual de Educação e Cultura do Piauí (SEDUC)  
Rua Gonçalves Dias, Centro, Castelo do Piauí, cep 64340-000  
E-mail: zilverlan@gmail.com

**Dihêgo Henrique Lima Damacena**

Mestrado em química analítica  
Secretaria Estadual de Educação e Cultura do Piauí (SEDUC) e Secretaria Municipal de Educação e  
Cultura de Teresina (SEMEC)  
Endereço: quadra, casa, setor A Mocambinho  
E-mail: dihegohenrique@yahoo.com.br

**Abraão Leal Alves**

Mestre em Engenharia de Materiais (IFPI)  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia (IFPI) Campus Cocal (IFPI-COCAL)  
Endereço: Rodovia PI 213, Km 21, S/N Bairro: Zona Rural Cidade: Cocal Estado: Piauí  
E-mail: abraao.alves@ifpi.edu.br

**Davi da Silva**

Doutor em Química  
Universidade Federal do Piauí, CENTRO DE EDUCAÇÃO ABERTA A DISTÂNCIA  
Endereço: Rua: Trindade Júnior, Bairro, Água Mineral CEP: 64006-470 Teresina - Piauí  
E-mail: dsdavi@ufpi.edu.br

**Vicente Galber Freitas Viana**

Doutor em Ciências (Física aplicada)

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia (IFPI) Campus Teresina Central  
Endereço: Rua Quitino bocauiuva, Bairro centro, CEP: 64001-270, Teresina-PI  
E-mail: galber@ifpi.Edu.br

**Deuzuita dos Santos Freitas Viana**

Doutora em Ciências

Universidade Estadual do Maranhão (UEMA), campos Caxias/ Faculdade integral diferencial (Facid)  
Endereço: Veterinário Bugyja Brito, Bairro Horto CEP: 64052-410 Teresina-PI  
E-mail: deuzuitasfv@gmail.com

**RESUMO**

A extração e manipulação de corantes naturais têm despertado bastante interesse nos últimos anos, o que se justifica pelo fato de apresentarem vantagens como: baixo custo de obtenção, versatilidade no setor industrial, baixa toxicidade, acentuada estabilidade térmica. Esta pesquisa teve como objetivo estudar a degradação de uma amostra do corante de urucum, através de análise termogravimétrica, bem como determinar a composição mineralógica da amostra do corante, por meio da fluorescência de raios X (FRX). A degradação térmica do corante foi realizada através da TGA, enquanto que para a determinação dos minerais usou-se a espectrometria de FRX. Na análise da degradação do urucum observou-se quatro etapas de perda de massa, nas faixas de temperatura entre (15oC-118oC), (118oC-429oC), (429oC-812oC) e entre (812°C-1100°C). Na análise elementar do corante verificou-se que os principais minerais presentes na amostra são: cálcio, magnésio e potássio que correspondem à aproximadamente 1,63% do material.

**Palavras-chave:** Corante, análise térmica, fluorescência.

**ABSTRACT**

The extraction and manipulation of natural dyes have aroused much interest in recent years, which is justified by the fact that they present advantages such as: low cost of obtaining, versatility in the industrial sector, low toxicity, marked thermal stability. This research aimed to study the degradation of a sample of the urucum dye, through thermogravimetric analysis, as well as to determine the mineralogical composition of the dye sample, through X-ray fluorescence (FRX). The thermal degradation of the dye was performed through TGA, while for the determination of minerals the FRX spectrometry was used. In the analysis of urucum degradation four stages of mass loss were observed, in the temperature ranges between (15oC-118oC), (118oC-429oC), (429oC-812oC) and between (812°C-1100°C). Elemental analysis of the dye showed that the main minerals present in the sample are: calcium, magnesium and potassium corresponding to approximately 1.63% of the material.

**Keywords:** Dye, thermal analysis, fluorescence.

**1 INTRODUÇÃO**

A extração e manipulação de corantes naturais têm ganhado destaque nas últimas décadas em virtude do baixo custo de obtenção, versatilidade nos diversos segmentos da indústria, baixa toxicidade, além das restrições impostas para utilização de corantes artificiais, principalmente aqueles oriundos de produtos derivados do petróleo (PIMENTEL e STRINGHETA, 1999) <sup>(1)</sup>.

O urucum está situado entre os principais corantes utilizados mundialmente, pois suas propriedades e características permitem a obtenção, a partir de uma mesma matéria-prima, extratos

hidrossolúveis ou lipossolúveis, o que justifica a sua grande aplicabilidade, principalmente no setor alimentício (ALVES, 2005) <sup>(2)</sup>.

Este corante natural é permitido pela Organização Mundial de Saúde (OMS) porque, além de não ser tóxico, não altera o sabor dos alimentos (embutidos, margarinas, massas, queijos, salgadinhos, sorvetes, sopas, gelatinas, etc) (DEQUIGIOVANNI, 2012) <sup>(3)</sup>.

Faria e Rocha (2000) <sup>(4)</sup> relatam que o Brasil é considerado o terceiro País que mais exporta sementes de urucum em todo planeta, ficando atrás apenas do Peru e Quênia. Por outro lado, o estudo mostra que apesar desse destaque, o corante brasileiro ainda é considerado de baixa qualidade para o mercado internacional.

Do corante de urucum extraem-se vários carotenóides como a bixina, norbixina e geranilgeraniol, que constituem os principais agentes corantes. A bixina é o composto de coloração predominante em preparações lipossolúveis, que é encontrada em duas formas naturais, CIS/TRANS. A norbixina, que pode ser obtida a partir da bixina por meio de uma reação de saponificação, destaca-se por ser o principal agente de coloração em preparações hidrossolúveis (YUSÁ-MARCO et al, 2008) <sup>(5)</sup>. O geranilgeraniol tem importância significativa para a indústria devido a sua estabilidade (ALVES, 2005) <sup>(2)</sup>.

Estudos mostram que as sementes do urucum contêm: celulose, açúcares, óleos essencial e fixo, proteínas, além de sais minerais, tais como o cálcio e o ferro, vitaminas essenciais ao ser humano, como a vitamina A, vitaminas do complexo B e vitamina C (ANSELMO, MATA e RODRIGUES, 2008) <sup>(6)</sup>.

Um obstáculo encontrado na fabricação e comercialização de carotenoides como corantes para alimentos é sua sensibilidade a fatores como oxigênio, luz e calor. Carvalho et al (1994) <sup>(7)</sup>, relatam que a baixa estabilidade dos pigmentos envolvidos, que sofrem degradação ao longo do tempo, acarreta diminuição na qualidade do produto.

Muitas técnicas têm sido desenvolvidas no intuito de estudar a degradação dos materiais em função do aumento de temperatura. A termogravimetria, a análise térmica diferencial e a calorimetria exploratória diferencial são as técnicas mais amplamente empregadas para avaliar as mudanças ocorridas na estrutura dos diversos matérias quando estes são submetidos ao calor (SOUZA, 2011) <sup>(8)</sup>. Segundo Ionashiro e Giolito (2004) <sup>(9)</sup>, estas técnicas permitem obter informações relevantes tais como: variação de massa, estabilidade térmica, pureza, ponto de fusão, ponto de ebulição, mudança de fase, transição vítrea, calores de transição, entre outros.

As informações obtidas a partir da análise térmica podem ser usadas tanto no controle de matéria-prima, como também do produto acabado, o que possibilita um potencial no desenvolvimento e caracterização de novos produtos (SILVA, PAOLA e MATOS, 2007) <sup>(10)</sup>.

A Espectrometria por Fluorescência de Raios X é uma ferramenta dinâmica e extremamente útil para a determinação quantitativa e qualitativa da presença de elementos em uma enorme variedades de

amostras. Ela ocorre principalmente em uma grande variedade de minerais e amostras contendo “fósforos” inorgânicos e, em compostos orgânicos e organometálicos que apresentam acentuada absorção na região do ultravioleta (EWING, 1971)<sup>(11)</sup>.

Essa técnica baseia-se na medição das intensidades dos raios X característicos emitidos pelos elementos que constituem aquela amostra analisada, quando estas são irradiadas com elétrons, prótons ou raios X com energias apropriadas (ROCHA, 2015)<sup>(12)</sup>.

Nesta perspectiva, o presente trabalho teve como objetivo estudar a degradação de uma amostra bruta do corante de urucum, através de técnicas como, termogravimetria, bem como determinar a composição mineralógica da amostra de urucum, por meio da espectrometria por fluorescência de raios X.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Uma massa de 100g de sementes comercial de urucum foi adicionada a um Becker com 500mL de água, acoplado a um agitador mecânico, que após ser ligado a material ficou em agitação durante uma hora. A mistura passou por um processo de filtração que durou 12 horas e em seguida o concentrado foi levado dentro de uma placa de Petri a uma estufa à vácuo SL104/30 da marca SOLAB, com temperatura de 70°C por duas horas. O corante sólido foi retirado do forno macerado no almofariz com pistilo e acondicionado em ependófilos para análises de Florescência e Tg.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na tabela abaixo estão os resultados da análise elementar do corante de urucum.

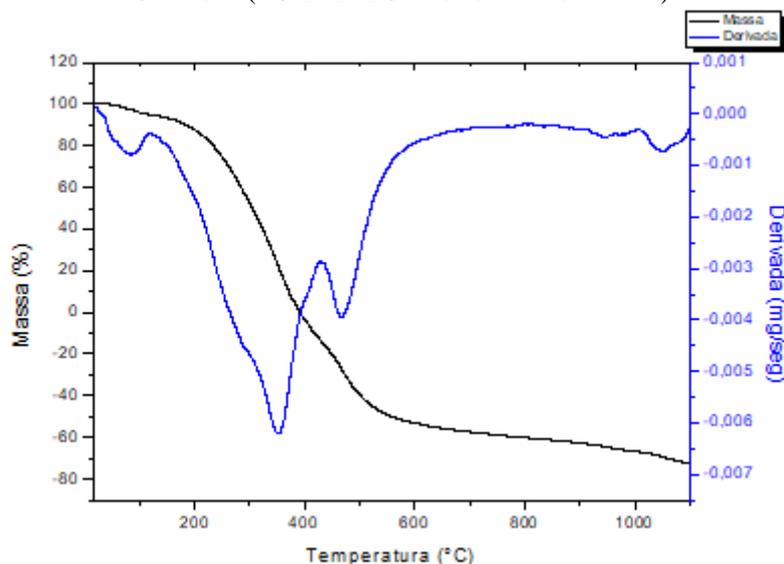
Tabela 1. Análise elementar do Corante Urucum

Componentes	Concentração	Unidade
Mg	0,184	%
Si	819,1	ppm
P	0,25	%
S	0,143	%
K	1,185	%
Ca	0,26	%
Ti	16,5	ppm
Fe	126,4	ppm
Zn	6,1	ppm
C	74,52	%
H	7,45	%
O	18,02	%

Pode-se observar pela análise elementar realizada na Florescência de Raio-X (FRX) que os principais constituintes da parte orgânica do corante são: carbono, hidrogênio e Oxigênio cerca de 97,88% isso se deve ao fato do pigmento ser formado principalmente por Bixina ( $C_{25}H_{30}O_4$ ) que é o principal pigmento do urucum correspondendo a mais de 80% dos carotenoides encontrados nessas sementes (SATYANARAYANA et al., 2003)<sup>(13)</sup>. Os metais cálcio, magnésio e potássio compõem a parte mineralógica que está em maior concentração em relação aos outros constituintes inorgânicos cerca de 1,63% da amostra. Esses dados são relevantes, pois, ainda não tem na literatura um percentual definido para os constituintes minerais do corante de urucum.

Segundo os dados de análise termogravimétrica acoplada à espectrometria de massas (TGA/MS), em ar (taxa de aquecimento:  $10^{\circ}C/min$ ), o corante tem quatro perda de massa que ocorre nas seguintes faixas de temperatura: entre  $15^{\circ}C$  e  $118^{\circ}C$ ,  $118^{\circ}C$  e  $429^{\circ}C$ ,  $429^{\circ}C$  e  $812^{\circ}C$  e entre  $812^{\circ}C$  a  $1100^{\circ}C$  como pode ser observado no (gráfico 1). A primeira perda de massa corresponde a desidratação a segunda e a terceira são referentes a decomposição que segundo Segundo Scotter (1995)<sup>(14)</sup>, essa degradação térmica do corante cis-bixina é a liberação do meta xileno e a formação do produto de degradação amarelo  $C_{17}$ (monometil éster do ácido 4,8 dimetiltetradecahexanodióico) como também a liberação em menores proporções do tolueno, ácido toluíco e o metil éster ácido toluíco, o sólido possui um evento de perda de massa na região entre  $812^{\circ}$  -  $1100^{\circ}C$  que gera gases oxigenados de enxofre, indicando a possibilidade de compostos orgânicos sulfatados no extrato de urucum do material (SILVA et al., 2007)<sup>(15)</sup>.

Gráfico 1. (TGA e DrTGA do corante do urucum)



**4 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

O procedimento experimental adotado permitiu a obtenção do percentual de matéria orgânica e inorgânica presente na bixina. Esta informação é relevante para as aplicações industriais já que é de fundamental importância se ter conhecimento da concentração dos metais presente nos corantes. Pôde-se também observar as faixas de temperatura que ocorrem a decomposição da corante bixina.

**REFERÊNCIAS**

1. PINMENTEL, F. A.; STRINGHETA, P. C. Produção de corantes de urucum em pó, por meio de precipitação ácida, a partir de extratos obtidos em diferentes soluções extratoras. *Rev. Bras. Cor. Nat.* vol. 1, p. 53 – 57, 1999.
2. ALVES, R. W. Extração de corantes de urucum por processos adsorptivos utilizando argilas comerciais e colloidal gas aphrons. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.
3. DEQUIGIOVANNI, G. Desenvolvimento de locos de microssatélite para a caracterização da diversidade genética de acessos de urucum (*Bixa Orellana L.*). Dissertação de Mestrado – Escola Superior de agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2012.
4. FARIA, L. J. G.; ROCHA, S. C. S. Optimization of annatto (*Bixa orellana L.*) drying in fixed bed. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v.17, p.483-496, 2000.
5. YUSÁ-MARCO, D. J. et al. Characterization of colouring compounds in annatto (*Bixa Orellana L.*) used in historic textiles by means of Uv-Vis spectrophotometry and Ft-Ir spectroscopy. *Arché. Publicación del Instituto Universitario de Restauración del Patrimonio de la UPV - Núm. 3*, p. 153 – 158, 2008.
6. ANSELMO, G. C. dos S.; MATA, M. E. R. M. C.; RODRIGUES, E. Comportamento higroscópico do extrato seco de urucum (*Bixa Orellana L.*). *Ciênc. agrotec.*, Lavras, v. 32, n. 6, p. 1888-1892, nov./dez., 2008.
7. CARVALHO, P. R. N.; SARANTOPOULOS, C. I. G. L.; SHIROSE, I.; SILVA, M.G., Estudo da vida de prateleira do corante bixina) das sementes de urucum (*Bixa orellana L.*). *Coletânea do ITAL*, v.23, n.1, p. 98-104, 1994.
8. SOUZA, S. P. M. C. de. Determinação do teor de cálcio através da termogravimetria em medicamentos utilizados no tratamento da osteoporose: um estudo comparativo. 2011. 114 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011.
9. IONASHIRO, M. GIOLITO, I: Fundamentos da termogravimetria, análise térmica diferencial, calorimetria exploratória diferencial. Araraquara: Giz editorial, 2004. 96p.
10. SILVA, E. C.; PAOLA, M. V. R. V.; MATOS, J. R. Análise térmica aplicada à cosmetologia. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*. V. 43, n. 3, jul./set. 2007.
11. EWING, G W. Métodos Instrumentais de Análise Química (Volume 1). São Paulo. Editora Edgard Blücher, 1971.
12. ROCHA, C. R. Desenvolvimento de método para análise de leite por espectrometria de fluorescência de raios X por reflexão total. Dissertação de Mestrado – Instituto de Ciências Exatas, Universidade de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.
13. SATYANARAYANA, A. et al. Chemistry, processing and toxicology of annatto (*Bixa orellana L.*). *Journal of Food Science Technology*, v.40, n.2, p.131-141, 2003. Disponível em:

<<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.17454506.2006.00014.x/abstract>>. Acesso em: 05/10/2016.

14. SCOTTER, M. J. *Food Chemistry*. 53: 177-185, 1995.

15. SILVA, Felipe F. Silva. Extração e caracterização térmica e cromatográfica do corante norbixina obtido de extrato comercial aquoso de sementes de urucum: 16º Simpósio Internacional de Iniciação Científica da USP (SIICUSP), 2008, São Paulo-SP. Disponível em: <<https://uspdigital.usp.br/siicusp/cdOnlineTrabalhoVisualizarResumo?numeroInscricaoTrabalho=4797&numeroEdicao=17>>. Acesso em: 05/10/2016.