



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA AGRÍCOLA
COPEAG - COORD. DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENG. AGRÍCOLA



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA

Dissertação de Mestrado

**OBTENÇÃO DE EXTRATO SECO DE
CUMARU PELO PROCESSO DE
SECAGEM EM LEITO DE JORRO**

JOABIS NOBRE MARTINS

**Campina Grande
Paraíba**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA AGRÍCOLA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA**



**OBTENÇÃO DE EXTRATO SECO DE CUMARU PELO
PROCESSO DE SECAGEM EM LEITO DE JORRO**

Joabis Nobre Martins

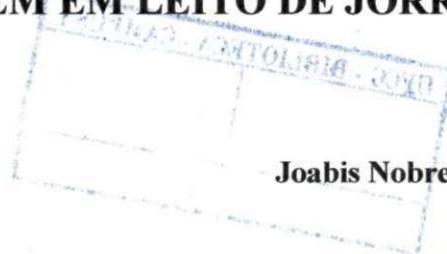
Campina Grande - Paraíba

2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA

Área de Concentração: Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas

**OBTENÇÃO DE EXTRATO SECO DE CUMARU PELO
PROCESSO DE SECAGEM EM LEITO DE JORRO**



Joabis Nobre Martins

Dissertação de Mestrado apresentada à
Coordenação do Curso de Engenharia Agrícola da
Universidade Federal de Campina Grande como
parte dos requisitos exigidos para obtenção do
título de Mestre em Engenharia Agrícola

ORIENTADORES: Profa. Dra. Ana Paula Trindade Rocha
Profa. Dra. Josivanda Palmeira Gomes

Campina Grande - Paraíba

2013

DIGITALIZAÇÃO:
SISTEMOTECA - UFCG

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

M379o Martins, Joabis Nobre.
Obtenção de extrato seco de cumaru pelo processo de secagem em
leito de jorro / Joabis Nobre Martins. - Campina Grande, 2013.
136 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) - Universidade
Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais.
Orientadoras: Profª. Drª. Ana Paula Trindade Rocha, Profª. Drª.
Josivanda Palmeira Gomes.
Referências.

1. Secagem. 2. Fitoterapia. 3. *Amburana cearensis* A.C. Smith. 4.
Extração. I. Título.

CDU 66.047.8(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA



PARECER FINAL DO JULGAMENTO DA DISSERTAÇÃO

JOABIS NOBRE MARTINS

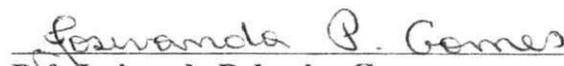
**OBTENÇÃO DE EXTRATO SECO DE CUMARU PELO PROCESSO DE
SECAGEM EM LEITO DE JORRO**

BANCA EXAMINADORA

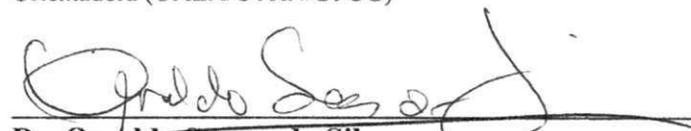
PARECER


Dr.^a Ana Paula Trindade Rocha
Orientadora (UAEA/CTRN/UFCG)

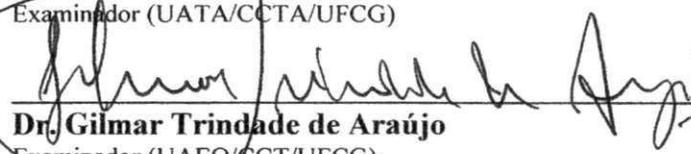
APROVADO


Dr.^a Josivanda Palmeira Gomes
Orientadora (UAEA/CTRN/UFCG)

APROVADO


Dr. Osvaldo Soares da Silva
Examinador (UATA/CCTA/UFCG)

APROVADO


Dr. Gilmar Trindade de Araújo
Examinador (UAEQ/CCT/UFCG)

APROVADO

FEVEREIRO - 2013

*A pessoa mais importante da minha vida, minha mãe, **Maria Elenir**, por está sempre ao meu lado me dando forças para continuar e não desistir, apesar de todos os obstáculos que enfrentamos.*

DEDICO

*A minha esposa **Célia** que tem colaborado direta e indiretamente no laboratório e tem estado sempre ao meu lado. Sem ela teria sido bem mais difícil. Obrigado e te amo! Você é a razão de minha vida.*

OFEREÇO

AGRADECIMENTOS

A DEUS, ser maravilhoso, fonte de energia e vida, do qual tirei forças em momentos tão difíceis nesta caminhada, permitindo-me encontrar pessoas decentes que contribuíram significativamente para a realização deste trabalho.

A meu pai que, mesmo da sua maneira esquisita de entender as “coisas”, soube me ajudar nos momentos de maior aflição.

A minha vó Elioniza que, apesar de não estar mais conosco, sempre esteve ao meu lado segurando minha mão e dizendo: - Calma, vai dar certo... Tenha fé. Que DEUS a tenha em sua plenitude. Devo muito a essa grande mulher e minha segunda mãe.

A minha vó, Maria que, também sempre esteve ao meu lado, incentivando-me a continuar. E ela sempre a dizer: - Não sei como você aguenta, menino, estudar tanto.

A meu tio Abel, que sempre que precisava de uma forcinha, estava por ali e, não me deixava na mão.

Ao meu amigo Jacó, por ter compartilhado noites em claro em prol da pesquisa e pela enorme colaboração que me deu durante este trabalho.

Aos meus amigos Dyego e Emanuel, que me incentivam tanto a continuar produzindo, e pelo apoio na pesquisa.

A minha amiga e companheira de pesquisa, Francinalva, pelo apoio e colaboração nas análises.

Às minhas orientadoras e amigas, Prof.^a Dra. Ana Paula Trindade Rocha e Prof.^a Dra. Josivanda Palmeira Gomes, pela paciência, companheirismo, compreensão e dedicação à nossa pesquisa.

Ao professor Dr. Gilmar, por explicar alguns probleminhas que aconteciam em nossos experimentos. E, é claro, pela paciência também.

Ao professor Dr. Osvaldo, pela paciência e colaboração com nossa pesquisa.

Ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), por proporcionar oportunidade e experiência acadêmica em nosso dia a dia.

À CAPES, por ter proporcionado apoio financeiro para a realização da pesquisa.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	vi
LISTA DE TABELAS.....	x
RESUMO.....	xii
ABSTRACT	xiii
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1. Aspectos morfofisiológicos da <i>Amburana cearensis</i> A. C. Smith	4
2.2. Processo de secagem para a obtenção de extratos secos vegetais	8
2.3. Aspectos do processo de leite de jorro	10
2.4. Extração de princípios ativos naturais	14
2.5. Atividade medicinal	16
2.6. Importância do tema	18
2.7. Aspectos químicos de <i>A. cearensis</i>	18
3. MATERIAL	20
3.1. Desenvolvimento do trabalho	20
3.2. Material	20
3.2.1. Matéria-prima vegetal	20
3.2.2. Reagentes, soluções e substâncias de referência.....	20
3.2.3. Aparelhos e equipamentos	21
3.2.4. Secador leite de jorro	21
4. MÉTODOS.....	22
4.1. Secagem da casca.....	22
4.2. Caracterização da matéria-prima vegetal.....	23
4.2.1. Perda por dessecação.....	23
4.2.2. Determinação do teor de extrativos.....	23

4.3. Maceração dinâmica	24
4.3.1. Caracterização da solução extrativa.....	25
4.3.2. Determinação de alcaloides.....	25
4.4. Obtenção do extrato bruto.....	28
4.5. Operação de secagem.....	28
4.5.1. Caracterização do material inerte	28
4.5.2. Planejamento experimental	29
4.5.3. Teste preliminar com o adjuvante de secagem.....	30
4.5.4. Secagem em leito de jorro	31
4.5.5. Determinação da taxa de evaporação em leito de jorro	32
4.5.6. Avaliação do processo de secagem	32
4.5.7. Caracterização físico-química do extrato seco obtido.....	34
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
5.1. Caracterização da matéria-prima vegetal.....	37
5.1.1. Perda por dessecação.....	37
5.1.2. Determinação do teor de extrativos.....	37
5.2. Caracterização da solução extrativa.....	38
5.3. Caracterização do extrato concentrado	39
5.4. Caracterização física do material inerte.....	40
5.5. Teste preliminar com o adjuvante de secagem	40
5.6. Produção de extratos secos de cumaru pelo processo de secagem em leito de jorro	42
5.7. Análise estatística	44
5.7.1. Resultado do planejamento experimental	44
5.7.2. Caracterização física dos extratos secos obtidos.....	56
5.7.3. Análise estatística.....	57
5.7.4. Morfologia das partículas.....	64

5.7.5. Caracterização química dos extratos secos obtidos.....	66
5.7.6. Análise estatística.....	68
6. CONCLUSÕES.....	76
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77
Apêndice I – Coeficientes de regressão das variáveis de saída analisadas nos ensaios de secagem	85
Apêndice II – Fotomicrografias eletrônicas dos extratos secos	91

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Espécie adulta da silvestre de <i>A. cearensis</i> : estação chuvosa (à esquerda) e período de estiagem (à direita)	5
Figura 2.2	Diferentes partes de <i>A. cearensis</i> : (A) sementes, (B e C) flores, (D e E) frutos, (F) galhos	6
Figura 2.3	Mapa de distribuição de espécimens de <i>A. cearensis</i> na América do Sul: 1. Nordeste (BRA); 2. Sudeste (BRA); 3 e 4. Centro-Sul (BRA); 5. Oeste (BRA, ARG e PAR) e 6. Oeste (BRA, BOL e PER)	7
Figura 2.4	<i>Dipterix odorata</i> (à esq.) e <i>Commiphora leptophloeos</i> (à dir.)	8
Figura 2.5	Diagrama esquemático do leito de jorro convencional	11
Figura 2.6	Secador de leite de jorro do Laboratório de Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas (LAPPA)	12
Figura 2.7	Queda de pressão, em função da vazão para leite de jorro com, carga de brócolos de 0,9kg	13
Figura 2.8	Esquema geral de preparação de formas farmacêuticas derivadas de plantas medicinais	16
Figura 2.9	Formas exploradas comercialmente de <i>A. cearensis</i> , com fins medicinais: casca (A) e xarope (B)	17
Figura 2.10	Constituintes químicos isolados de <i>A. cearensis</i>	19
Figura 3.11	Secador de leite de jorro utilizado no experimento	22
Figura 4.12	Extração da solução hidroalcoólica de cumaru	24
Figura 4.13	Filtração a vácuo da solução extrativa	24
Figura 4.14	Curva padrão de alcaloide	26
Figura 4.15	Curva padrão de taninos	27

Figura 4.16	Obtenção do extrato concentrado	28
Figura 5.17	Teor de sólidos do extrato concentrado	39
Figura 5.18	Amostras de extrato seco com adição de diversas proporções de adjuvante de secagem	41
Figura 5.19	Amostras de extrato seco com adição de diversas proporções de adjuvante de secagem revolvidas	41
Figura 5.20	Diagrama de Pareto para o rendimento. Efeito da temperatura e velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	45
Figura 5.21	Diagrama de Pareto para a taxa de acúmulo. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	47
Figura 5.22	Diagrama de Pareto para o teor de água residual. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	49
Figura 5.23	Diagrama de Pareto para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	51
Figura 5.24	Valores experimentais versus valores previstos pelo modelo para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	52
Figura 5.25	Valores preditos versus resíduos para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	53
Figura 5.26	Superfície de resposta e curva de contorno para taxa de evaporação.	54
Figura 5.27	Diagrama de Pareto para a taxa de elutriação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	55
Figura 5.28	Diagrama de Pareto para a densidade bruta. Efeito da	58

	temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	
Figura 5.29	Diagrama de Pareto para a densidade do extrato compactado. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	59
Figura 5.30	Diagrama de Pareto para o fator de Hausner. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	61
Figura 5.31	Diagrama de Pareto para o índice de compressibilidade. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	63
Figura 5.32	Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: 90 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 4 g/min	65
Figura 5.33	Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: 90 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 4 g/min	66
Figura 5.34	Diagrama de Pareto para o pH dos extratos secos. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	68
Figura 5.35	Diagrama de Pareto para o alcaloide. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	70
Figura 5.36	Valores experimentais versus valores preditos pelo modelo para alcaloides. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.	71
Figura 5.37	Valores preditos versus resíduos para alcaloides. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	72

- Figura 5.38 Superfície de resposta e curva de contorno para o teor de 73
alcaloides
- Figura 5.39 Diagrama de Pareto para taninos. Efeito da temperatura, 74
velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1	Níveis das variáveis: velocidade do ar de secagem, temperatura do ar de entrada e vazão de suspensão do bico atomizador	30
Tabela 5.2	Resultados da matéria-prima em relação ao teor de água inicial e final após secagem em estufa com circulação de ar forçado	37
Tabela 5.3	Resultados do teor de extrativos de cumaru	38
Tabela 5.4	Resultados da caracterização da solução hidroalcoólico de cumaru	38
Tabela 5.5	Resultados da caracterização do extrato concentrado de cumaru	39
Tabela 5.6	Propriedades físicas do material inerte utilizado	40
Tabela 5.7	Avaliação do percentual de adjuvante de secagem	42
Tabela 5.8	Valores das variáveis dependentes para o planejamento experimental da secagem	42
Tabela 5.9	ANOVA para a taxa de recuperação do produto. Efeito da temperatura e velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	46
Tabela 5.10	ANOVA para a taxa de acúmulo. Efeito da temperatura e velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	48
Tabela 5.11	ANOVA para teor residual de água. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	49
Tabela 5.12	ANOVA para a resposta taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	51
Tabela 5.13	ANOVA para a resposta taxa de elutriação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	55
Tabela 5.14	Resultados da avaliação das características farmacotécnicas dos extratos secos	56

Tabela 5.15	ANOVA para a densidade bruta. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	58
Tabela 5.16	ANOVA para a densidade de compactação do extrato seco. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	60
Tabela 5.17	ANOVA para a razão de Hausner. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	62
Tabela 5.18	ANOVA para o índice de compressibilidade. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	63
Tabela 5.19	Caracterização química dos extratos secos obtidos em secador leito de jorro	67
Tabela 5.20	ANOVA para pH. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	69
Tabela 5.21	ANOVA para o teor de alcaloides. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	70
Tabela 5.22	ANOVA para teor de taninos. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão	74

RESUMO

As práticas relacionadas ao uso popular de plantas medicinais são o que muitas comunidades têm como alternativa viável para o tratamento de doenças ou manutenção da saúde. Objetivou-se no estudo secar extrato fitoterápico de cumaru pelo processo de leito de jorro, analisando as variáveis dependentes como: rendimento, taxa de acúmulo no material inerte e teor de água do extrato seco. As cascas *in natura* foram coletadas, secas em estufa com circulação de ar forçado a temperatura de 50 °C até o teor de água de 4,26%, sendo trituradas posteriormente. Em seguida, foi obtido o extrato hidroalcoólico, por meio de maceração dinâmica em álcool a 70% e temperatura de 30 °C, sendo em seguida concentrado em evaporador rotativo à 50 °C até uma concentração de sólidos de 9,8%. Para os ensaios de secagem, foi adicionado como adjuvante de secagem dióxido de silício coloidal ao extrato concentrado. As velocidades de secagem foram definidas em ensaios fluidodinâmicos de acordo com a velocidade de jorro mínimo. Para os ensaios de secagem foram utilizadas partículas de poliestireno do tipo 849, produzido pela EDN, Camaçari – Bahia. Adotou-se um planejamento fatorial de $2^3 + 3$ experimentos no ponto central totalizando 11 experimentos. Como variáveis independentes adotaram-se: temperaturas de secagem de 70, 80 e 90 °C; velocidade do ar de 35,28; 36,60 e 37,93 m/s e vazão de suspensão de alimentação de 4, 5 e 6 mL/min. De acordo com os resultados, os rendimentos variaram de 53,9 a 75,851%; a taxa de acúmulo de 7,91 a 44,761% e o teor de água em base úmida de 2,359 a 5,197%. Os resultados demonstraram que o melhor rendimento foi no experimento 4 (temperatura: 90 °C; V_{ar} : 2,86 m³/min e W_s : 4 mL/min) 75,851% com uma taxa de acúmulo de 7,913% e teor de água de 3,901%. O menor rendimento segundo os resultados foi no experimento 6 (T_{ar} : 70 °C; V_{ar} : 37,932 m/s e W_s : 6 mL/min) de 60,576%, com taxa de acúmulo de 24,90% e teor de água de 2,359%. Diante o exposto, verifica-se um aumento na taxa de recuperação do extrato seco com o aumento da temperatura de secagem, e conseqüentemente a diminuição na taxa de acúmulo no material inerte.

Palavras-chave: fitoterapia; *Amburana cearensis*, extração, secagem.

ABSTRACT

The practices related to the popular use of medicinal plants are what many communities have as viable alternative for the treatment of diseases or health maintenance. It was aimed at the study of dry herbal extract of cumaru by spouted bed process, analyzing the dependent variables: income, rate of accumulation in inert material and water content of the dried extract. The fresh shells were collected, dried in an oven with forced air circulation at the temperature of 50°C to the water content of 4.26%, being crushed later. Then the hydroalcoholic extract was obtained through dynamic maceration in alcohol at 70% and 30°C, and then concentrated on a rotary evaporator to 50 °C up to a concentration of solids of 9.757%. For the drying tests, was added as an adjuvant of colloidal silicon dioxide drying to the concentrated extract. Drying speeds were defined in hydrodynamic tests according to the minimum Jet speed. For the drying tests were used polystyrene particles of type 849, produced by EDN, Camaçari-Bahia. Factorial planning was adopted of 2 + 3 experiments at the center point for a total of 11 experiments. As independent variables were adopted: drying temperatures of 70.80 and 90 °C; air flow rate of 35.278; 36.60 and 37.93 m/s and flow of power suspension of 4, 5 and 6 ml/min. According to the results, yields ranged from 53.9 to 75.851%; the rate of accumulation of 7.913 to 44.761% and water content in wet base of 2.359 to 5.197%. The results showed that the best performance was in experiment 4 (T_{ar} : 90 °C; V_{ar} : 2.86 m³/min and W_s : 4 mL/min) 75.851% with a rate of accumulation of 7.91% and water content of 3.901%. The lowest income under the results was the experiment 6 (T_{ar} : 70°C; V_{ar} : 2.86 m³/min and W_s : 6 mL/min) of 60.576%, with accumulation rate of 24.90% and water content of 2.359%. On the above, there is an increase in the yield of dry extract with increasing drying temperature, and consequently a reduction in the rate of accumulation in inert material.

Key words: phytotherapy, *Amburana cearensis*, extraction, dry.

1. INTRODUÇÃO

Há muitos anos, estudos com plantas medicinais têm evidenciado a detecção de substâncias com grande potencial para a prevenção e cura de doenças adquiridas ao longo de nossas vidas. A população tem buscado tratamento viável economicamente e eficiente, na flora da região do semiárido, no que diz respeito ao tratamento das mais diversas doenças. Ao longo das décadas, a interação entre conhecimento popular com a medicina, tendeu a aumentar, uma vez que as plantas fitoterápicas utilizadas pelas pessoas nos tratamentos chamam a atenção da ciência. Os estudos dessas substâncias e os princípios ativos, têm ajudado na descoberta de novos tratamentos de doenças e no diagnóstico de outras enfermidades ainda desconhecidas.

De acordo com Nascimento et al. (2005) o mercado de produtos fitoterápicos continua em expansão no mundo inteiro. No Brasil a venda de fitomedicamentos atingiu, em 2001, US\$ 270 milhões, representando 5,9% do mercado de medicamentos (CALIXTO, 2003). Segundo Souza (2003) o uso de plantas medicinais pela humanidade é tão antigo quanto a origem das civilizações, descrito em todas as populações e grupos étnicos. No início dos tempos a fitoterapia representava a principal forma terapêutica conhecida. Os primeiros relatos escritos e dos quais se tem conhecimento sobre a ação medicinal de plantas são dotados de antes de Cristo. Existem registros de uso de plantas medicinais na antiga China, nos anos 3000 a.C., quando várias plantas são mencionadas, entre elas o ópio, extraído da papoula e empregado como narcótico e o ginseng que, representa propriedades contra reumatismo, problemas respiratórios e digestivos, entre outras.

Recentemente, as plantas medicinais, consideradas medicamentos de segunda categoria, ressurgem, devido às comprovações de ações farmacológicas relevantes e de uma excelente relação custo-benefício. Com base na evolução da história do uso de plantas medicinais e aromáticas, a Organização Mundial de Saúde (OMS), passou a reconhecer, em 1978, a fitoterapia como terapia alternativa de eficácia comprovada com finalidade profilática, curativa, paliativa ou para fins de diagnóstico.

A fitoterapia, portanto, constitui uma forma de terapia alternativa medicinal para a população carente da região do semiárido uma vez que o preço de plantas medicinais na região se torna mais acessível que os fármacos sintéticos. Diante de uma flora tão rica em plantas com potencial fitoterápico, se torna essencial o desenvolvimento de novas

tecnologias que propiciem a produção de fitoterápicos de plantas comumente utilizadas como tratamento pela população e de comprovado poder curativo em relação a alguns tipos de doenças propiciando, assim, maior acesso aos medicamentos pela população de baixa renda, além de estimular o desenvolvimento da região quanto à produção e comercialização legal dos produtos fabricados.

De acordo com a Farmacopeia Brasileira (1988) extratos secos são preparações sólidas, pulverulentas ou granuladas, obtidas por evaporação de extratos de plantas medicinais, adicionadas ou não de adjuvantes, apresentando o teor de substâncias ativas, indicado na respectiva monografia. De acordo com Silva et al. (2012) extrato seco é considerado tecnologicamente viável para fins de produção em larga escala devido à estabilidade física, química e microbiológica, além da facilidade de padronização dos princípios ativos. Na indústria farmacêutica de fitoterápicos o extrato seco é aplicado na preparação de comprimidos, cápsulas, granulados, pomadas e outras formas farmacêuticas, como produto intermediário; entre outras vantagens apresentam maior estabilidade e distribuição granulométrica dos constituintes da preparação.

Almeida et al. (2010) relatam, em sua revisão química e farmacológica, que o cumaru (*Amburana cearensis* A. C. Smith) é uma planta arbórea, popularmente conhecida, no Nordeste brasileiro, como “umburana-de-cheiro”, “imburana-de-cheiro”, “cumaru” e “cumaru-do-Ceará”, tendo sua ocorrência desde a região Nordeste até o Brasil central, predominantemente em regiões de caatinga e na floresta pluvial de Minas Gerais, no Vale do Rio Doce, exercendo importante papel no bioma da caatinga nordestina. Outros nomes populares são “cumaru de cheiro”, “imburana”, “cumaré” e “amburana”, tendo ainda como sinonímia científica *Torresea cearensis* Allemão.

Canuto & Silveira (2006) relatam, em seus estudos de constituintes químicos da casca do caule de cumaru, atividades anti-inflamatória, broncodilatadora e analgésica para o extrato hidroalcoólico, tendo sido possível atribuir, ainda os efeitos observados à cumarina e à fração flavonoídica.

Ante o exposto, objetivou-se com o trabalho extrair extrato seco fitoterápico do cumaru por meio do processo de secagem em leito de jorro e caracterizá-lo quanto aos seus princípios ativos, no tocante a importância da temática e da necessidade de se estudar o processo de secagem em secador de leito de jorro.

E como objetivos específicos:

1. Caracterizar a casca do cumaru em relação ao teor de água
2. Caracterizar o material inerte (partículas de poliestireno)
3. Obter o extrato hidroalcoólico e, posteriormente, a suspensão concentrada
4. Caracterizar o extrato líquido quanto à perda por dessecação, ao teor de extrativos e ao teor de princípio ativo
5. Secar e avaliar a eficiência do processo de secagem em leito de jorro
6. Caracterizar o extrato seco: determinar o teor de água residual, flavonoides, alcaloides e taninos (Especto-UV Visível), morfologia da partícula (análise das partículas por microscopia eletrônica de varredura - MEV), densidade bruta e de compactação, fator de Haunser e índice de compressibilidade
7. Avaliar os constituintes químicos em função do processo de secagem
8. Analisar, estatisticamente, o processo de secagem com relação à taxa de recuperação do produto, taxa de acúmulo nas partículas, teor de água residual, taxa de evaporação e taxa de elutriação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Aspectos morfofisiológicos da *Amburana cearensis* A. C. Smith

Botanicamente, a família Leguminosae, também denominada Fabaceae, é caracterizada pelo fruto na forma de vagem, composta por cerca de 740 gêneros inseridos em três subfamílias, facilmente distinguíveis por caracteres vegetativos:

- Mimosoideae: apresenta folhas bipinadas e glândulas, suas flores são actinomórficas;
- Caesalpinoideae: apresenta folhas paripinadas, sem glândulas; suas flores são variáveis;
- Papilionoideae: apresenta folhas imparipinadas e flores zigomórficas (CANUTO, 2007).

Ribeiro et al. (1999) relatam, em seus estudos de identificação das plantas vasculares de uma floresta de terra-firme na Amazônia Central, que a Leguminosae Papilionoideae é a mais numerosa das subfamílias, detendo aproximadamente 500 gêneros e mais de 10.000 espécies divididas em 31 tribos, cujos representantes estão distribuídos em todo o globo terrestre, principalmente nos trópicos americanos e africanos. As espécies apresentam folhas compostas, alternas, raramente opostas (somente Platymiscium e Taralea), com um pulvino na base do pecíolo e um pulvínulo para cada folíolo. A inflorescência pode ser racemo ou panícula, normalmente portando brácteas e bractéolas; as flores são bissexuais, zigomórficas, com cinco sépalas unidas. Barroso (1991) relata, caracterizando a sistemática de angiospermas do Brasil haver pétala superior chamada estandarte ou vexilo, a qual pode ser oblongo, reniforme ou orbicular; as pétalas laterais são denominadas alas e as inferiores são as carenas.

Canuto (2007) descreve, em seus estudos referentes aos aspectos químicos do estudo interdisciplinar (química-agronomia-farmacologia) de *A. cearensis* A.C. Smith que, as flores típicas são de cor lilás e bem vistosas à luz ultravioleta; são providas de néctar e pólen, como recompensa para os visitantes. Há um só carpelo, o ovário é súpero, podendo haver mais de um óvulo. Por se tratar de uma leguminosa, o fruto é uma vagem com uma ou mais sementes, podendo ser deiscente ou não; a superfície pode ser glabra ou pubescente, até urticante; o fruto pode ser espesso ou achatado, seco ou carnososendo, às vezes, alado.

Ribeiro et al. (1999) enfatizam, em seus estudos, que as sementes e frutos de muitos gêneros são fontes nutricionais ricas em carboidratos, proteínas e vitaminas, como é caso do feijão, da soja e da ervilha. As madeiras de espécies de *Dipteryx*, *Hymenolobium* e *Dalbergia* são empregadas na construção civil e na marcenaria.

Amburana cearensis A. C. Smith (Fabaceae) conhecida popularmente por cumaru ou imburana-de-cheiro, é uma árvore de importância econômica, típica do sertão nordestino, onde é amplamente empregada em carpintaria, perfumaria e para fins farmacêuticos (CANUTO & SILVEIRA, 2010).

Amburana cearensis apresenta porte regular, podendo atingir até 10 m de altura nas regiões de caatinga e até 20 m na zona da mata. A planta jovem tem suas folhas compostas, pinadas, com 5 a 9 pinas, alternas, longo pecioladas, imparipinadas e, raras vezes, paripinadas na mesma muda. O pecíolo é de coloração verde, piloso, com pulvino. Os folíolos são curto peciolados, elípticos, com base obtusa e ápice agudo, margem inteira, nervação penínervia evidente na face abaxial, ao contrário da adaxial e apresentam pelos simples. Os cotilédones, quando caem, deixam cicatriz no caule. Seu tronco é revestido por uma casca castanho escuro e está ameaçada de extinção devido ao uso predatório de sua madeira (ALMEIDA et al., 2010).

A.



B.

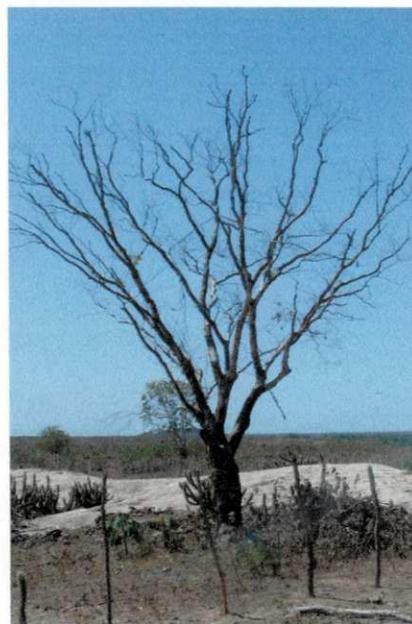


Figura 2.1. Espécie adulta da silvestre de *A. cearensis*: estação chuvosa (A) e período de estiagem (B). Fonte: Canuto (2007)

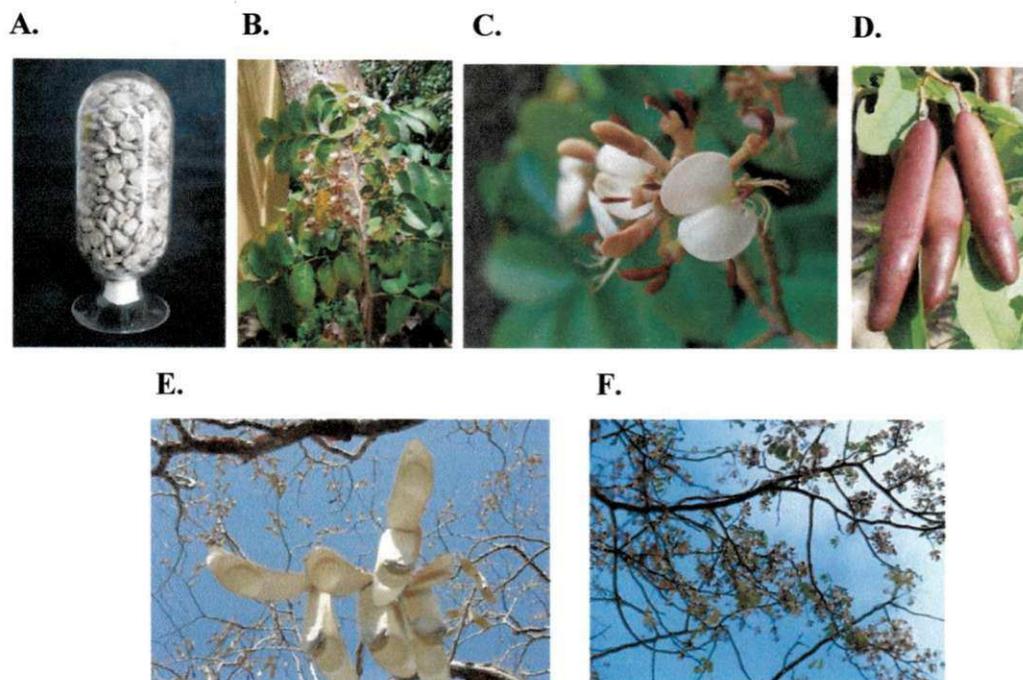


Figura 2.2 - Diferentes partes de *A. cearensis*: (A) sementes, (B e C) flores, (D e E) frutos, (F) galhos. Fonte: Canuto (2007)

De acordo com Carvalho (1994), o taxon *Amburana* é formado por apenas duas espécies, *A. acreana* Ducke e *A. cearensis* A.C. Smith, as quais possuem grande importância econômica e medicinal enquanto a primeira espécie se apresenta na forma arbórescente de alto fuste, ocorrendo em matas altas e fechadas, *A. cearensis* assume a forma arbustiva de fuste curto, predominando em formações vegetais tropicais a subtropicais secas.

Nativa do sertão nordestino, *A. cearensis* é encontrada ainda nos estados de Minas Gerais, Espírito Santo, Tocantins e na Região Centro-Oeste; contudo, a outra espécie do gênero, *A. acreana*, tem sua distribuição restrita ao sudoeste da floresta amazônica (Rondônia, Acre e Amazonas). Há registros de sua ocorrência em outros países: Argentina (norte), Bolívia (sul), Paraguai e Peru (nordeste) (LORENZI, 2009; LEITE, 2005). Está apresentado, na Figura 2.3, o mapa de distribuição da espécie na América do Sul.

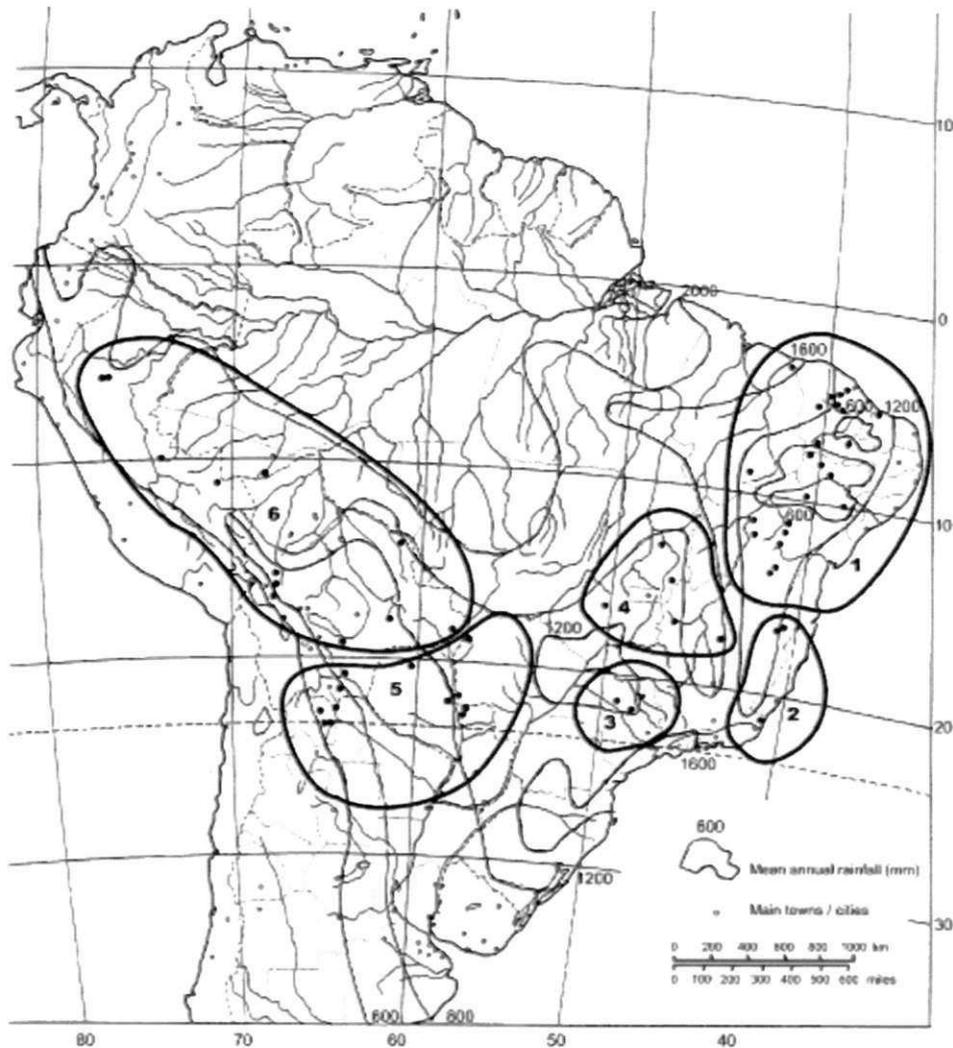


Figura 2.3 - Mapa de distribuição de espécimes de *A. cearensis* na América do Sul: 1. Nordeste (BRA); 2. Sudeste (BRA); 3 e 4. Centro-Sul (BRA); 5. Oeste (BRA, ARG e PAR) e 6. Oeste (BRA, BOL e PER). Fonte: Leite (2005)

Conforme Carvalho (1994) a *A. cearensis* recebe diferentes designações populares em diversas localidades: ambaurana (SP), baru (SE), cumaru-do-ceará, cumaru-das-caatingas (MG), imburana-de-cheiro (CE, BA, PE, RN e SE), louro-ingá, umburana (BA, RN), angelim (MS), cerejeira-rajada, cumaré (CE, BA, PE, RN e PB), roble criollo (ARG), tumi (BOL) e palo trébol (PAR).

No Nordeste o período de floração de *A. cearensis* ocorre no início da estação seca, entre maio e julho e a frutificação se dá de agosto a outubro, após a perda de suas folhas (MAIA, 2004). A floração e a frutificação são observadas após 10 anos de plantio. No Brasil, os espécimes são encontrados numa faixa de altitude entre 20-800 m, em regiões nas quais o índice pluviométrico e a temperatura média anual podem

variando de 500-1700 mm e 19-29 °C, respectivamente. Mesmo sendo uma espécie heliófila, *A. cearensis* cresce favoravelmente em níveis de sombra acima de 56%, em sua fase inicial de desenvolvimento (CARVALHO, 1994).

Segundo Pio-Corrêa (1984), geralmente *A. cearensis* é confundida com a espécie *Dipteryx odorata* devido à denominação popular comum cumaru, além de ser equivocadamente classificada como pertencente aos gêneros *Pterodon* ou *Stryphnodendron*; entretanto, o termo imburana costuma provocar equívocos iguais na identificação, por se referir também à *Commiphora leptophloeos* (Burseraceae), conhecida comumente como imburana-de-espinho (MAIA, 2004).

A.



B.



Figura 2.4 - *Dipteryx odorata* (A) e *Commiphora leptophloeos* (B). Fonte: Maia (2004)

2.2. Processo de secagem para a obtenção de extratos secos vegetais

A secagem das plantas aromáticas e medicinais visa minimizar a perda de princípios ativos e retardar sua deterioração, em decorrência da redução da atividade enzimática, permitindo a conservação das plantas por um período maior para sua posterior comercialização e uso (COSTA et al., 2005). Pesquisas recentes sobre secagem de plantas medicinais têm sido direcionadas para o estudo dos seguintes parâmetros: a) temperatura e velocidade do ar de secagem; b) umidade relativa do ar

dentro e fora do sistema de secagem; c) temperatura do material; e d) pressão estática em função da altura da camada do produto (SOARES et al., 2007). Braga et al. (2007), relatam, em seus estudos, que poucas são as informações existentes sobre procedimentos de cultivo e procedimentos de pós-colheita em plantas medicinais.

Dentre tais procedimentos inclui-se o processo de secagem, que pode alterar a qualidade da espécie vegetal, pois a presença de quantidade excessiva de água em drogas vegetais propicia o desenvolvimento de fungos, bactérias, insetos e pode, também, acarretar em hidrólise de constituintes químicos. Assim, a alta sensibilidade do princípio biologicamente ativo e sua preservação no produto final constituem problema na secagem de plantas medicinais. Soares et al. (2007) relatam, também em seus estudos, que o processo de secagem em estufa de ventilação forçada, na temperatura de 45°C, foi eficaz, proporcionando folhas com teor de 11,47% de umidade, estando assim, dentro da faixa de limite estabelecido pela Farmacopeia Brasileira (1988).

Atualmente, as substâncias vegetais na indústria farmacêutica, são empregadas como matéria-prima para extração de princípios ativos ou precursores e, principalmente, para a produção de tinturas, xaropes, chás, extratos fluidos e secos. Por definição extrato vegetal é um composto ou mistura de compostos obtidos de plantas frescas ou secas, ou partes de plantas: folhas, flores, sementes, raízes ou cascas, por diferentes processos de extração. Caracteristicamente, os constituintes ativos são obtidos em conjunto com outros materiais presentes na massa vegetal (SOUZA, 2003).

Ao se trabalhar com produtos naturais a extração dos princípios ativos da massa vegetal vem a ser uma etapa crucial para a obtenção de um produto final com elevados teores de substâncias ativas. A escolha do método extrativo e do solvente ou mistura de solventes adequados, deve seguir critérios rígidos visando a uma metodologia eficiente e de baixo custo de operação (SOUZA, 2003). Segundo recomendações da Farmacopeia Brasileira, a maioria das soluções extrativas de plantas medicinais, como as tinturas, a maioria é obtida a partir de material vegetal seco, sendo uma minoria obtida pelo uso de planta fresca (FARMACOPÉIA BRASILEIRA, 1988).

Moreira et al. (2008), utilizaram as frações obtidas de *Cymbopogon nardus* na extração com álcool etílico para isolar substâncias da espécie em estudo, seguida de filtração e eliminação do solvente em evaporador rotativo, por 4 h, aproximadamente, na temperatura de 30 °C. Souza et al. (2009), utilizaram em tratamento crônico com extrato alcoólico de *Pterogyne nitens* a extração com álcool etílico a fim de isolar constituintes para testar a eficácia da espécie em questão contra a diabete. Costa et al.

(2004) avaliando ações citotóxicas de extratos brutos de *Lippia alba* (Mill.) N.E. Brown (Verbenaceae) se utilizaram de diversas metodologias de extração (hexano, clorofórmio, acetona, etanol, metanol e água).

Venskutonis (1997) relata em efeito da secagem sobre os componentes voláteis de tomilho (*Thymus vulgaris* L.) e sálvia (*Salvia officinalis* L.) em seus estudos, que o efeito da secagem em estufa com temperatura de 30°C e secagem a frio (-50 °C) no conteúdo total de compostos voláteis isolados por SDE (extração e destilação por solvente) foi significativa; as perdas com o emprego da temperatura do ar de secagem a 60 °C foram de 43 e 31% para tomilho (*Thymus vulgaris* L.) e salvia (*Salvia officinalis* L.) respectivamente.

Os extratos vegetais secos são fórmulas farmacêuticas sólida, além de preparações obtidas pela eliminação total da fase líquida, através da operação de secagem em pressão atmosférica ou reduzida, por liofilização ou, ainda, pela incorporação de solução extrativa à matriz sólida e posterior secagem. Devem apresentar uma umidade residual máxima de 5% (ROCHA, 2006).

Das técnicas de secagem empregadas com sucesso na preparação de extratos secos se encontram a nebulização ou *spray-dryer* (MASTER, 1979; BASSANI, 1990; BROADHED et al., 1992) e a secagem por leito de jorro (PAGLIARUSSI, 1999; CORDEIRO, 2000; RUNHA et al., 2001).

2.3. Aspectos do processo de leito de jorro

O leito de jorro foi criado por Mathur & Gishler no século passado, como alternativa de secagem eficiente e economicamente viável. A técnica é aplicada na secagem de materiais granulares, pastas e suspensões, granulação e recobrimento de partículas envolvendo contato entre um fluido e partículas sólidas (ALSINA et al., 1996).

Mathur & Epstein (1974) relatam, em seus trabalhos, que a grande variedade de processos industriais aplicados na secagem de pastas e/ou extratos se deve ao fato do sistema promover, através de movimentos cíclicos, um efetivo contato entre o fluido e o sólido, caracterizando-se por três regiões distintas: núcleo central (região de jorro), anulo periférico (região anular) e zona acima do anulo periférico (fonte), conforme a Figura 2.5.

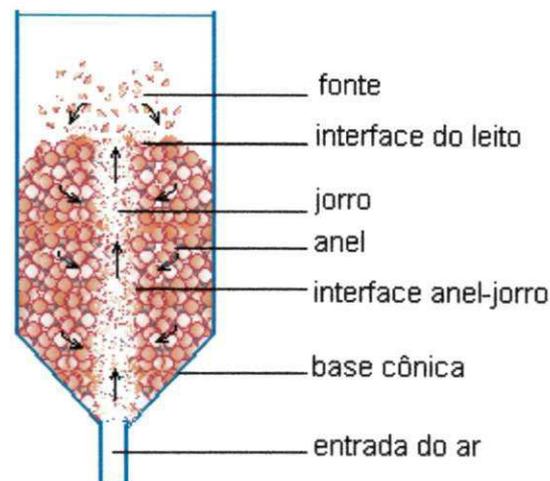


Figura 2.5. Diagrama esquemático do leito de jorro convencional. Fonte: Rocha (2006)

O leito de jorro com partículas inertes apresenta-se como alternativa interessante porque, aliado às suas conhecidas características de altas taxas de transferência de calor e massa, permite que se obtenha um produto com granulometria fina e uniforme, com tempos de contato curtos, o que contribui para a qualidade do produto (ROCHA et al., 2008).

Várias pesquisas têm evidenciado que a utilização do secador tipo leito de jorro tem sido difundida devido às suas características, tais como: alta taxa de circulação de partículas inertes, bons coeficientes de transferência de calor e massa e a uniformidade da temperatura no leito, o que propicia principalmente a utilização dessa técnica na secagem de pasta a suspensão de materiais termossensíveis (MELO et al., 2010; SOUZA, 2003).

Na Figura 2.6 tem-se o esquema do secador de leito de jorro utilizado para secagem de suspensão.

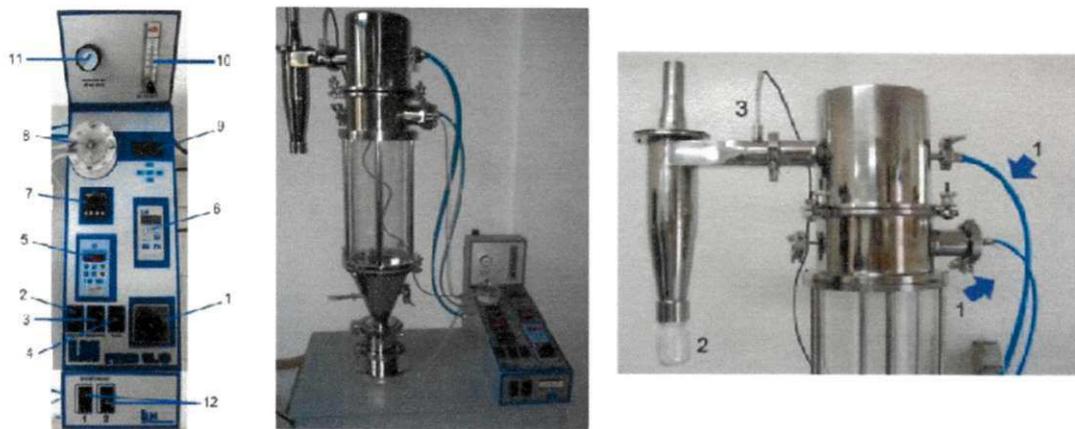


Figura 2.6. Secador de leito de jorro do Laboratório de Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas (LAPPA)

De acordo com Rocha (2006) o leito é constituído de uma base cônica de acrílico, com ângulo interno de 60° , acoplada a uma coluna cilíndrica também em acrílico, com diâmetro interno de 15 e 45 cm de altura. O diâmetro do orifício de entrada é de 3,0 cm. Tem-se, a seguir, como funciona o sistema em questão.

O ar de secagem é fornecido ao sistema por um soprador aquecido por um conjunto de resistências. A vazão do ar na entrada é medida por um rotâmetro e controlada por uma válvula. A pressão dentro do leito é medida por um manômetro diferencial em U. A suspensão de recobrimento é transportada por uma bomba peristáltica até o bico atomizador de duplo fluido e uma linha de ar comprimido fornece ar ao bico atomizador sendo a pressão do ar medida por um manômetro de Bourdon e a vazão controlada por uma válvula (ROCHA, 2006).

Segundo Rocha (2006) o movimento do sólido depende muito da razão do comprimento cone-cilindro. Em leitos com pequenos ângulos do cone o fluxo tem forma muito semelhante à da fluidização. O leito de jorro convencional apresenta algumas limitações, entre elas:

1. Elevada perda de carga antes de atingir o jorro estável;
2. Dimensões geométricas limitadas para uma operação eficiente;
3. Fluxo de gás limitado mais pelas exigências de estabilidade do jorro que pelas necessidades de transferência de calor e massa;
4. Faixa operacional limitada;

5. Capacidade limitada por unidade de espaço (devido aos limites sobre as dimensões do secador e à altura máxima de carga capaz de manter o jorro estável);
6. Dificuldade de mudança de escala.

Do ponto de vista da fluidodinâmica, os principais parâmetros relacionados ao projeto de leitos de jorro são: a velocidade de jorro mínimo, U_{jm} ; a queda de pressão máxima, ΔP_M ; a queda de pressão de jorro estável, ΔP_j . Esses parâmetros são obtidos por meio da curva característica do equipamento; na Figura 2.7 se encontra uma curva típica característica da queda de pressão em função da vazão do ar. Duas diferentes etapas são mostradas nesta figura: o desenvolvimento do jorro, com incremento da vazão de gás, indicado pela curva de linha contínua, e o processo inverso, com redução da vazão de gás, representado pela curva pontilhada. Os pontos de interesse desta curva são a velocidade de jorro mínimo, U_{jm} , a queda de pressão máxima, ΔP_M , e a queda de pressão de jorro estável, ΔP_j pois, a partir delas, se determinam a menor vazão de gás que propicia o fenômeno de jorro, a potência máxima a ser fornecida pelo soprador e a potência consumida durante a operação (SOUZA, 2003).

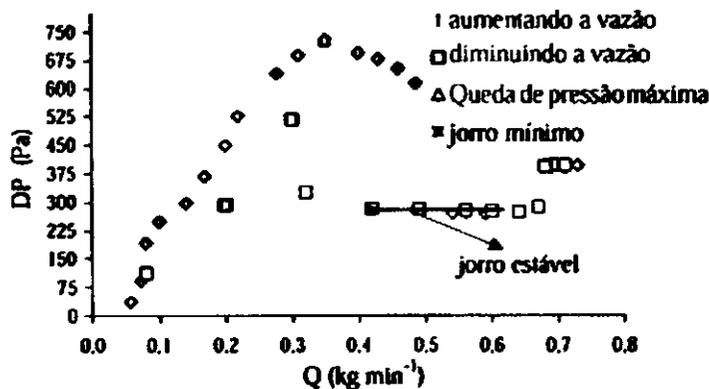


Figura 2.7. Queda de pressão, em função da vazão para leito de jorro com, carga de brócolos de 0,9 kg. Fonte: Almeida & Rocha (2002)

A velocidade de jorro mínimo (U_{jm}) foi definida por Mathur & Epstein (1974) como sendo a menor velocidade para que o jorro exista. Este parâmetro depende das propriedades físicas do fluido e das partículas, e também da geometria do leito. A

velocidade de jorro mínimo aumenta em leitos cônicos com o aumento da altura do leito e com diminuição do diâmetro da coluna cilíndrica. O diâmetro do orifício de entrada de ar não tem grande efeito na velocidade de jorro mínimo (CUNHA, 2008; ROCHA, 2006).

Segundo Cunha (2008) a queda de pressão máxima é um parâmetro importante para o projeto de leitos de jorro, pois pode ser usada, por exemplo, no cálculo da potência do soprador, necessária para atingir o regime de jorro estabelecido. A ocorrência do pico de queda de pressão máxima, na curva característica do leito, antecede o início do jorro podendo, entretanto, ser atribuído como a energia requerida pelo fluxo de gás para romper a estrutura do leito compactado, formando um jorro interno.

2.4. Extração de princípios ativos naturais

As plantas apresentam diversas vias metabólicas secundárias que levam à formação de compostos e, cuja distribuição é restrita a algumas famílias, gêneros ou mesmo espécies. O conjunto de compostos secundários nas plantas é resultado do balanço entre a formação e a eliminação desses compostos durante o crescimento da planta, sendo que este equilíbrio é influenciado por fatores genéticos (fixos) e ambientais como luz, temperatura, tipo de solo e água, entre outros, que são variáveis (FRANCO, 1999).

A etapa de extração dos princípios ativos da massa vegetal é um procedimento muito importante e crucial na obtenção de um produto final de qualidade e com elevados teores de substâncias ativas. O método extrativo e o solvente utilizado têm papel fundamental para obter uma metodologia eficiente e a custo operacional relativamente baixo. Pachú (2007) define extração como método conveniente para retirar substâncias de órgãos ou de matrizes onde são originadas e localizadas, e relata a respeito do fator solubilidade e afinidade das substâncias para com os solventes.

Vinatoru (2001) relata, em uma visão geral da extração ultrassom de princípios bioativos assistida a partir de ervas, em suas pesquisas, que o tecido vegetal é constituído de células envoltas por paredes rígidas. Os mecanismos de extração envolvem dois tipos de fenômeno físico: a difusão direta pelas paredes celulares, e o extravasamento do conteúdo celular devido à ruptura da parede celular. Reduzindo o

tamanho das partículas vegetais pode-se aumentar o número de células diretamente expostas ao solvente de extração.

Souza (2003) em estudo comparativo da produção de extrato seco de *Bauhinia forficata* Link pelos processos *spray-dryer* e leite de jorro, colocou a planta seca e triturada em contato com as soluções extrativas para extração dos princípios ativos utilizando, em seguida, um sistema de extração composto de um agitador magnético, um extrator encamisado e um banho de aquecimento com temperatura controlada (30, 50 e 70 °C); Canuto (2007) utilizou etanol em aparelho Soxhlet para extração dos princípios ativos; Pachú (2007) obteve, em processamento de plantas medicinais para obtenção de extratos secos e líquidos em seus estudos o extrato bruto pelo método de maceração em álcool etílico a 70%, mediante evaporação do solvente em temperatura de 60 °C em estufa com circulação de ar.

O isolamento dos metabólitos especiais de plantas constitui um trabalho de pesquisa que pode levar a produtos de relevância para a farmacologia, para a agricultura e para a quimiotaxonomia. Exemplos bem conhecidos são digitoxina, morfina, colchicina, os alcaloides de *Catharanthus roseus*, vincristina e vimblastina, os ginkgolídeos e o taxol. Por outro lado, drogas naturais têm servido como protótipos úteis para a síntese de outros medicamentos: a morfina se transformou em hidromorfona, ácido lisérgico convertido em metilsergido, isto é, cocaína rendeu procaína, salicina foi transformada em ácido acetilsalicílico, só para citar alguns (ARAGÃO, 2002).

Na literatura são relatadas inúmeras técnicas de extração de princípios ativos em plantas, dentre elas: maceração, percolação, decocção, infusão, extração contínua de plantas usando o extrator de Soxhlet, extração por arraste com vapor d'água, capacetes de pressão, extração com ondas ultrassônicas, Extração com micro-ondas e Extração com fluidos supercríticos, porém no presente estudo foi utilizado a técnica de maceração.

Segundo Vinatoru (2001) a maceração explora o fenômeno de difusão do solvente através do tecido vegetal. Neste procedimento, o material botânico deve ser dividido em pequenos fragmentos e, às vezes, pulverizado, de modo a provocar um aumento considerável da área oferecida à ação do solvente extratante, que deve ser deixado em contato com o material vegetal por determinado tempo. É conveniente lembrar que nem sempre a pulverização muito fina é viável, já que há risco da formação de uma massa compacta, prejudicando a difusão do solvente. Em suas modalidades, a

maceração pode ser estática ou dinâmica; no primeiro caso, o contato do solvente com os fragmentos da planta é feito por um tempo estabelecido e em repouso; no caso da maceração dinâmica, a mistura em extração é mantida sob agitação por tempo determinado.

Para a produção de um fitoterápico é preciso seguir procedimentos e etapas de processamento devidamente estabelecidos, a fim de transformá-lo em um produto de qualidade. Rocha (2006) relata, em seus estudos, as operações básicas para transformação de plantas medicinais em formas farmacêuticas, classificando-as em: Tratamentos preliminares, extração, purificação, concentração e secagem. Simões et al. (2003) propuseram, em sua obra *Farmacognosia: da planta ao medicamento*, um esquema para o processamento de plantas medicinais (Figura 2.8).

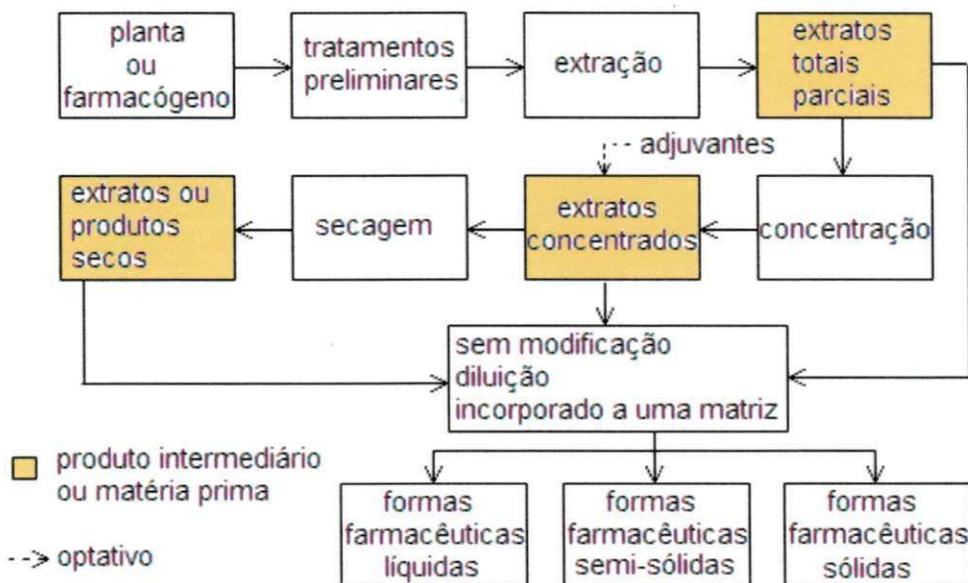


Figura 2.8. Esquema geral de preparação de formas farmacêuticas derivadas de plantas medicinais. Fonte: Simões et al. (2003)

2.5. Atividade medicinal

Almeida et al. (2010) dizem que, a “umburana-de-cheiro” tem extenso uso na medicina popular, principalmente no tratamento de doenças como dor de barriga, reumatismo, tosse, bronquite e asma. As cascas do caule e as sementes são empregadas na medicina caseira em várias regiões do país, sobretudo no Nordeste, onde são utilizadas na forma de lambedor ou chá, no tratamento de resfriados, bronquites, gripes e asma. A casca do caule na forma de banho é empregada contra dores reumáticas

enquanto as sementes são utilizadas no alívio sintomático da dor de dente. As cascas do caule são indicadas também como analgésicas e espasmolítico. As sementes são utilizadas na forma de decocto e infuso contra espasmos musculares (antiespasmódicas), como emenagogas e para o tratamento de doenças reumáticas. Na região do Vale do São Francisco, nos municípios de Petrolina, PE, e Juazeiro, BA, as sementes são indicadas popularmente como anti-inflamatórias, antidiarréicas e analgésicas e o decocto da entrecasca no tratamento do reumatismo e da artrose.

A casca do caule, indicada para o tratamento de afecções respiratórias, é largamente utilizada na medicina popular no preparo de uma formulação caseira, chamada “lambedor” e também na produção industrial do fitoterápico “xarope de cumaru” como demonstrado na Figura 2.9 (CANUTO & SILVEIRA, 2010).



Figura 2.9. Formas exploradas comercialmente de *A. cearensis*, com fins medicinais: casca (à esquerda) e xarope (à direita). Fonte: Canuto (2007)

Além da aplicação para o tratamento de afecções respiratórias, pesquisas recentes apontam o cumaru como candidato a fármaco útil no tratamento do mal de Alzheimer. Viegas Júnior et al. (2004) constataram, que o extrato de *A. cearensis* por meio do trabalho de triagem continha substâncias inibidoras da acetilcolinesterase (AChE), inibindo de 65-100% da atividade enzimática, em ambos os bioensaios. Trevisan & Macedo (2003) concluíram, que plantas com atividade anticolinesterase para o tratamento da doença de Alzheimer, no ensaio de microplaca, que o extrato de cumaru, numa concentração de 2,3 mg/mL, inibiu a enzima em 100%. Os avanços obtidos na compreensão da evolução e das razões moleculares da gênese de doença de Alzheimer (DA) têm demonstrado que o uso de inibidores de AChE deve ser a forma mais eficiente de controle da evolução da doença comprovando, assim, o potencial da espécie para um tratamento alternativo e viável economicamente para a população carente.

2.6. Importância do tema

Nos países em desenvolvimento e nos mais desenvolvidos, os apelos da mídia para o consumo de produtos à base de fontes naturais, aumentam a cada dia. Os ervanários prometem saúde e vida longa, com base no argumento de que as plantas usadas há milênios são seguras para a população (VEIGA JÚNIOR & PINTO, 2005).

Segundo Gomes et al. (2007) a utilização de plantas medicinais pelo homem é relatada desde a pré-história. Na caatinga nordestina essas plantas são amplamente utilizadas na medicina popular pelas comunidades locais. Essas comunidades possuem uma vasta farmacopeia natural, boa parte proveniente dos recursos vegetais encontrados nos ambientes naturais ocupados por essas populações ou cultivados em ambientes de cultivo antrópico. Na medicina natural existem premissas importantes, como o reconhecimento dos locais de aquisição, parte utilizada das plantas e principalmente o modo de preparo das espécies nativas, resgatando as técnicas terapêuticas amplamente utilizadas no passado; desta vez, preocupando-se em registrar o modo informal de aplicação dos saberes para valorização da medicina popular.

A avaliação do potencial terapêutico de plantas medicinais e de alguns de seus constituintes, tais como flavonoides, alcaloides, triterpenos, sesquiterpenos, taninos, lignanas etc, tem sido objeto de incessantes estudos, nas quais já foram comprovadas as ações farmacológicas, através de testes pré-clínicos com animais. Entre os diversos exemplos de substâncias oriundas de plantas e de importância atualmente, pode-se mencionar a forskolina, obtida de *Coleus* efeitos contra hipertensão, glaucoma, asma e certos tumores, a artemisinina, presente em *Artemisia annua*, que exerce potente atividade antimalárica, e o diterpeno anticancerígeno taxol, isolado de plantas do gênero *Taxus* que, após sua síntese em escala industrial, já se encontra disponível no mercado farmacêutico, constituindo-se numa grande esperança para pessoas portadoras de câncer nos ovários e pulmões (CECHINEL & YUNES, 1998).

2.7. Aspectos químicos de *A. cearensis*

O conhecimento fitoquímico de *A. cearensis* está praticamente restrito ao estudo dos constituintes químicos da casca do caule, em razão de esta parte ser utilizada medicinalmente, tendo revelado uma elevada presença de cumarina (1) (principal componente) e compostos fenólicos, sobretudo flavonoides como isocampferídio (2), o

flavonoide majoritário; campferol (3); quercetina (4); 4'-metoxi-fisetina (5); afrormosina (6); 7-hidroxi-8,4'-dimetoxi-isoflavona (7) e os biflavonóides amburanina A (8) e B (9); ácido protocatecuico (10) e ácido vanílico (11); glicosídeos fenólicos, como amburosídeo A (12) e B (13) e esteróides glicosilados b-sitosterol (14) e estigmasterol (15) (Silveira & Pessoa, 2005). A Figura 2.10 representa as substâncias citadas acima.

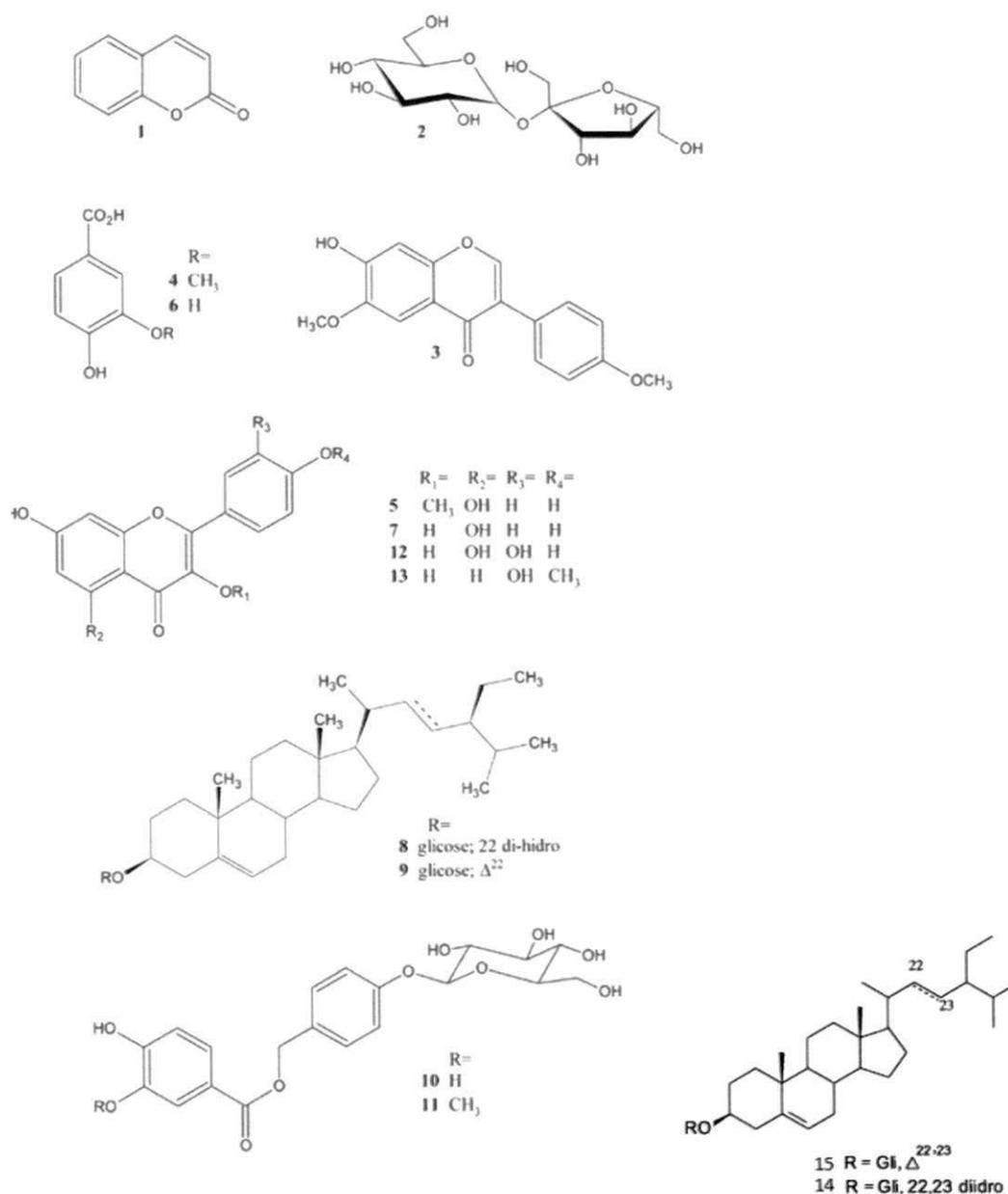


Figura 2.10. Constituintes químicos isolados de *A. cearenses*. Fonte: Silveira & Pessoa (2005)

3. MATERIAL

3.1. Desenvolvimento do trabalho

Os experimentos foram realizados no LAPP – Laboratório de Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas e no LBQ – Laboratório de Química de Biomassa, ambos pertencentes à Universidade Federal de Campina Grande.

3.2. Material

3.2.1. Matéria-prima vegetal

A matéria-prima vegetal, constituída de cascas de cumaru, foi coletada no município de Soledade, PB, na região do semiárido, numa altitude de 652 m acima do nível do mar, tendo como coordenadas de localização S: 06 ° 58' 37,3" e O: 36 ° 23' 27,8".

3.2.2. Reagentes, soluções e substâncias de referência

As substâncias químicas a seguir, referem-se aos reagentes que foram utilizados no desenvolvimento deste trabalho:

- Ácido clorídrico a 8%
- Vanilina a 4%
- Ácido metílico (metanol P.A.)
- Pirocatequina
- Ácido clorídrico
- Reagente de Dragendorff
- Nitrato de bismuto pentahidratado
- Iodeto de potássio
- Água destilada
- Ácido acético glacial
- Álcool etílico absoluto
- Sulfito de sódio
- Ácido nítrico concentrado

- Tiouréia
- Cloreto de alumínio
- Dióxido de silício coloidal – adjuvante de secagem

3.2.3. Aparelhos e equipamentos

- Secador leito de jorro da Labmaq modelo FBD 1.0
- Paquímetro digital Stanley
- Evaporador rotativo IKA HB 05.06 CN
- Banho termostático CETEC
- Balança analítica Shimadzu AUY 220
- Balança semi-analítica Marte AS 5000 C
- Dessecador com sílica gel
- Estufa de secagem e esterilização Fanem modelo 315 SE
- Espectrofotômetro Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis
- BOD incubadora Marconi modelo MA 415
- Termohigrômetro digital Minipa Indústria e Comércio Ltda MTH – 1362/MTH 1362w
- Termohigrômetro digital Equitherm modelo TH 439
- Microscópio de varredura da Shimadzu modelo SSX – 550
- Metalizador da Sanyu eléctron modelo SC – 701
- Estufa de circulação de ar forçado CETEC

3.2.4. Secador leito de jorro

Para realização do processo de secagem do extrato foi utilizado o secador em leito de jorro modelo FBD 1.0 da Marca LabMaq do Brasil, indicado para a secagem, granulação, mistura e revestimento com capacidade de 150 mL até 1 L (Figura 3.11).



Figura 3.11. Secador de leito de jorro utilizado no experimento

4. MÉTODOS

4.1. Secagem da casca

A secagem da casca foi realizada em estufa de circulação de ar forçado a 50°C. As determinações do teor de água foram calculadas em base seca e base úmida, de acordo com as Equações 1 e 2, respectivamente.

$$\%X_{bu} = \frac{P_{H_2O}}{P_t} \times 100 \quad (\text{base úmida}) \quad (1)$$

$$\%X_{bs} = \frac{P_{H_2O}}{P_{MS}} \times 100 \quad (\text{base seca}) \quad (2)$$

onde:

P_{H_2O} - peso da água eliminada, g

P_t - peso total, g

P_{MS} - peso da massa seca, g

4.2. Caracterização da matéria-prima vegetal

A matéria-prima foi caracterizada pela determinação da perda por dessecação, teor de extrativos e teor de princípio ativo (Espectrofotômetro UV-Visível) de acordo com Souza (2003).

4.2.1. Perda por dessecação

Amostras de 2,0 g da matéria-prima vegetal foram pesadas e transferidas para a placa de Petri, previamente taradas e colocadas em estufa a 102°C e pesadas até obtenção de massa constante. Os resultados de perda por dessecação foram expressos em porcentagem ponderal, por meio da média de três determinações (SOUZA, 2003).

4.2.2. Determinação do teor de extrativos

A amostra de 1 g de droga vegetal (base seca) foi pesada e aquecida em fervura com 100 g de água durante 10 min. Após o processo de resfriamento, o peso inicial foi reconstituído com água. A solução obtida foi filtrada, desprezando-se os 20 mL iniciais. Alíquotas de 20 g do filtrado foram pesadas e colocadas em placa de Petri, previamente taradas e mantidas em estufa a 102°C até atingirem massa constante. O teor de extrativos foi calculado pela média de três determinações, de acordo com a Equação 3 (SOUZA, 2003).

$$TE = \frac{500.m}{p} \quad (3)$$

em que:

TE - teor de extrativos, %

m - massa do resíduo seco, g

p - massa da droga em base seca, g

4.3. Maceração dinâmica

Visando à realização do processo de extração, foram utilizados, para cada ensaio de extração, 100 g de casca seca triturada com 600 g de álcool a 70% totalizando, no final de todo o processo de obtenção, 24,614 kg de cascas *in natura* de cumaru que, após secadas corresponderam a 13,845 kg e 83,073 kg de álcool a 70%. Para o preparo da solução extrativa hidroalcoólica, foram misturados cascas e álcool numa proporção de 1:6; em seguida, a solução extrativa foi mantida em agitação constante, a temperatura de 30 °C durante 2 h; logo após a solução foi filtrada a vácuo e em seguida concentrada em evaporador rotativo. Nas Figuras 4.12 e 4.13 se observa a metodologia extrativa da suspensão hidroalcoólica e a filtração a vácuo, respectivamente.

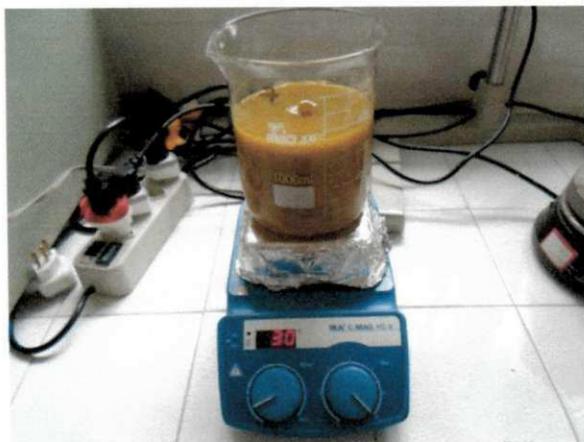


Figura 4.12. Extração da solução hidroalcoólica de cumaru



Figura 4.13. Filtração a vácuo da solução extrativa

4.3.1. Caracterização da solução extrativa

A solução extraída da planta medicinal foi caracterizada, quanto à densidade, teor de sólidos, teor de alcaloides e taninos, de acordo com a metodologia descrita nas Equações 4 e 5 e nos itens 4.3.2, 4.3.3 (SOUZA, 2003; MÜLLER, 2006; PRICE et al. 1980).

- Determinação da densidade (Farmacopeia Brasileira, 1988): foi determinada através de picnometria e a densidade da amostra foi calculada por meio da seguinte relação:

$$\rho = \frac{m_{se}}{m_{H_2O}} \times \rho_{H_2O} \quad (4)$$

em que:

ρ - densidade da solução extrativa, g/cm³

m_{se} - massa da solução extrativa contida no picnômetro, g

m_{H_2O} - massa de água destilada contida no picnômetro, g

ρ_{H_2O} - densidade da água, g/cm³

- Determinação do teor de sólidos: o teor de sólidos (%) foi determinado por meio do método de estufa a 102°C durante 24 h com base na seguinte relação:

$$C_s = \frac{\text{massa seca}}{\text{massa total adicionada}} \times 100 \quad (5)$$

4.3.2. Determinação de alcaloides

Uma alíquota de 5 mL do extrato obtido foi acidificado até pH 2,5 com HCl a 1N, distribuindo-se este volume em 4 tubos da centrífuga; posteriormente, adicionaram-se 2 mL do Reagente de Dragendorff, centrifugando-os a 2400 rpm por 30 min; período após o qual, o sobrenadante foi desprezado, tratando-se o resíduo com 1 mL de álcool etílico absoluto. Foram adicionados 2 mL de sulfito de sódio a 1%, centrifugando a 2400 rpm por 30 min. Desprezou-se o sobrenadante e se tratou o resíduo com 2 mL de ácido

nítrico concentrado. O precipitado foi transferido para um balão volumétrico de 50 mL, completando-se com água destilada; em seguida, foi pipetado 1 mL desta solução à qual se adicionaram 5 mL de tiureia a 3%. Um balão foi preparado para zerar o espectrofotômetro com solução branco = (ácido nítrico e tiureia) que, após 30 min, fez-se a leitura da solução de cada balão volumétrico em espectrofotômetro a 435 nm, obtendo-se a concentração de alcaloides a partir da curva padrão de alcaloide, sendo os resultados expressos em percentual. Na Figura 4.14 se encontra a curva padrão de alcaloides, utilizada para calcular, por meio da equação da reta, a quantidade da substância nas amostras.

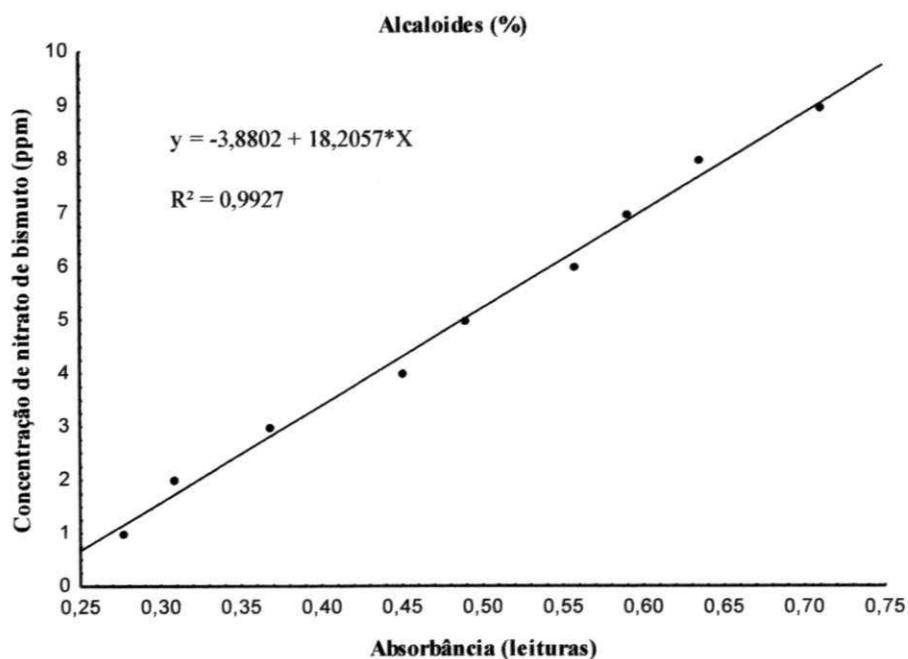


Figura 4.14. Curva padrão de alcaloide

Os resultados de alcaloides foram calculados pela Equação 6.

$$\text{mg Bi(NO}_3)_3/100\text{g} = \frac{X \cdot V_i \cdot 100}{a} \quad (6)$$

em que:

X - valor referente ao da equação da reta

V_i - volume utilizado após preparo da amostra, mL

a - amostra, g

4.3.3. Determinação de taninos

Os taninos foram analisados através de 1 g de extrato seco para todos os experimentos com 10 mL de metanol em agitação por 20 min e centrifugação a 4.000 rpm por 20 min; em seguida, foi realizada a reação colorimétrica, com solução de vanilina a 4% em metanol e 8% de HCl em metanol na proporção de 1:1 e com incubação a 30°C durante 20 min. A partir de 1 mL do sobrenadante e de 5 mL de solução de vanilina, realizou-se a leitura a 500 nm em espectrofotômetro obtendo-se, assim a concentração de taninos a partir da curva padrão de catequina, sendo os resultados expressos em percentual (PRICE et al., 1980). Na Figura 4.15 verifica-se, a curva padrão de taninos, que foi utilizada para calcular, por meio da equação da reta, a quantidade da substância nas amostras.

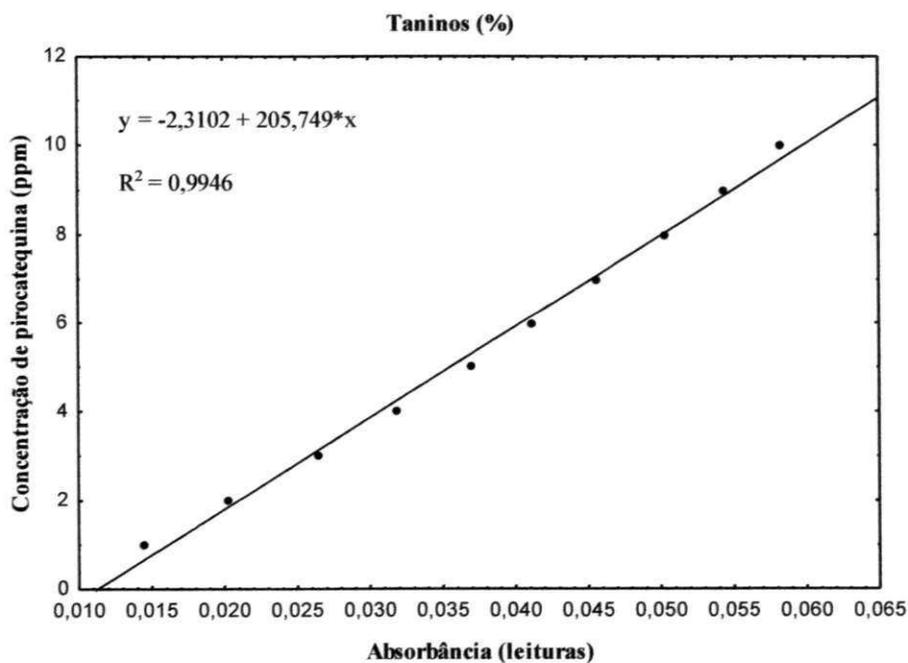


Figura 4.15. Curva padrão de taninos

O resultado de tanino foi calculado pela Equação 7.

$$\text{mg C}_6\text{H}_4-1,2-(\text{OH})_2/100\text{g} = \frac{X \cdot V_i \cdot 100}{a} \quad (7)$$

em que:

X - valor referente ao da equação da reta

V_i - volume sobrenadante da amostra, mL

a – amostra, g

4.4. Obtenção do extrato bruto

O solvente foi eliminado em evaporador rotativo, sob vácuo a temperatura máxima de 50°C, até o teor de sólidos de 9,8%. O extrato obtido foi conservado em incubadora BOD a 4 °C, e acondicionado em recipiente escuro. Este extrato foi alimentado no secador de leito de jorro para obtenção do extrato em pó. A caracterização do extrato assim obtido foi realizada de acordo com a metodologia descrita no item 4.3.1 e nos itens 4.3.2 e 4.3.3. Observa-se, na Figura 4.16, a etapa de concentração do extrato bruto.

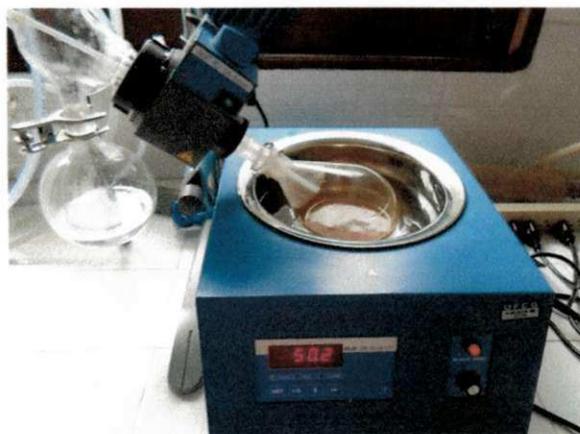


Figura 4.16. Obtenção do extrato concentrado em evaporador rotativo

4.5. Operação de secagem

4.5.1. Caracterização do material inerte

O material inerte (partículas de poliestireno) foi caracterizado pela determinação do diâmetro médio das partículas (d_p), área superficial (ρ_p), densidade (ρ_p) e

esfericidade (ϕ); as equações a seguir foram utilizadas nessas determinações (OLIVEIRA & FREIRE, 1996).

- Diâmetro médio volumétrico: definido como o diâmetro da esfera com volume igual ao do material inerte:

$$d_p = (6 \times V_p / \pi)^{1/3} \quad (8)$$

- Densidade do material inerte (por picnometria):

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} = \frac{\text{massa média das partículas inertes}}{\text{volume médio das partículas inertes}} \quad (9)$$

- Área superficial: definida como a área superficial média das partículas por unidade de massa.

$$AS = \frac{\text{área superficial das partículas inertes}}{\text{massa das partículas inertes}} \quad (10)$$

- Fator de forma: utilizou-se a esfericidade definida como a relação entre a área superficial da esfera que possui o mesmo volume que as partículas e a área superficial das partículas.

$$\phi = \left(\frac{\pi \times dp^2}{A_p} \right) = \frac{\text{área superficial da esfera equivalente}}{\text{área superficial das partículas inertes}} \quad (11)$$

4.5.2. Planejamento experimental

As variáveis estudadas neste trabalho, como a velocidade do ar de secagem, a temperatura do ar de secagem e a vazão de alimentação no bico atomizador, foram definidas de acordo com a velocidade de jorro mínimo. Para 1.500 g de partículas de poliestireno foi verificado uma velocidade de jorro mínimo de 30,9 m/s. Para determinar as velocidades do ar para as secagens, foram somados aproximadamente 15, 20 e 25% a velocidade de jorro mínimo, resultando em velocidades de trabalho de:

35,28; 36,6 e 37,93 m/s. Em relação à temperatura de secagem do ar, admitiram-se os seguintes valores: 70, 80 e 90 °C, a fim de se evitar alta degradação dos compostos químicos da planta medicinal. Em relação à vazão de alimentação no bico atomizador, foram admitidas as velocidades de suspensão de 4, 5 e 6 g/min, pois não teria como serem maiores por causa das limitações técnicas do secador leito de jorro. A pressão do bico atomizador se manteve constante num valor de 3 bar em todos os ensaios de secagem.

Foi utilizado o planejamento fatorial $2^3 + 3$ experimentos no ponto central totalizando 11 experimentos (Tabela 4.1).

Tabela 4.1. Níveis das variáveis: velocidade do ar de secagem, temperatura do ar de entrada e vazão de suspensão do bico atomizador

Níveis reais	Níveis codificados		
	-1	0	+1
V_{ar} (m/s)	35,28	36,60	37,93
T_{ar} (°C)	70	80	90
W_s (g/min)	4	5	6

As variáveis respostas obtidas nos experimentos de secagem foram: a taxa de recuperação do produto, a taxa de acúmulo nas partículas, o teor de água residual no extrato seco, a taxa de evaporação e a taxa de elutriação. Referente às propriedades físicas dos extratos secos, analisaram-se a densidade bruta, a densidade de compactação, a razão de Hausner, o índice de compressibilidade e o diâmetro médio das partículas de extrato seco.

4.5.3. Teste preliminar com o adjuvante de secagem

Pesou-se 0,5 g de extrato bruto concentrado (9,8% de sólidos) e, colocou-se em cinco placas de Petri cada, adicionando-se, em seguida, proporções de 0, 20, 40, 60, 80 e 100% de dióxido de silício sobre a quantidade de sólidos presentes no extrato. Posteriormente, todas as placas foram levadas à estufa de circulação de ar forçado na temperatura de 102 °C, por 24 h; passado este período, retiraram-se as placas e se observou o comportamento macroscópico dos sólidos em relação às proporções de dióxido de silício.

4.5.4. Secagem em leito de jorro

As condições de trabalho para a secagem foram determinadas através de testes preliminares, com o objetivo de se obter parâmetros que propiciem o bom funcionamento do leito de jorro. As variáveis estudadas neste trabalho foram: a vazão do ar de secagem, temperatura de secagem e a vazão de alimentação do extrato bruto. A proporção de dióxido de silício a ser adicionado também foi estabelecida a partir dos estudos preliminares.

Após a caracterização do material inerte e da solução extrativa e concentrada, deu-se início ao estudo do processo de secagem do extrato concentrado das cascas de cumaru. Objetivou-se, nesta etapa de secagem, avaliar a influência exercida das condições operacionais de trabalho e as características físicas e químicas do produto obtido. Devido à adesividade do extrato concentrado, foram realizados testes adicionando-se um adjuvante de secagem (dióxido de silício) antes de submetê-la a secagem.

Inicialmente, adicionou-se o adjuvante de secagem (Aerosil 200) ao extrato concentrado, na proporção correspondente a 60% dos sólidos presentes. A secagem teve início com a introdução, no equipamento, de 1.500 g de material inerte; posteriormente, alimentou-se o equipamento com ar na vazão desejada, por meio do soprador; estabelecido o jorro, que por sua vez se forma devido à injeção de ar na base do leito, deu-se início ao aquecimento do ar até a temperatura desejada.

Atingida a temperatura, iniciou-se a alimentação do extrato (500 g), a uma vazão prefixada, e do ar de atomização. Durante os ensaios de secagem foram monitoradas as variáveis no processo, como: temperatura de entrada do gás (T_{ge}), temperatura do gás de saída (T_{gs}), temperatura ambiente, umidade relativa do ambiente (%UR), umidade relativa na saída do ciclone (%UR). Após o processo de secagem esses dados experimentais permitiram determinar a taxa de recuperação do produto, taxa de acúmulo de extrato seco no material inerte e taxa de elutriação. As variáveis analisadas nos ensaios de secagem foram: a influência da temperatura do ar de secagem, da vazão de ar no leito e da vazão de suspensão do bico atomizador sobre o desempenho da secagem de extrato de cumaru em leito de jorro, com análise estatística com o nível de 90% de confiança.

4.5.5. Determinação da taxa de evaporação em leito de jorro

A taxa de evaporação do leito de jorro durante os ensaios de secagem foi calculada a partir do seguinte balanço de massa:

$$TE = \frac{M_i - C_s}{\theta} \quad (12)$$

em que:

TE - taxa de evaporação, g/min

M_i - Massa inicial alimentada, g

C_s - Quantidade de sólidos da suspensão, g

θ - tempo da operação de secagem, min

4.5.6. Avaliação do processo de secagem

A eficiência do processo de secagem em leito de jorro foi avaliada a partir dos seguintes parâmetros: taxa de recuperação do produto; taxa de acúmulo nas partículas e taxa de elutriação (SOUZA, 2003).

- Taxa de recuperação do produto: foi efetuada pela relação percentual entre a massa de pó total coletada pelo ciclone e a massa de sólidos, alimentada ao equipamento e calculada pela Equação 13:

$$R(\%) = \frac{M_c \cdot (1 - X_p)}{W_s \cdot C_s \cdot \theta} \times 100 \quad (13)$$

em que:

M_c - massa coletada, g

X_p - umidade do produto, g

W_s - vazão de suspensão alimentada, g/min

C_s - concentração de sólidos totais, g

θ - tempo de processo, min

- Taxa de acúmulo nas partículas inertes: observou-se o acúmulo de material nas partículas inertes pesando-se, no início e no final, o material inerte, calculado pela Equação 14.

$$Ac (\%) = \frac{(M_{pf} - M_{pi}) \cdot (1 - X_p)}{W_s \cdot C_s \cdot \theta} \times 100 \quad (14)$$

em que:

M_{pi} – massa de partículas inertes inicial, g

M_{pf} – massa de partículas inertes final, g

X_p – umidade do produto, g

W_s – vazão de suspensão alimentada, g/min

C_s – concentração de sólidos totais, g

θ - tempo de processo, min

- Taxa de elutrição: refere-se às baixas taxas de recolhimento do pó pelo ciclone, sendo este arrastado junto ao gás efluente do sistema; foi determinada pela Equação 15.

$$E(\%) = 100 \left(1 - \frac{[M_c (M_{pf} - M_{pi})] \cdot (1 - X_p)}{W_s \cdot C_s \cdot \theta} \right) \quad (15)$$

em que:

M_c - massa recuperada, g

M_{pi} – massa de partículas inertes inicial, g

M_{pf} – massa de partículas inertes final, g

X_p – umidade do produto, g

W_s – vazão de suspensão alimentada, g/min

C_s – concentração de sólidos totais, g

θ - tempo de processo, min

4.5.7. Caracterização físico-química do extrato seco obtido

O extrato seco foi caracterizado pela determinação do teor de água residual (método gravimétrico, Souza, 2003), dos principais princípios ativos do extrato utilizando-se o Espectrofotômetro UV-VIS, por meio da determinação dos teores de alcaloides e taninos (MÜLLER, 2006; PRICE et al., 1980); análise granulométrica, análise da morfologia das partículas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), densidade bruta e de compactação, fator de Hausner e índice de Compressibilidade de acordo com Souza (2003) e Prista et al. (1995).

- Teor de água residual: foi determinado pelo método da estufa (utilizando-se uma estufa de Pasteur, na temperatura de 102°C durante 24 h) colocando-se, uma massa determinada do produto em placa de Petri verificando-se, assim, o teor de água por meio da Equação 16.

$$X_p = \frac{P_a - P_s}{P_s} \times 100 \quad (16)$$

em que:

X_p – umidade do produto, %

P_a - peso da amostra antes da dessecação, g

P_s - peso da amostra após a dessecação, g

- Determinação de alcaloides: segue a metodologia do item 4.3.2.

- Determinação de taninos: segue a metodologia do item 4.3.3.

- Análise das partículas por microscopia eletrônica de varredura (MEV): foi realizada por meio da observação da morfologia das partículas através de microscopia eletrônica de varredura; inicialmente, fez-se a dispersão da amostra com acetona e a metalização da amostra com ouro no metalizador, sendo posteriormente levada ao microscópio para a leitura das imagens eletrônicas.

- Determinação da densidade bruta e de compactação (PRISTA et al., 1995): Define-se densidade bruta como sendo a densidade aparente, ou seja, leva-se em consideração o volume total (volume das partículas e dos espaços interparticulares) que o pó assume quando contido num recipiente; já densidade de compactação é obtida quando há uma compactação do extrato seco num volume conhecido diminuindo-se, assim, o volume das partículas e dos espaços intergranulares. Pesaram-se 5 g dos extratos secos e transferidos para uma proveta de 25 mL para realização da medida do volume ocupado pelo pó determinando-se, a densidade bruta. Em relação a densidade de compactação, determinou-se submetendo o pó a 1200 quedas, observando-se o volume ocupado pelo extrato seco na proveta após ser compactado. Esses dois parâmetros foram determinados de acordo com a Equação 17:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (17)$$

em que:

ρ - densidade, g/cm³

m – massa, g

v – volume, mL

- Determinação do Fator de Hausner (PRISTA et al., 1995): o fator de Hausner (FH) foi determinado por meio do quociente entre as densidades de compactação e bruta dos extratos seco, de acordo com a Equação 18:

$$FH = \frac{\rho_c}{\rho_b} \quad (18)$$

em que:

FH - razão de Hausner

ρ_c - densidade de compactação, g/cm³

ρ_b - densidade bruta, g/cm³

- Determinação do índice de compressibilidade (PRISTA et al., 1995): foi determinado segundo a Equação 19:

$$IC = \frac{\rho_c - \rho_b}{\rho_c} \times 100 \quad (19)$$

em que:

IC - índice de compressibilidade, %

ρ_c - densidade de compactação, g/cm³

ρ_b - densidade bruta, g/cm³

- Taxa de degradação dos compostos químicos: refere-se à degradação dos taninos e alcaloides em relação às condições de secagem.

$$TD(\%) = 100 - \frac{TA_{pó}}{TA_{extrato}} \times 100 \quad (20)$$

em que:

TD - taxa de degradação para composto químico, %

$TA_{pó}$ - taxa de alcaloide no pó, %

$TA_{extrato}$ - taxa de alcaloide na solução hidroalcoólica, %

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização da matéria-prima vegetal

5.1.1. Perda por dessecação

O teor de água é de suma importância no monitoramento das condições de coleta da matéria-prima, além de ser fator limitante para proliferação de micro-organismos e diminuição na taxa de respiração dos vegetais e, conseqüentemente, a diminuição na velocidade das reações químicas que ocorrem nos vegetais. A redução na quantidade de água nos vegetais influencia positivamente a manutenção das suas características e a estabilidade dos constituintes químicos presentes na matéria-prima. Na Tabela 5.2 verificam-se os teores de água da matéria-prima *in natura* e após secagem em estufa, bem como a quantidade de cinzas presente na matéria-prima vegetal seca. Os valores dos teores de água em base seca variaram de 78,73 para cascas *in natura* a 4,39 para as cascas secas trituradas. Em base úmida observa-se que a casca *in natura* apresentava 44,05% de teor de água que, após secada, ficou com 4,27% de teor de água.

Tabela 5.2. Resultados da matéria-prima em relação ao teor de água inicial e final após secagem em estufa com circulação de ar forçado.

Matéria-prima	X_{bw}^2 (%)	DP ¹ (%)	X_{bs}^3 (%)	DP ¹ (%)	Teor de cinzas (%)
Cascas <i>in natura</i>	44,05	1,08	78,73	3,62	2,32
Cascas secas trituradas	4,27	0,11	4,39	0,09	-

1- Desvio padrão; 2 - Teor de água em base úmida; 3 - Teor de água em base seca

5.1.2. Determinação do teor de extrativos

Observam-se, na Tabela 5.3, os valores da determinação do teor de extrativos das cascas de cumaru trituradas e secadas a um teor de água em base seca de 4,39%, sendo determinados em água fervente e álcool a 70%. Os valores variaram de 30,38 a 34,75%. Verifica-se que o extrato hidroalcoólico obteve maior quantidade de teor de extrativos, o que justifica o fato da forma extrativa de princípios ativos ter sido mais eficiente pela metodologia utilizada com álcool a 70%.

Tabela 5.3. Resultados do teor de extrativos de cumaru

Extrato	Teor de extrativos	DP¹
	(%)	(%)
Extrato aquoso de cumaru	30,38	0,52
Extrato hidroalcoólico de cumaru	34,75	0,85

1 - Desvio padrão

Provasi et al. (2001) determinaram um teor de extrativos de 31,57% em folhas de carambola - *Averrhoa carambola* L. (Oxalidaceae) em extrato aquoso. Paes et al. (2004) estudando a resistência natural de nove madeiras do semiárido brasileiro, encontraram um teor de extrativos de 25,39% da parte interna do tronco de cumaru no extrato aquoso. Souza (2003) obteve, em extrato aquoso de folhas de pata de vaca 27,1% de teor de extrativos e 26,7% no extrato hidroalcoólico, valores similares aos da Tabela 5.3.

5.2. Caracterização da solução extrativa

Na Tabela 5.4 está apresentada a caracterização da solução extrativa, a qual foi caracterizada por meio da determinação da densidade relativa, densidade aparente, teor de sólidos, alcaloide e tanino. Observa-se, na Tabela 5.4, que os valores de densidade relativa e aparente, foram respectivamente, 0,91 e 0,89 (g/cm³). Para solução extrativa os sólidos foram de 1,25%, com teor de alcaloide e tanino de 2,40 e 0,01% respectivamente. Pansera et al. (2003) analisando taninos totais em plantas aromáticas e medicinais cultivadas no Nordeste do Rio Grande do Sul, encontraram valores de 0,01% de taninos totais na planta de capim-limão, equivalendo aos resultados de taninos na Tabela 5.4.

Tabela 5.4. Resultados da caracterização da solução hidroalcoólico de cumaru

Ensaio de caracterização	Resultados	Desvio Padrão
Densidade relativa (g/cm ³)	0,91	0,0346
Densidade aparente (g/cm ³)	0,89	0,0008
Teor de sólidos (%)	1,25	0,0180
Teor de alcaloide (%)	2,40	0,0002
Teor de tanino (%)	0,01	0,00

5.3. Caracterização do extrato concentrado

Verifica-se, na Tabela 5.5, a caracterização do extrato concentrado. O extrato foi caracterizado por meio da determinação da densidade relativa, densidade aparente, teor de sólidos, alcaloide e tanino; nesta Tabela 5.5 a densidade em relação à solução extrativa teve um leve aumento, sendo 1,01 (g/cm^3) a densidade relativa e 1,02 (g/cm^3) a aparente. De acordo com os resultados, tal fato ocorre devido à concentração dos sólidos presentes nos extratos; como se pode verificar na tabela seguinte, o teor de sólidos aumentou para 9,80% em comparação com a solução extrativa, que foi de 1,25%; em relação aos constituintes químicos, verifica-se que houve uma leve degradação nos alcaloides pois tal comportamento foi atribuído ao processo de obtenção do extrato concentrado, uma vez que ficou exposto a uma temperatura de 50 °C, por mais de uma 1 h e 30 min; referente aos taninos, não foi observado qualquer degradação durante este processo.

Tabela 5.5. Resultados da caracterização do extrato concentrado de cumaru.

Ensaio de caracterização	Resultados	Desvio Padrão
Densidade relativa (g/cm^3)	1,01	0,001
Densidade aparente (g/cm^3)	1,02	0,006
Teor de sólidos (%)	9,80	0,186
Teor de alcaloide (%)	2,15	0,003
Teor de tanino (%)	0,01	0,0001

Na Figura 5.17, verifica-se a determinação da quantidade de sólidos presentes no extrato concentrado.



Figura 5.17. Teor de sólidos do extrato concentrado

5.4. Caracterização física do material inerte

Na etapa de secagem foram utilizadas partículas de poliestireno. O material foi caracterizado quanto ao seu diâmetro médio (d_p), massa média (m_p), fator de forma (ϕ), densidade (ρ_p) e a área superficial (cm^2/g). Na Tabela 5.6 estão apresentados os resultados da caracterização física dos materiais inertes.

Tabela 5.6. Propriedades físicas do material inerte utilizado

<i>Material</i>	<i>m_p (mg)</i>	<i>d_p (mm)</i>	<i>ρ_p (g/cm³)</i>	<i>S (cm²/g)</i>	<i>ϕ (-)</i>
Poliestireno	16,63	2,891	0,64	157,98	0,86

m_p – massa média das partículas; d_p – diâmetro das partículas; ρ_p – densidade aparente; S – área superficial; ϕ – fator de forma.

Alsina et al. (1996) encontraram valores similares às propriedades físicas do poliestireno caracterizado na Tabela 5.6; os valores relatados pelos autores, foram: densidade aparente de 0,6511 g/cm³ e fator de forma de 0,8673.

5.5. Teste preliminar com o adjuvante de secagem

A adição de adjuvantes ao extrato concentrado, tem sido prática constante em produtos naturais expostos à secagem; devido à quantidade de açúcares e resinas nesses extratos, como é o caso de plantas medicinais, nos deparamos com o fenômeno de adesão. Segundo Souza (2003), adesão é um fator que reflete a tendência de alguns materiais aglomerarem e/ou aderirem, pelo contato superficial, sendo associado, muitas vezes, à degradação térmica, ao baixo rendimento do produto e a problemas na operação de secagem.

Para evitar o problema de adesividade no ato da secagem e baixa taxa de recuperação do produto, foram adicionadas proporções de adjuvante em relação ao teor de sólidos do extrato concentrado. Tais proporções foram definidas em testes preliminares considerando-se, como critérios de seleção, o aspecto sensorial e macroscópico do produto obtido.

Verificam-se, nas Figuras 5.18 e 5.19, os testes do adjuvante de secagem em placas de Petri contendo as amostras adicionadas de dióxido de silício coloidal em diversas proporções, depois de submetido à secagem em estufa com circulação de ar forçado; ao final, os extratos secos foram revolvidos naturalmente, observando-se a facilidade com que o material era removido.

De acordo com os resultados a proporção de adjuvante de secagem selecionada para preparação dos extratos para a secagem, foi de 60% em relação ao teor de sólidos do extrato concentrado. Souza (2003) estudando o processo de secagem de extrato de pata de vaca em secador leito de jorro adicionou, ao extrato, uma proporção de 80% de dióxido de silício em relação ao teor de sólidos.

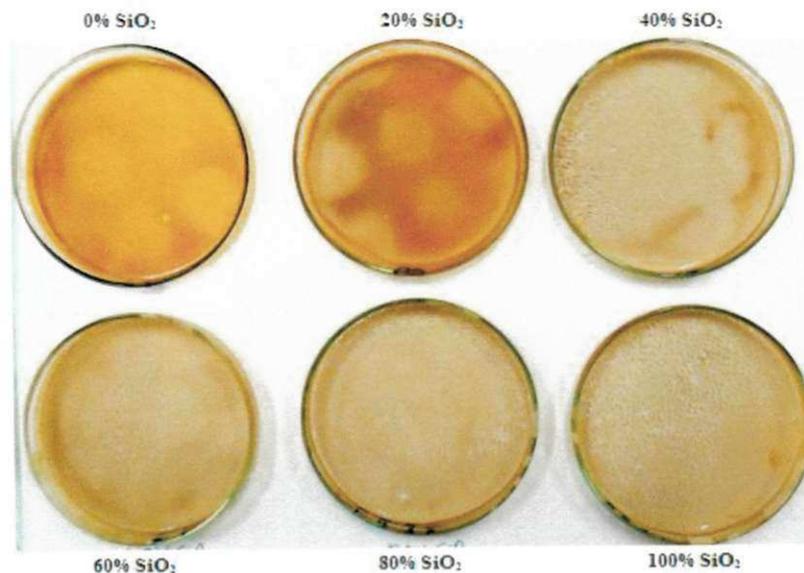


Figura 5.18. Foto digital de amostras de extrato seco com adição de diversas proporções de adjuvante de secagem

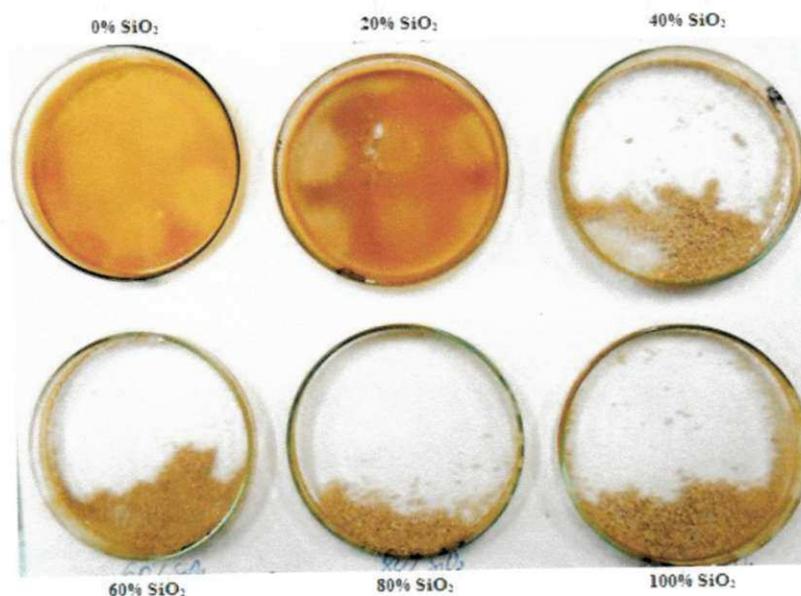


Figura 5.19. Extrato seco com adição de diversas proporções de adjuvante de secagem revolvidas

Observam-se, na Tabela 5.7, as características macroscópicas e sensoriais observadas no extrato concentrado adicionado de dióxido de silício, após a secagem em estufa de circulação de ar forçado.

Tabela 5.7. Avaliação do percentual de adjuvante de secagem

% Adjuvante	Características macroscópicas e sensoriais observadas
0	Cor vermelho tijolo, difícil remoção, alta adesividade e umidade.
20	Cor vermelho tendendo ao branco, difícil remoção, alta adesividade e umidade.
40	Cor branca com pontos vermelhos nas bordas, remoção regular e pó úmido.
60	Cor branca com pontos levemente vermelhos, pó seco, fácil remoção.
80	Cor branca com pontos levemente vermelhos, pó seco, fácil remoção.
100	Cor branca com pontos levemente vermelhos, pó seco, fácil remoção.

5.6. Produção de extratos secos de cumaru pelo processo de secagem em leito de jorro

Na Tabela 5.8, observam-se os resultados obtidos durante os ensaios de secagem em secador de leito de jorro.

Tabela 5.8. Valores das variáveis dependentes para o planejamento experimental da secagem

EXP	Variáveis			Resultados obtidos com atomização em leito de jorro				
	T _{ge} (°C)	W _s (g/min)	V _{ar} (m/s)	R (%)	A _c (%)	X _p (%)	TE (g/min)	E (%)
1	70	4	35,279	61,227	20,286	5,061	3,197	55,795
2	70	4	37,932	66,769	22,577	4,732	3,197	53,705
3	90	4	35,279	75,625	12,761	4,848	3,246	34,029
4	90	4	37,932	75,851	7,913	3,901	3,080	29,377
5	70	6	35,279	53,931	19,768	4,179	4,850	64,428
6	70	6	37,932	60,576	24,900	4,339	4,795	62,790
7	90	6	35,279	62,969	44,761	2,359	4,795	81,398
8	90	6	37,932	67,109	23,056	3,964	4,741	53,244
9	80	5	36,605	66,337	22,312	3,969	4,097	54,233
10	80	5	36,605	70,627	16,846	3,858	4,178	44,137
11	80	5	36,605	63,556	19,065	3,503	4,137	53,144

R – taxa de recuperação do produto; A_c – taxa de acúmulo nas partículas; X_p – teor de água residual; TE – taxa de evaporação; E – taxa de elutriação.

De acordo com os resultados da Tabela 5.8 observa-se, em relação à variável de saída taxa de recuperação do produto, que o aumento da temperatura e da velocidade do ar, favoreceu positivamente para o aumento na taxa de recuperação do produto, porém o

aumento da vazão de alimentação contribuiu negativamente para esta variável. A taxa de recuperação do produto foi definida pela relação percentual entre a massa do extrato seco total coletado pelo ciclone e a massa de sólidos alimentada ao equipamento, de acordo com a Equação 13. Na secagem foram observadas taxas de recuperação entre 53,931 a 75,851% para os experimentos 5 e 4, respectivamente; as maiores taxas de recuperação do produto foram para os experimentos de maiores temperaturas e menores vazões de alimentação. Rocha (2006) encontrou valores de eficiência do processo variando de 49,4 a 88,7. Araruna (2008) em desenvolvimento e padronização (HPLC-DAD) do extrato secado por spray-dryer de *Amburana cearensis* A. C. Smith (cumaru) obteve 40% de rendimento de extrato seco de cumaru secando numa temperatura de 95 °C com adição de 25% de dióxido de silício. Esta comparação indica que o processo de secagem em secador de leito de jorro é mais eficiente do ponto de vista de se recuperar o produto alimentado inicialmente ao processo de secagem indicando, assim, que o processo é promissor, desde que se estabeleçam as condições ideais de secagem, e um equipamento adequado ao processo.

Em relação à taxa de acúmulo no material inerte, os valores variaram de 7,91% no experimento 4 e 44,76% no experimento 7; as menores taxas de acúmulo foram registradas nos experimentos 3 e 4, como mostrado na Tabela 5.9. De acordo com os dados obtidos, as maiores taxas de acúmulo foram registradas nos experimentos 6 (24,90%) e 7 (44,76%). Tal comportamento ocorreu devido à diminuição da temperatura do ar de secagem e ao aumento da vazão de alimentação. A taxa de acúmulo visa medir a quantidade de extrato seco retido no material inerte e/ou no equipamento; seu comportamento está relacionado diretamente com a vazão de alimentação do bico atomizador.

No teor de água residual do extrato seco a temperatura e a velocidade do ar foram imprescindíveis na diminuição do teor de água, que é fator de grande importância para o armazenamento do produto, uma vez que a umidade em excesso iria provocar aglomerados nas partículas; por isso, o limite máximo de umidade preconizado pela Farmacopeia Brasileira é de 4%. Os resultados variaram de 2,35 a 5,06% para os experimentos 7 e 1, conforme a Tabela 5.8. Cinco extratos secos não se enquadraram nas exigências da Farmacopeia Brasileira, ou seja, os experimentos 1, 2, 3, 5 e 6, respectivamente.

De acordo com os dados da tabela acima, a taxa de evaporação é influenciada diretamente pela vazão de alimentação do bico atomizador. Observa-se, nos resultados,

valores variando de 3,080 a 4,850 g/min, tendo maiores valores de variável para as maiores vazões de suspensão. Rocha (2006) estudando o recobrimento contínuo em extratos fitoterápicos secados em leito de jorro encontrou valores de taxa de evaporação variando de 4,77 a 5,41 g/min, valores próximos ao relatado neste trabalho; sua variação depende da vazão de suspensão do bico atomizador.

A elutriação do produto é devida às baixas taxas de recolhimento do extrato secado pelo ciclone, sendo o mesmo arrastado junto ao gás efluente do sistema. Como se observa nos resultados anteriores, a maior taxa de elutriação foi para o experimento 7 (81,39%), fato que pode ser explicado pela alta taxa de acúmulo nas partículas e pela baixa taxa de recuperação do produto.

Souza (2003) encontrou, secando extrato de pata de vaca em secador leito de jorro, valores de 13,42 a 84,13% para a taxa de recuperação do produto; 2,20 a 72,07% para a taxa de acúmulo; 8,23 a 45,44% de taxa de elutriação e umidade residual variando de 1,92 a 9,40% nas temperaturas de secagem de 80 e 150 °C.

5.7. Análise estatística

5.7.1. Resultado do planejamento experimental

A análise dos resultados obtidos para a taxa de recuperação do produto, taxa de acúmulo nas partículas, teor residual de água, taxa de evaporação e taxa de elutriação, foi realizada através de métodos estatísticos utilizando-se o software Statistica 7.0, de acordo com o planejamento fatorial completo 2^3 e três repetições do ponto central, totalizando 11 ensaios.

Na Tabela 5.8, verificam-se os valores utilizados no planejamento e as respostas para os ensaios de secagem; o resultado forneceu um modelo de 1ª ordem, com duas interações e intervalo de confiança de 90%.

A análise dos efeitos para cada resposta foi realizada e, quando possível, modelos estatisticamente significativos e preditivos, foram encontradas; cada resposta foi analisada separadamente e o modelo gerado; as superfícies de resposta são apresentadas mostrando os prováveis ajustes do modelo, quando não, as tendências dos efeitos envolvidos.

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para a taxa de recuperação do produto (R)

A Figura 5.20 representa o efeito das variáveis independentes sobre a taxa de recuperação do produto, através do gráfico de Pareto. Nota-se que a temperatura foi a variável mais influente sobre a taxa de recuperação do produto, apresentando efeito positivo, ou seja, com o aumento da temperatura ocorreu aumento na recuperação do produto. Verifica-se também que o efeito da vazão de suspensão, embora não significativo, mostrou tendência positiva em relação a este parâmetro e que, a velocidade do ar teve influência negativa nesta variável. A interação entre as variáveis, segundo o gráfico de Pareto demonstrou efeito negativo durante o processo de secagem.

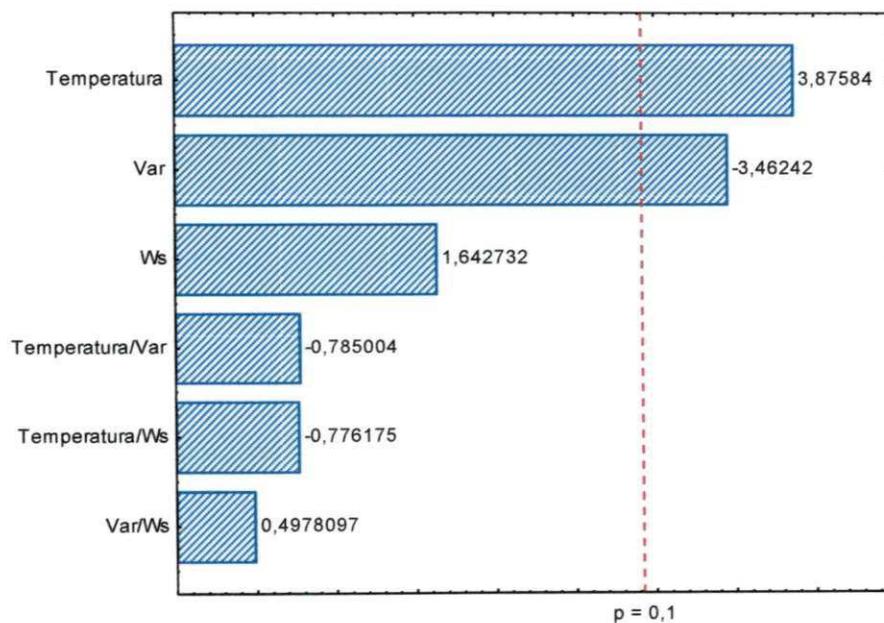


Figura 5.20. Diagrama de Pareto para a taxa de recuperação do produto. Efeito da temperatura e velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Tabela 5.9. ANOVA para a taxa de recuperação do produto. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F _{cal}
Regressão	395,614	6	65,936	8,721
Resíduos	30,243	4	7,561	
Total	425,857	10		

% variação explicada (R^2) = 92,898; $F_{2; 6; 0,1} = 9,326$

A análise de variância para a taxa de recuperação do produto encontra-se na Tabela 5.9. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas experimentais e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 92,898%; a regressão explica 92,90% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 92,898%. Com relação ao teste F, observa-se que a razão entre o $F_{calculado}$ e o $F_{tabelado}$ é de 0,935 confirmando que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.9.1 (Apêndice I). De acordo com os coeficientes de regressão, nenhum parâmetro do modelo foi significativo para a taxa de recuperação do produto; a Equação 21 corresponde ao modelo obtido, no qual os termos em negrito representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$R = -177,35 + 3,68 T - 13,76 V_{ar} + 5,092 W_s - 0,09 W_s - 0,074 T W_s - 0,098 T W_s + 0,473 V_{ar} W_s \quad (21)$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para taxa de acúmulo (A_c)

Na Figura 5.21 observa-se o efeito das variáveis sobre a taxa de acúmulo no material inerte, a nível de 90% de confiança. Confirma-se que a velocidade do ar de secagem apresentou efeito significativo e positivo sobre a taxa de acúmulo e que as relações temperatura/ V_{ar} e temperatura/ W_s mostraram-se significativas com efeitos positivo e negativo, respectivamente. A variável W_s e a relação V_{ar}/W_s não apresentaram efeito significativo sobre o processo, porém sua presença teve

contribuição negativa para a taxa de acúmulo. A temperatura não apresentou influencia significativa a nível de 90% de probabilidade sobre a taxa de acúmulo, mas a mesma apresentou tendência positiva sobre a taxa de acúmulo.

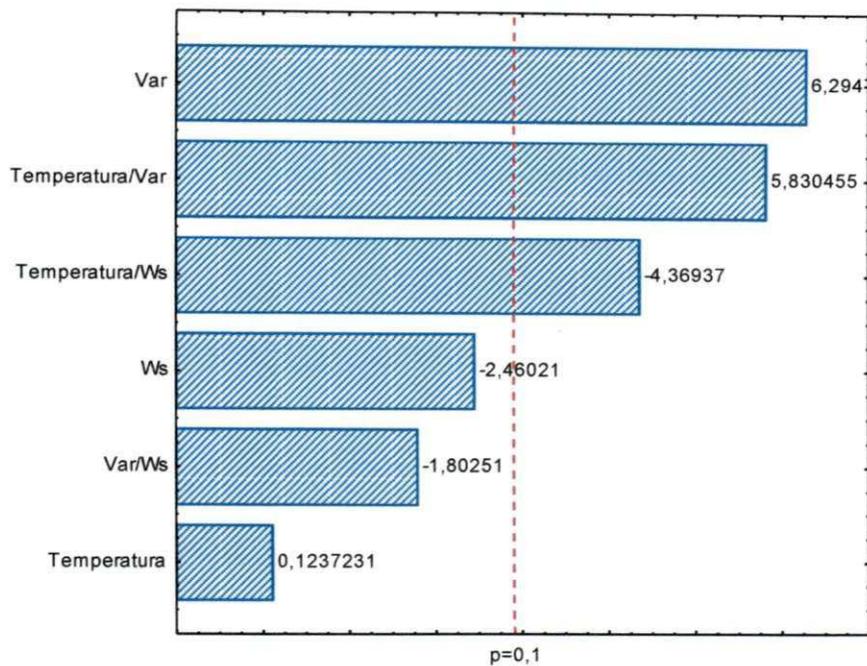


Figura 5.21. Diagrama de Pareto para a taxa de acúmulo. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Na Tabela 5.10 observa-se a análise de variância para a taxa de acúmulo do extrato secado nas partículas inertes. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas experimentais e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados é de 90,781%. A regressão explica 90,781% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 90,781%. Com relação ao teste F, observa-se que o valor de $F_{\text{calculado}}$ é 0,704 vezes menor que o F_{tabelado} mostrando que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Tabela 5.10. ANOVA para a taxa de acúmulo. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F _{cal}
Regressão	771,134	6	128,522	6,565
Resíduos	78,312	4	19,578	
Total	849,446	10		

% variação explicada (R^2) = 90,781; $F_{2; 6; 0,1} = 9,326$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que, estão apresentados na Tabela 5.10.1 (Apêndice I). Em relação aos coeficientes de regressão, quase todos os parâmetros do modelo foram significativos e influenciaram positivamente o aumento da taxa de acúmulo nas partículas, com exceção da interação da temperatura de secagem com a velocidade do ar que se comportou de forma negativa a esse parâmetro. A Equação 22 corresponde ao modelo obtido cujos termos, em negrito, representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$A_c = -896,91 + 8,9 T + 9,129 V_{ar} + 30,415 W_s + 0,567 T V_{ar} - 0,320 T W_s - 1,321 W_s V_{ar} \quad (22)$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para teor de água residual (X_p)

Observa-se na Figura 5.22, que a vazão de suspensão e a temperatura influenciaram negativamente a variável de saída em estudo. Verifica-se, também, que a interação entre a vazão de suspensão e a velocidade do ar, teve efeito significativo na diminuição da quantidade de água nas amostras. A interação entre as outras variáveis não apresentou efeito significativo.

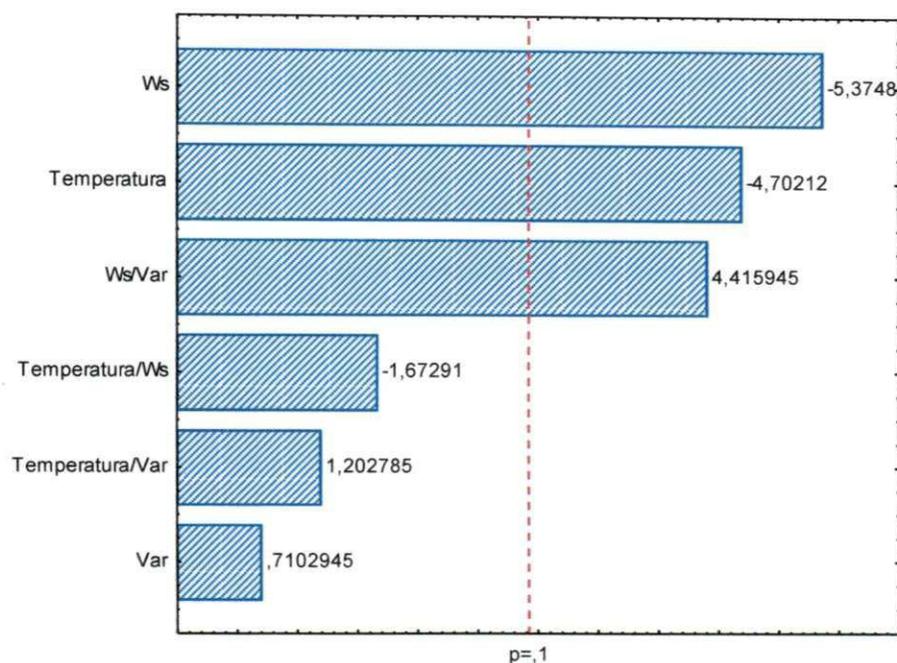


Figura 5.22. Diagrama de Pareto para o teor de água residual. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

A análise de variância para teor residual de água do extrato fitoterápico de cumaru secado em leito de jorro, é mostrada na Tabela 5.11. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 81,765%. A regressão explica 81,764% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 81,765%. Com relação ao teste F, observa-se que a razão entre o $F_{\text{calculado}}$ e o F_{tabelado} é de 0,321 o que confirma que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Tabela 5.11. ANOVA para teor residual de água. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	4,4591	6	0,7432	2,9894
Resíduos	0,9944	4	0,2486	
Total	5,4536	10		

% variação explicada (R^2) = 81,765; $F_{2; 6; 0,1} = 9,326$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.11.1 (Apêndice I). Verificou-se, nos coeficientes de regressão que os parâmetros vazão de suspensão (W_s), velocidade do ar de secagem (V_{ar}) e a interação entre vazão de suspensão (W_s) e velocidade do ar (V_{ar}) do modelo, foram significativos para o teor de água residual do extrato seco, porém tanto a W_s quanto a V_{ar} se comportaram de forma negativa em relação a esta variável resposta. A Equação 23 corresponde ao modelo obtido, em que termos em negrito representam as variáveis e suas interações significativas:

$$X_p = 77,463 - 0,254 T - \mathbf{9,798 V_{ar}} - \mathbf{2,010 W_s} - 0,0144 T V_{ar} + 0,0078 T W_s \quad (23)$$

$$+ \mathbf{0,286 W_s V_{ar}}$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para taxa de evaporação (TE)

Através do gráfico de Pareto, mostrado na Figura 5.23, confirma-se que o efeito da vazão de suspensão foi a única variável significativa sobre a taxa de evaporação nos ensaios de secagem a nível de 90% de confiança.

O coeficiente de determinação (R^2) foi, neste caso, de 0,9895. Também se constata que, apesar dos efeitos não serem estatisticamente significativos, apresentam tendência na diminuição da taxa de evaporação com o aumento de todas as outras variáveis e suas combinações (coeficiente negativo) com exceção da relação V_{ar}/W_s (coeficiente positivo).

A velocidade do ar exerceu maior efeito sobre a eficiência quando comparado com a interação entre temperatura e a vazão de suspensão.

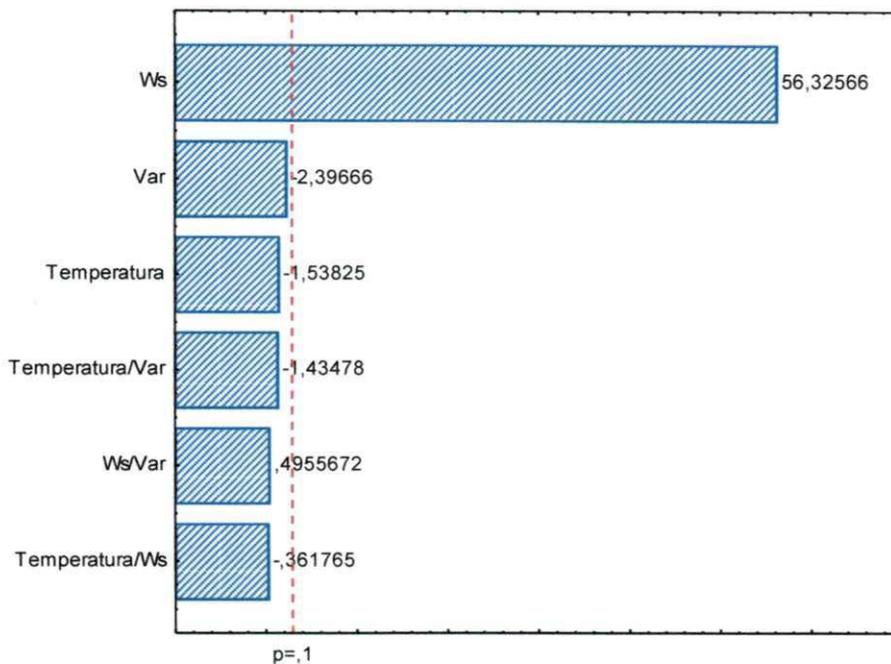


Figura 5.23. Diagrama de Pareto para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Na Tabela 5.12 verifica-se a análise de variância para a taxa de evaporação. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 98,95%. A regressão explica 98,95% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 98,95%. Com relação ao teste F, o valor de $F_{\text{calculado}}$ é 6,73 vezes maior que o F_{tabelado} , mostrando que o modelo ajustado é estatisticamente significativo e preditivo.

Tabela 5.12. ANOVA para a resposta taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	5,2367	6	0,8728	62,8023
Resíduos	0,0556	4	0,0139	
Total	5,2923	10		

% variação explicada (R^2) = 98,95%; $F_{2; 6; 0,1} = 9,326$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.12.1 (Apêndice I). Observa-se, nos coeficientes de regressão, que nenhum parâmetro do modelo foi significativo. A Equação 24 corresponde ao modelo obtido, em que os termos em **negrito** representam as variáveis, e suas interações que foram significativas:

$$TE = -2,654 + 0,057 T + 0,653 V_{ar} + 0,071 W_s - 0,0005 T V_{ar} - 0,001 T W_{ar} + 0,005 W_s V_{ar} \quad (24)$$

Observa-se, na Figura 5.24, que os pontos experimentais da taxa de evaporação se encontram em ótima concordância com a reta dos valores preditos pelo modelo linear ajustado, confirmando o alto valor do coeficiente de correlação.

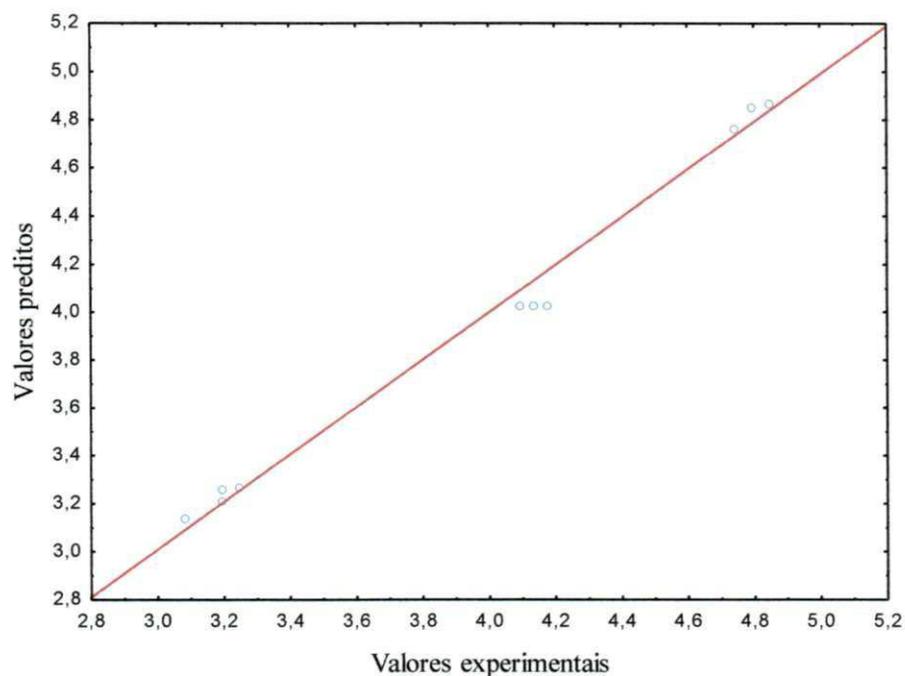


Figura 5.24. Valores experimentais versus valores preditos pelo modelo para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem, vazão de suspensão

Na Figura 5.25 não foi identificado resíduo algum na linha neutra; todos os pontos se excetuaram, sendo os valores residuais dos pontos de máximo e mínimo negativo e somente o ponto central apresentou resíduo positivo.

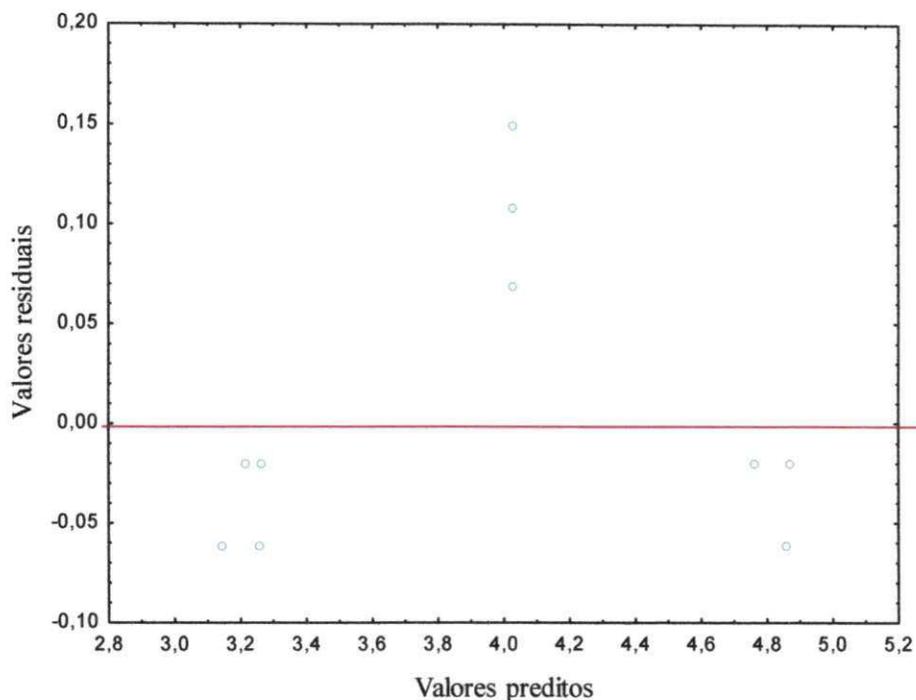
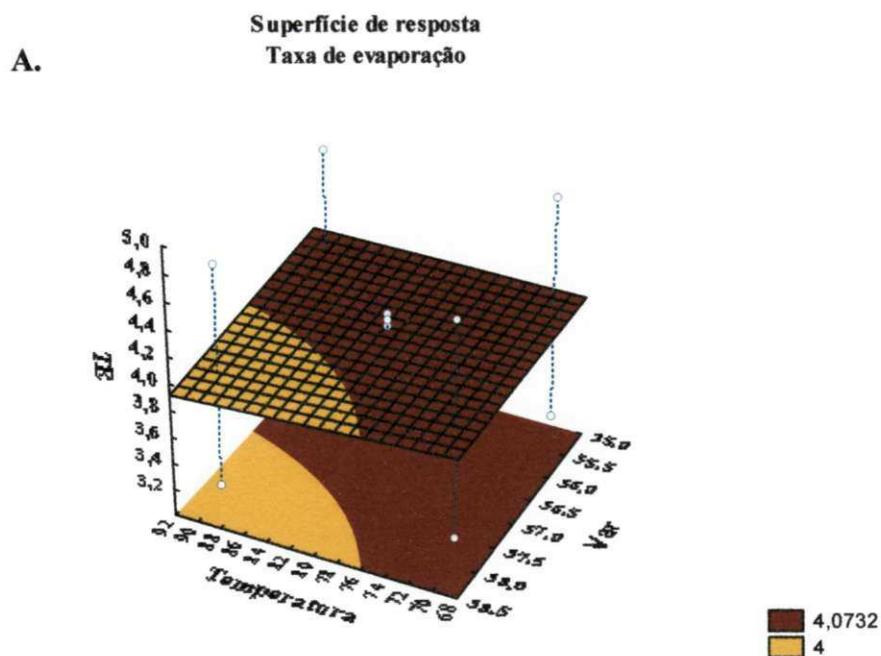


Figura 5.25. Valores preditos versus resíduos para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Estão apresentadas na Figura 5.26 A e 5.26 B a superfície de resposta e a curva de contorno, respectivamente. Observa-se que com o aumento da temperatura e diminuição da velocidade do ar, ocorreu um aumento na taxa de evaporação.



B.

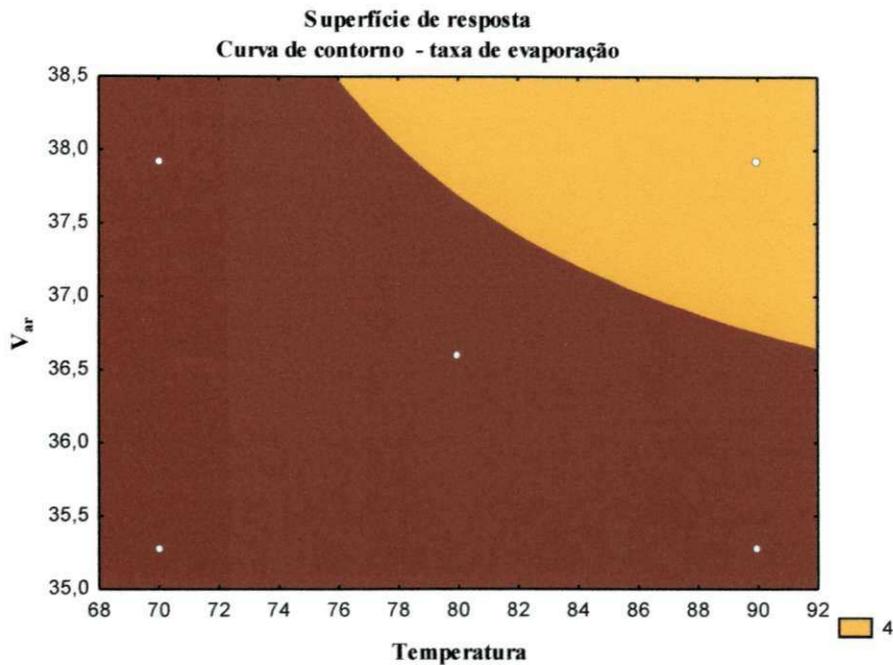


Figura 5.26. Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para taxa de evaporação.

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para a taxa de elutriação (E)

Através do gráfico de Pareto, indicado na Figura 5.27, observa-se que a vazão de suspensão e a interação entre temperatura e vazão de suspensão, foram significativas para o aumento da taxa de elutriação, ou seja, influenciaram positivamente arraste maior do pó pelo ciclone, a nível de 90% de confiança; neste caso o coeficiente de determinação (R^2) foi de 0,91. A combinação entre as outras variáveis não foi significativa nem influenciou positivamente este parâmetro.

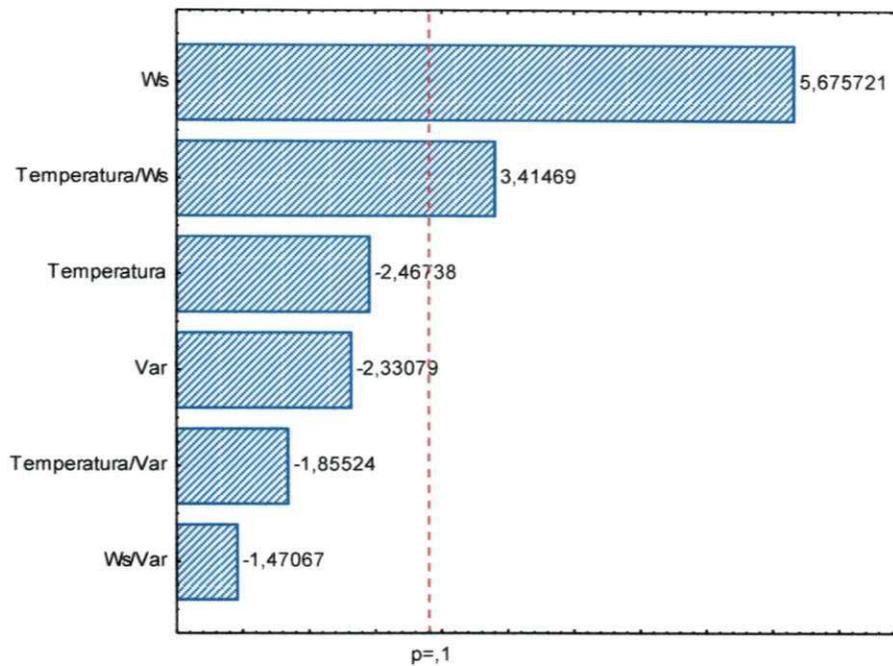


Figura 5.27. Diagrama de Pareto para a taxa de elutriação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

A análise de variância para a taxa de elutriação é mostrada na Tabela 5.13. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados é de 91,89%. A regressão explica 91,89% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 91,89%. Com relação ao teste F, a razão entre o $F_{\text{calculado}}$ e o F_{tabelado} é de 0,819 confirmando que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Tabela 5.13. ANOVA para a resposta taxa de elutriação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	1873,0191	6	312,1699	7,5532
Resíduos	165,3178	4	41,3294	
Total	2038,3369	10		

% variação explicada (R^2) = 91,89; $F_{2; 6; 0,1} = 9,326$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.13.1 (Apêndice I). De acordo com os

coeficientes de regressão, apenas a interação entre a temperatura de secagem (T) e a vazão de suspensão (W_s) do modelo foi significativa, pelo modelo obtido. A Eq. 25 corresponde ao modelo obtido, em que os termos em negrito, representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$E = -769,970 + 6,202 T + 37,110 V_{ar} + 29,338 W_s + \mathbf{0,669 T V_{ar}} - 0,274 T W_s - 2,172 W_s V_{ar} \quad (25)$$

5.7.2. Caracterização física dos extratos secos obtidos

- Avaliação das características farmacotécnicas do extrato seco

Estão apresentados, na Tabela 5.14, os resultados dos ensaios de secagem, avaliando-se as principais características físicas de importância para a indústria farmacêutica. Tais resultados foram adquiridos por meio da realização da determinação da densidade bruta - aparente (ρ_b), densidade de compactação (ρ_c), razão de Hausner (FH), índice de compressibilidade e diâmetro médio das partículas, seguindo os procedimentos prescritos em 4.5.7.

Tabela 5.14. Resultados da avaliação das características farmacotécnicas dos extratos secos.

EXP	Variáveis			Resultados obtidos com atomização em leito de jorro				
	T_{ge} (°C)	W_s (g/min)	V_{ar} (m/s)	ρ_b (g/cm ³)	ρ_c (g/cm ³)	FH (-)	IC (%)	d_p (μ m)
1	70	4	35,279	0,45	0,67	1,50	33,33	3,71±1,81
2	70	4	37,932	0,43	0,65	1,54	35,22	3,53±1,01
3	90	4	35,279	0,42	0,62	1,48	32,60	4,98±2,82
4	90	4	37,932	0,41	0,63	1,53	34,43	3,53±1,83
5	70	6	35,279	0,43	0,66	1,54	35,00	3,59±1,62
6	70	6	37,932	0,43	0,65	1,53	34,45	4,37±2,08
7	90	6	35,279	0,43	0,64	1,49	32,73	6,34±3,81
8	90	6	37,932	0,47	0,64	1,4	27,27	6,41±2,51
9	80	5	36,605	0,47	0,69	1,47	31,82	6,70±2,53
10	80	5	36,605	0,46	0,69	1,49	32,73	5,77±2,36
11	80	5	36,605	0,46	0,69	1,52	34,23	6,48±3,38

ρ_b - densidade bruta; ρ_c - densidade de compactação; FH - razão de Hausner; IC - índice de compressibilidade; d_p - diâmetro médio das partículas de extrato seco

A medida dessas propriedades é de suma importância para a indústria farmacêutica, pois tem relação direta com o comportamento do produto durante a estocagem, manipulação e posterior processamento (TEUNOU et al., 1999).

Em todos os extratos não se observou a presença de aglomerados, apesar das partículas terem tamanhos bem pequenos. Tal resultado pode ter sido atribuído ao teor residual de água, que foi considerado bem baixo e dentro dos padrões da Farmacopeia Brasileira.

De acordo com a Tabela 5.14, os valores da densidade bruta variaram de 0,41 a 0,47 g/cm³. Souza (2003) encontrou valores variando de 0,14 a 0,29 g/cm³; os valores para densidade de compactação variaram de 0,62 a 0,69 g/cm³.

Em relação à razão de Hausner, os valores variaram de 1,4 a 1,54. Segundo Prista et al. (1995), materiais cujo FR seja inferior a 1,25, são facilmente compressíveis; entretanto, se os valores forem superiores, não apresentam boas características de compressibilidade.

Quanto ao índice de compressibilidade, os valores variaram 27,27 a 35,22%. Valores de índices de compressibilidade inferior a 15%, podem indicar materiais com boa fluidez, resultando em uma produtividade maior de enchimento de câmaras de compressão e de invólucros de cápsulas (SOUZA, 2003). O alto índice de compressibilidade normalmente está relacionado ao reduzido diâmetro médio das partículas e à natureza do adjuvante empregado.

5.7.3. Análise estatística

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para densidade bruta - ρ_b (g/cm³)

Na Figura 5.28 se apresenta o diagrama de Pareto visando à determinação da densidade bruta. Verifica-se que a interação entre temperatura e velocidade do ar foi significativa para esta variável. Verifica-se, também, que a interação da velocidade do ar com a vazão de suspensão e a temperatura do ar de secagem com a velocidade do ar, também foram significativas para os valores desta variável, ambas influenciando positivamente para esta variável.

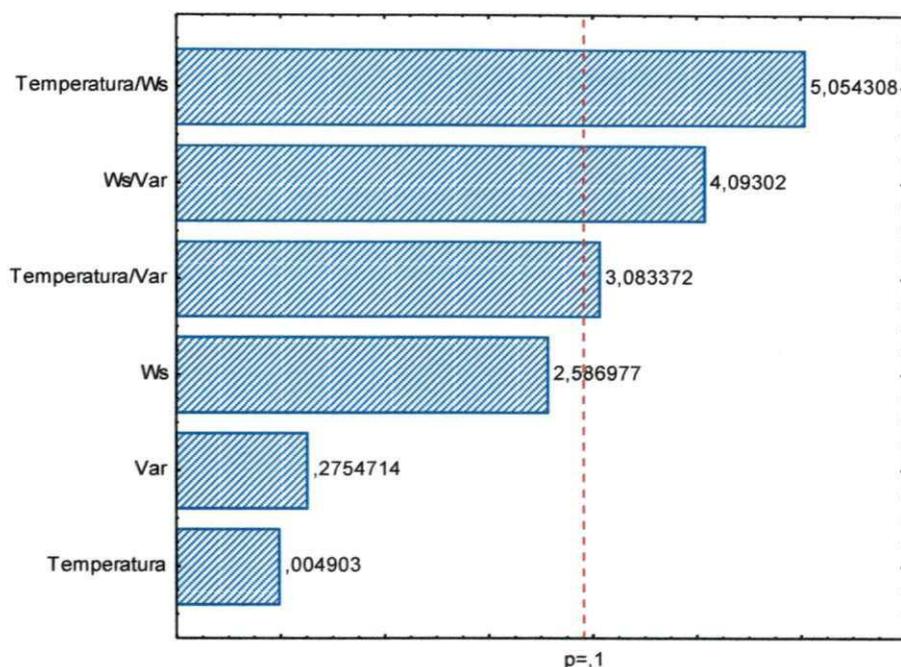


Figura 5.28. Diagrama de Pareto para a densidade bruta. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Na Tabela 5.15 observa-se a análise de variância para a densidade bruta dos extratos fitoterápicos de cumaru secado em leito de jorro. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 51,311%. A regressão explica 51,163% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 51,311%; quanto ao teste F, observa-se que o valor de $F_{\text{calculado}}$ é 0,075 vez menor que o F_{tabelado} , mostrando que o modelo ajustado não é significativo nem preditivo.

Tabela 5.15. ANOVA para a densidade bruta. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	0,0022	6	0,0004	0,7026
Resíduos	0,0021	4	0,0005	
Total	0,0043	10		

% variação explicada (R^2) = 51,311%; $F_{2; 6; 0,1} = 9,32$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para densidade bruta - ρ_b (g/cm³)

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 5.15.1 (Apêndice I). Conforme os coeficientes de regressão, todos os parâmetros do modelo foram significativos para a densidade bruta. A Equação 26 corresponde ao modelo obtido, em que os termos em negrito representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$\rho_b = 3,525 - 0,0238 T - 0,326 V_{ar} - 0,073 W_s - 0,0010 T V_{ar} - 0,00050 T W_s - 0,0066 V_{ar} W_s \quad (26)$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para densidade de compactação - ρ_c (g/cm³)

Na Figura 5.29 constatou-se que a temperatura influenciou negativamente a densidade de compactação, porém a interação apresentou efeitos entre temperatura e vazão de suspensão e temperatura e velocidade do ar, tendo efeitos positivos e significativos para esta variável. A interação entre as outras variáveis não demonstrou efeito significativo para esta variável de saída.

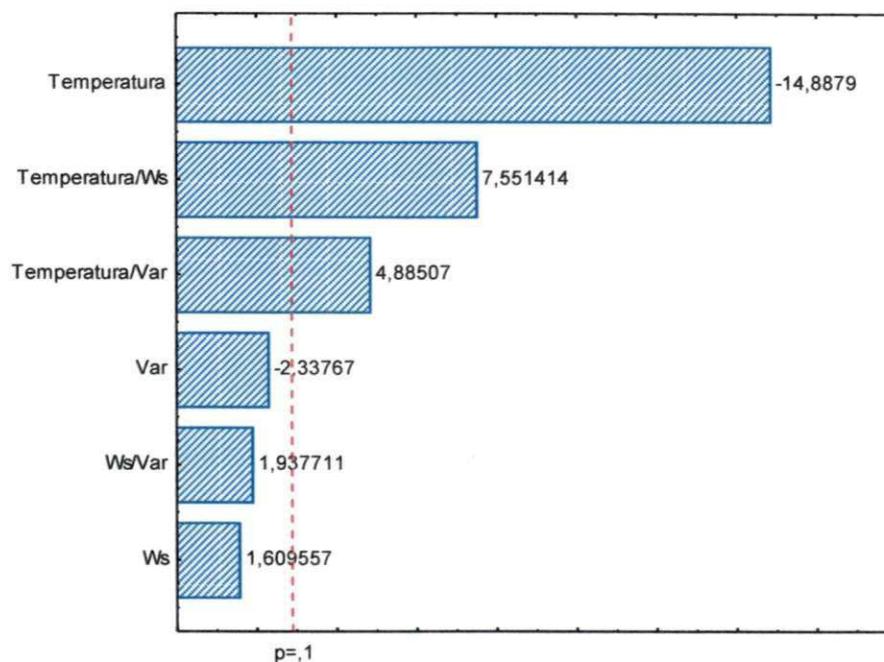


Figura 5.29. Diagrama de Pareto para a densidade do extrato compactado. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

A análise de variância para a densidade dos extratos compactados é mostrada na Tabela 5.16. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 33,988%. A regressão explica 34,483% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 33,988%. Com relação ao teste F, a razão entre o $F_{\text{calculado}}$ e o F_{tabelado} é de 0,037, confirmando que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Tabela 5.16. ANOVA para a densidade de compactação do extrato seco. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	0,0020	6	0,0003	0,3433
Resíduos	0,0038	4	0,0010	
Total	0,0058	10		

% variação explicada (R^2) = 33,988%; $F_{2; 6; 0,1} = 9,32$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 5.16.1 (Apêndice I). Conforme os coeficientes de regressão, quase todos os parâmetros do modelo foram significativos para a densidade de compactação, com exceção da interação da vazão de suspensão e vazão do ar; entretanto, a temperatura e a vazão de suspensão influenciaram negativamente pelo modelo de regressão para a densidade de compactação. A Equação 27 corresponde ao modelo obtido, cujos termos em negritos representam as variáveis e suas interações que, foram significativas:

$$\rho_c = 2,269 - 0,0165 T - 0,099 V_{ar} - 0,034 W_s + 0,00066 T V_{ar} + 0,00032 T W_s + 0,0012 V_{ar} W_s \quad (27)$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para a razão de Hausner (FH)

Para a razão de Hausner, verifica-se efeito significativo para temperatura porém, agindo de forma negativa para a mesma. Todas as outras condições de secagem não influenciaram esta variável (Figura 5.30).

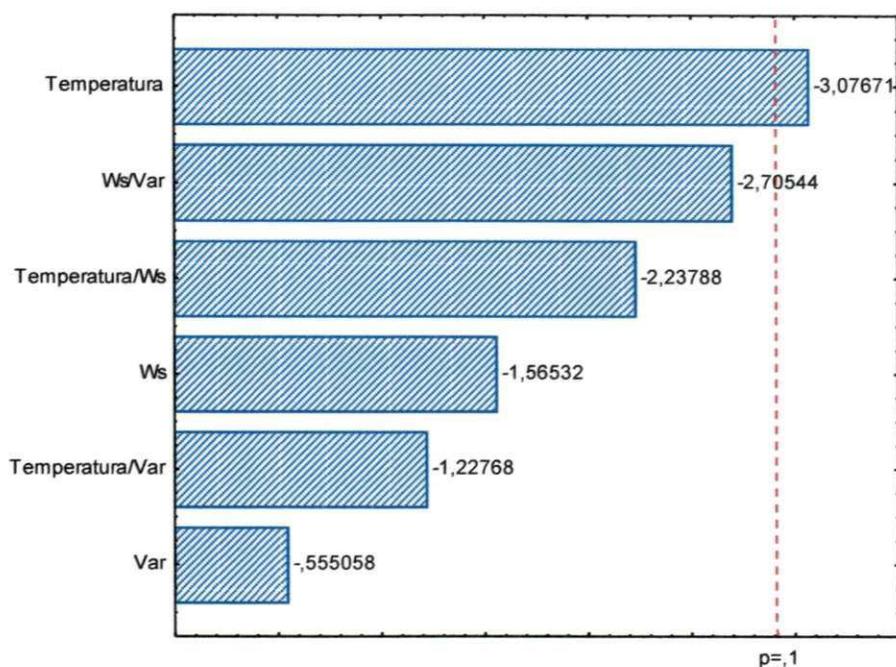


Figura 5.30. Diagrama de Pareto para o fator de Hausner. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

A análise de variância para a razão de Hausner dos extratos fitoterápicos de cumaru secados em leito de jorro, é mostrada na Tabela 5.17. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados é de 86,885%. A regressão explica 86,697% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 86,885%. Com relação ao teste F, a razão entre o $F_{\text{calculado}}$ e o F_{tabelado} é de 0,474, confirmando que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Tabela 5.17. ANOVA para a razão de Hausner. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F _{cal}
Regressão	0,0189	6	0,0032	4,4164
Resíduos	0,0029	4	0,0007	
Total	0,0218	10		

% variação explicada (R^2) = 86,885%; $F_{2; 6; 0,1} = 9,32$.

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.17.1 (Apêndice I). Conforme os coeficientes de regressão, apenas um parâmetro do modelo foi significativo para o fator de Hausner. A vazão de suspensão, segundo o modelo de regressão contribui positivamente no processo para a diminuição deste parâmetro. A Eq. 28 corresponde ao modelo obtido, sendo que os termos em negrito representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$FH = -5,044 + 0,0400 T + 0,867 V_{ar} + \mathbf{0,163 W_s} - 0,00213 T V_{ar} - 0,00088 T W_s - 0,0194 V_{ar} W_s \quad (28)$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para o índice de compressibilidade (IC)

Verifica-se, na Figura 5.31, o gráfico de Pareto para a variável resposta índice de compressibilidade. De acordo com o diagrama de Pareto, houve efeito significativo da variável temperatura no índice de compressibilidade, porém agindo negativamente para esta variável; as outras variáveis, como se observa no gráfico, não apresentaram efeito significativo para a variável.

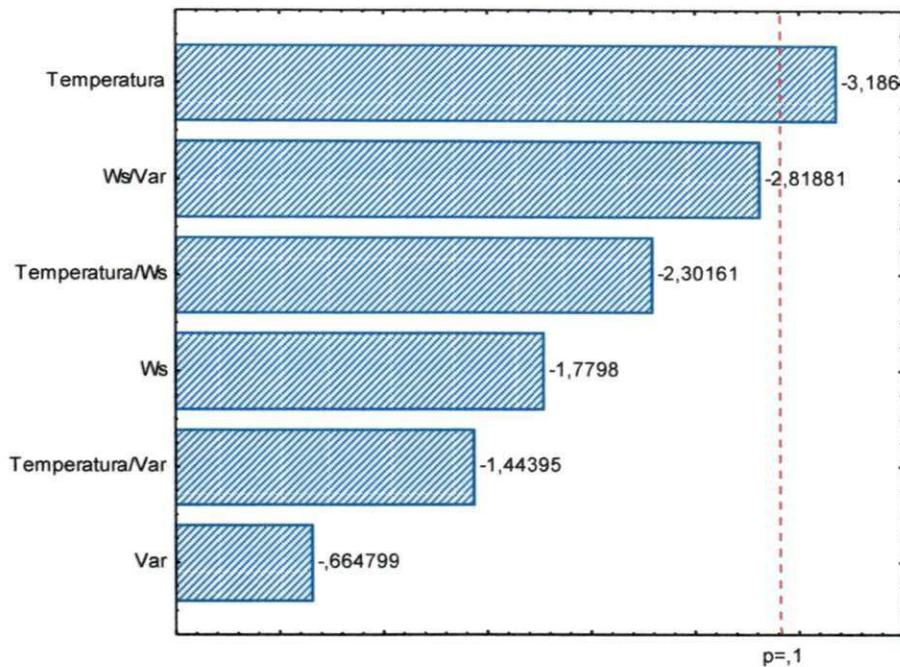


Figura 5.31. Diagrama de Pareto para o índice de compressibilidade. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Observa-se, na Tabela 5.18, a análise de variância para o índice de compressibilidade dos extratos secos. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 87,814%. A regressão explica um valor de 87,814% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 87,814%. Com relação ao teste F, o valor de $F_{\text{calculado}}$ é 0,515 vez menor que o F_{tabelado} mostrando que o modelo ajustado não é significativo nem, tampouco preditivo.

Tabela 5.18. ANOVA para o índice de compressibilidade. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	43,1612	6	7,1935	4,8042
Resíduos	5,9894	4	1,4973	
Total	49,1506	10		

% variação explicada (R^2) = 87,814%; $F_{2; 6; 0,1} = 9,32$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.18.1 (Apêndice I). De acordo com os coeficientes de regressão, somente um parâmetro do modelo foi significativo para o índice de compressibilidade. A vazão de suspensão contribui em relação ao modelo positivamente no processo para o aumento deste parâmetro. A Equação 29 corresponde ao modelo obtido, em que os termos em **negrito** representam as variáveis e suas interações que foram significativas:

$$IC = -288,626 + 2,074 T + 40,661 V_{ar} + \mathbf{8,110 W_s} - 0,099 T V_{ar} - 0,047 T W_s - 0,915 V_{ar} W_s \quad (29)$$

5.7.4. Morfologia das partículas

A análise morfológica das partículas foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV); nas Figuras 5.32 e 5.33 estão apresentadas fotomicrografias do extrato secado em leito de jorro, obtido em aumentos de 50, 100, 500, 1500, 5000 e 10000 vezes, nos ensaios de secagem.

Observa-se nas Figuras 5.32 e 5.33, a morfologia das partículas do experimento 3, podendo-se constatar que os extratos secados obtidos nos ensaios de secagem em secador leito de jorro, apresentaram excelente uniformidade, com formatos esféricos, comportamento este diagnosticado em todos os experimentos (fotos dos demais experimentos no Apêndice II).

Experimento 3

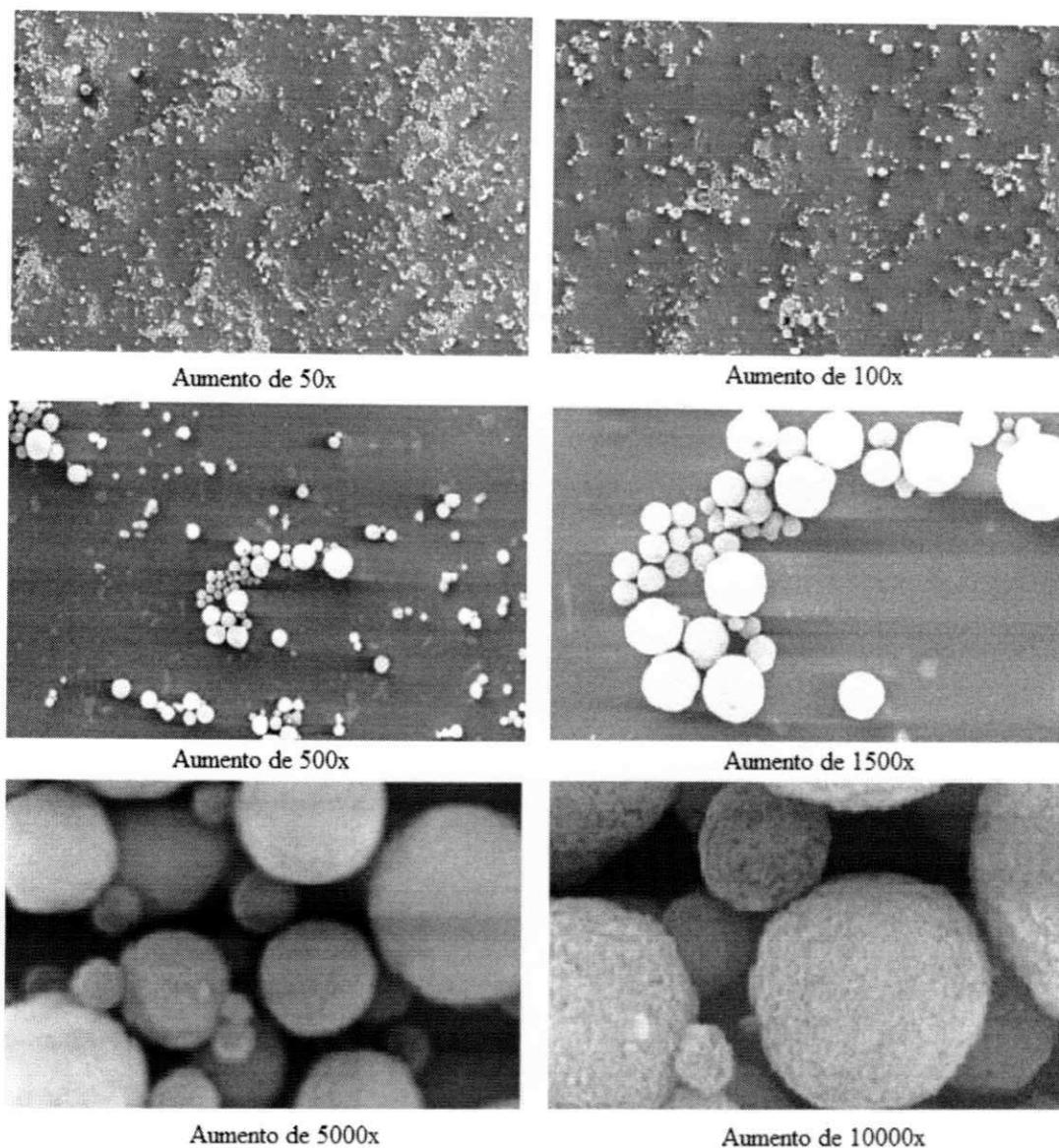


Figura 5.32. Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 4 g/min

Verifica-se, na Figura 5.33, o tamanho das partículas para o extrato seco de cumaru. O tamanho das partículas ficou compreendido de 1,95 μm a 9,65 μm , com média de 4,97 μm .

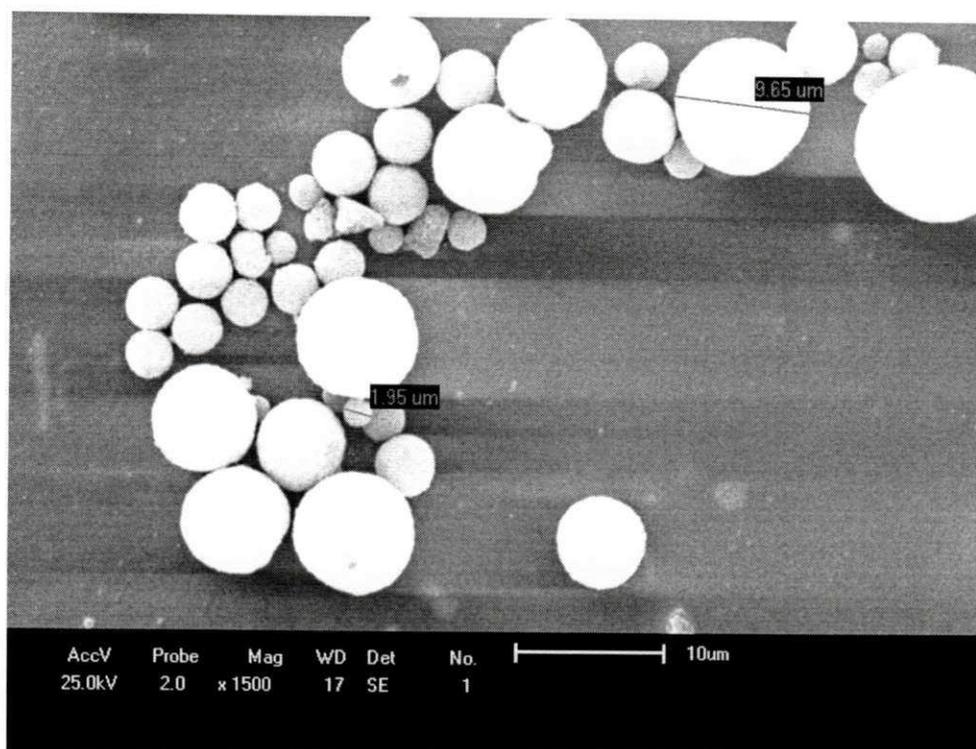


Figura 5.33. Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 4 g/min

5.7.5. Caracterização química dos extratos secos obtidos

Observam-se na Tabela 5.19, os resultados de pH, teor de alcaloide e de tanino para os extratos secos de cumaru. Verifica-se que o pH variou de 4,84 a 4,86, verificando a uniformidade dos extratos obtidos ante esta variável.

Observa-se, na determinação dos alcaloides, uma degradação deste composto variando 5,64 a 11,7%; pode-se observar nos dados que a degradação tende a aumentar com o aumento da temperatura, como previsto; portanto, para os alcaloides a temperatura é o fator limitante para obtenção de extrato seco de cumaru.

Em relação aos taninos, observa-se que não houve degradação desse composto químico nas condições de secagem trabalhadas, fato que pode ser explicado pela resistência do composto a altas temperaturas, comportamento não evidenciado para os alcaloides.

Tabela 5.19. Caracterização química dos extratos secos obtidos em secador leito de jorro

EXP.	Variáveis			Resultados obtidos com atomização em leito de jorro						
	T _{ge}	W _s	V _{ar}	pH (-)	TA _s (%)	TA _{pó} (%)	D (%)	TT _s (%)	TT _{pó} (%)	D (%)
1	70	4	35,279	4,86	2,40	2,21	7,68	0,01	0,01	0
2	70	4	37,932	4,85	2,40	2,23	7,11	0,01	0,01	0
3	90	4	35,279	4,84	2,40	2,12	11,7	0,01	0,01	0
4	90	4	37,932	4,86	2,40	2,20	8,19	0,01	0,01	0
5	70	6	35,279	4,85	2,40	2,25	6,34	0,01	0,01	0
6	70	6	37,932	4,85	2,40	2,26	5,64	0,01	0,01	0
7	90	6	35,279	4,85	2,40	2,21	7,86	0,01	0,01	0
8	90	6	37,932	4,85	2,40	2,22	7,53	0,01	0,01	0
9	80	5	36,605	4,85	2,40	2,21	8,09	0,01	0,01	0
10	80	5	36,605	4,85	2,40	2,23	7,06	0,01	0,01	0
11	80	5	36,605	4,85	2,40	2,24	6,70	0,01	0,01	0

T_{ge} – temperatura do gás na entrada; W_s – vazão de alimentação no bico atomizador; V_{ar} – velocidade do ar; TA_s - teor de alcaloide na suspensão hidroalcoólica; TT_s – teor de tanino na suspensão hidroalcoólica; TA_{pó} – teor de alcaloide no pó; TT_{pó} – teor de tanino no pó; D – degradação dos compostos químicos

5.7.6. Análise estatística

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para pH

Verifica-se, no diagrama de Pareto (Figura 5.34) que todas as variáveis de entrada tiveram comportamento significativo para a variável de saída analisada, porém a vazão de suspensão, a temperatura e a interação entre a vazão de suspensão, influenciaram negativamente este parâmetro.

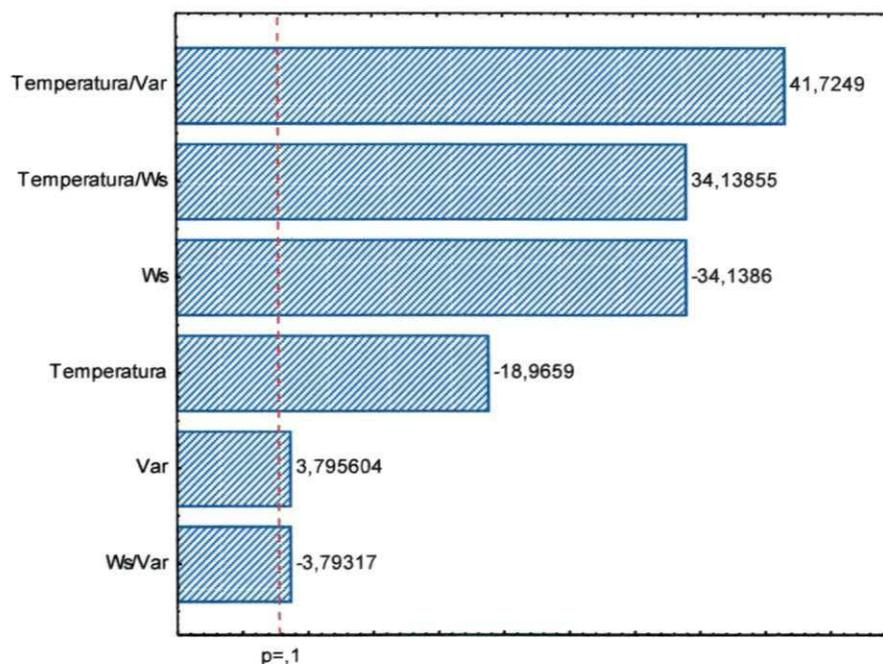


Figura 5.34 - Diagrama de Pareto para o pH do extrato seco. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Na Tabela 5.20 verifica-se a análise de variância para o pH dos extratos fitoterápicos de cumaru secado em leito de jorro. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 56,804%. A regressão explica 50% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 56,804%; com relação ao teste F, observa-se que o valor de $F_{\text{calculado}}$ é 0,094 vez menor que o F_{tabelado} mostrando que o modelo ajustado não é significativo nem preditivo.

Tabela 5.20. ANOVA para pH. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F _{cal}
Regressão	0,0001	6	0,0000	0,8767
Resíduos	0,0001	4	0,0000	
Total	0,0002	10		

% variação explicada (R^2) = 56,804%; $F_{2; 6; 0,1} = 9,326$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão que estão apresentados na Tabela 5.20.1 (Apêndice I). De acordo com os coeficientes de regressão, todos os parâmetro do modelo foram significativos para o pH; a vazão de suspensão contribui, em relação ao modelo, negativamente no processo. A Equação 30 corresponde ao modelo obtido, em que os termos em negrito representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$\text{pH} = 5,413 - 0,0073 T - 0,0111 V_{\text{ar}} - 0,0128 W_s + 0,0001 T V_{\text{ar}} + 0,0001 T W_s - 0,0001 V_{\text{ar}} W_s \quad (30)$$

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para alcaloide (TA)

Verifica-se, na Figura 5.35, que a temperatura exerceu efeito significativo para esta variável, porém agindo de forma negativa para esta substância. A vazão de suspensão e a velocidade do ar foram significativas e influenciaram positivamente para a não degradação dos alcaloides. A interação entre a velocidade do ar e a vazão de suspensão, influenciou negativamente sobre esta variável. A interação entre velocidade do ar e temperatura teve efeito significativo, agindo de forma positiva para a variável em análise.

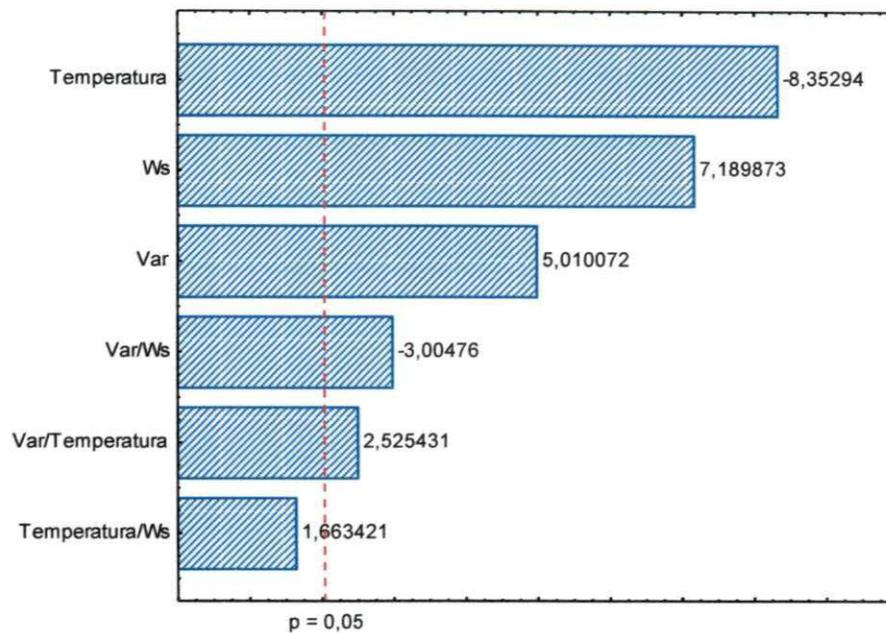


Figura 5.35. Diagrama de Pareto para o alcaloide. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

A análise de variância para teor de alcaloides é mostrada na Tabela 5.21. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 86,369%. A regressão explica 43,21% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 86,369%. Com relação ao teste F, observa-se que a razão entre o $F_{\text{calculado}}$ e o F_{tabelado} é de 2,9699 confirmando que o modelo ajustado é estatisticamente significativo podendo também ser considerado preditivo.

Tabela 5.21. ANOVA para o teor de alcaloides. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	0,0369	6	0,0061	7,3475
Resíduos	0,0485	58	0,0008	
Total	0,0854	64		

% variação explicada (R^2) = 86,369%; $F_{26; 6; 0,05} = 2,474$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 5.21.1 (Apêndice I). De acordo com os coeficientes de

regressão, quase todos os parâmetros do modelo foram significativos para os alcaloides, com exceção da velocidade do ar e da interação da temperatura e vazão de suspensão. A Equação 31 corresponde ao modelo obtido, cujos termos em negrito representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$TA = \mathbf{2,527} - \mathbf{0,0003 T} - 0,264 V_{ar} + \mathbf{0,235 W_s} + \mathbf{0,0005 T V_{ar}} - \mathbf{0,006 T W_s} + 0,0005 V_{ar} W_s \quad (31)$$

Observa-se, na Figura 5.36, que os valores experimentais tiveram um ajuste considerável uma vez que os valores experimentais estão bem próximos aos valores preditos pelo modelo havendo, assim, um ajuste satisfatório ao modelo empregado.

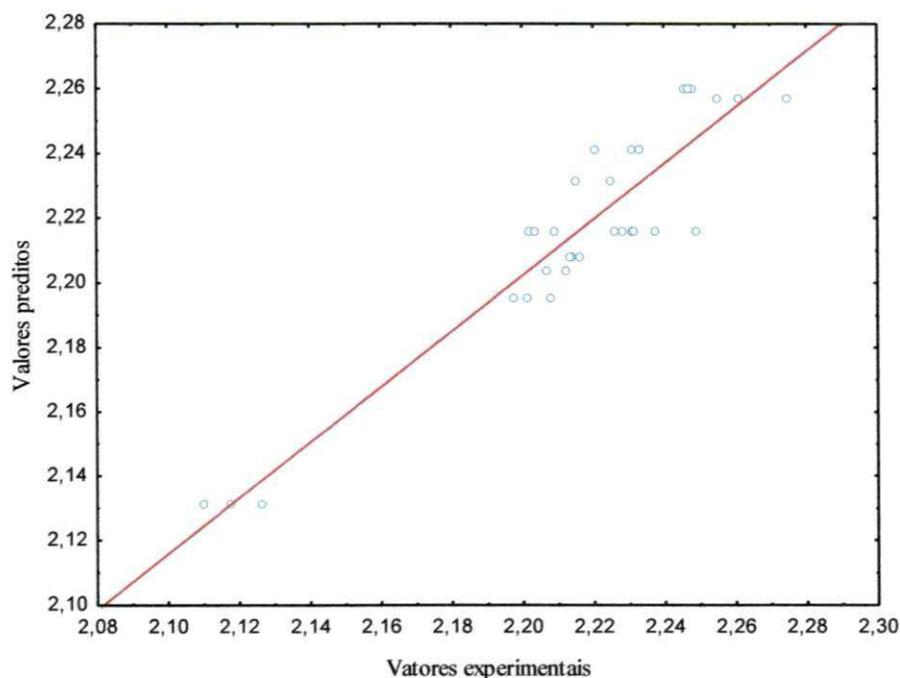


Figura 5.36. Valores experimentais versus valores preditos pelo modelo para alcaloides. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Na Figura 5.37 verifica-se uma distribuição bem aleatória dos valores, porém ocorreu uma leve tendência dos valores residuais aos valores preditos pelo modelo.

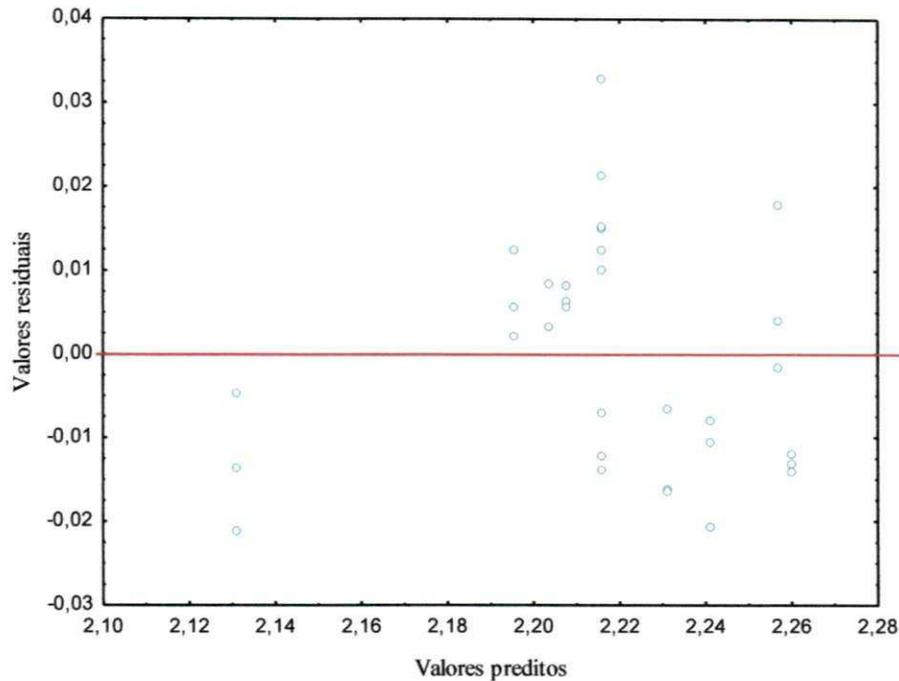
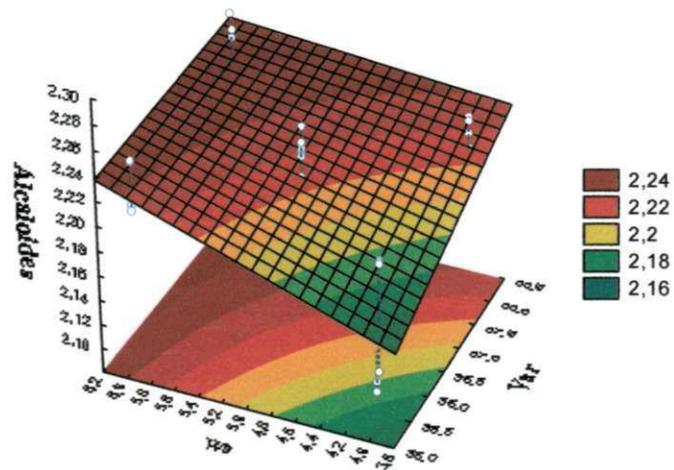


Figura 5.37. Valores preditos versus resíduos para alcaloides. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Nas Figuras 5.38 A e 5.38 B observa-se o comportamento das variáveis vazão de suspensão e velocidade do ar em relação ao teor de alcaloides. Verifica-se, também, que o aumento da vazão de suspensão e o aumento da velocidade favorecem a concentração dos alcaloides, ou seja, a taxa de degradação é diminuída; no entanto, quando se aumentou a vazão de suspensão e diminuiu a velocidade do ar, constatou-se uma diminuição na concentração de alcaloides indicando possivelmente, que houve uma degradação dos compostos ante as condições de trabalho.

A.

Superfície de resposta
Teor de alcaloides



B.

Curva de contorno
Teor de alcaloides

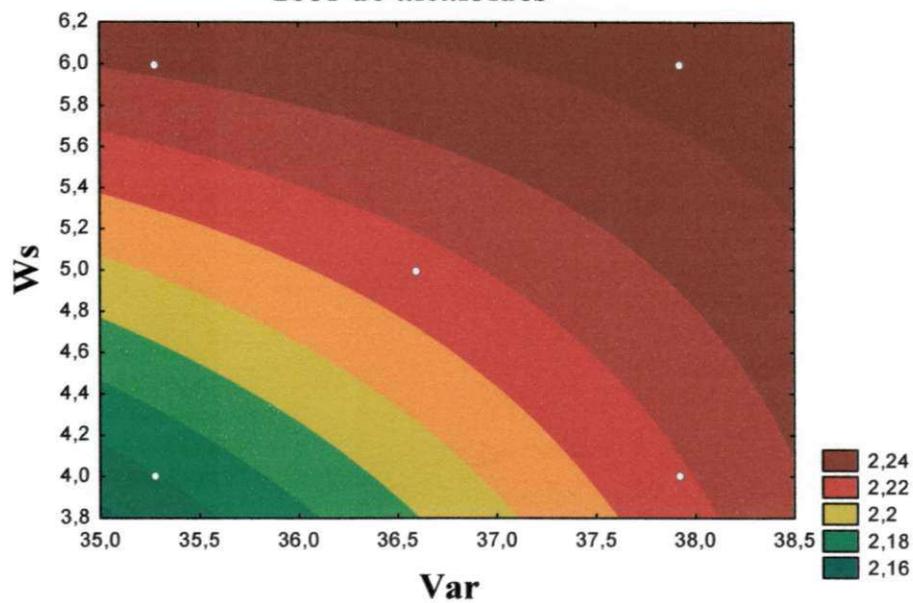


Figura 5.38. Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para o teor de alcaloides.

Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para taninos (TT)

De acordo com a Figura 5.39, somente a velocidade do ar influenciou significativamente para a não degradação dos taninos.

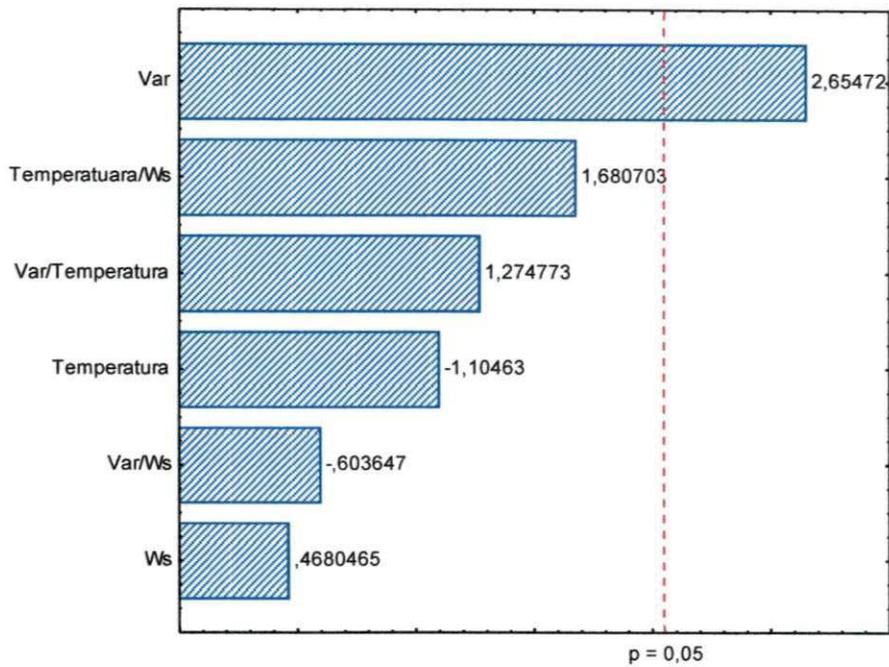


Figura 5.39. Diagrama de Pareto para taninos. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão

Na Tabela 5.22, verifica-se a análise de variância para o teor de taninos. O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados, é de 33,844%. A regressão explica 17,647% da variação total em torno da média para um valor máximo explicável de 35,468%. Com relação ao teste F, observa-se que o valor de $F_{\text{calculado}}$ é 0,842 vez menor que o F_{tabelado} , indicando que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

Tabela 5.22. ANOVA para teor de taninos. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	0,000006	6	0,0000	2,0838
Resíduos	0,000028	58	0,0000	
Total	0,000034	64		

% variação explicada (R^2) = 35,468%; $F_{26; 6; 0,1} = 2,474$

Os resultados obtidos possibilitaram a determinação dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 5.22.1 (Apêndice I). De acordo com os coeficientes de regressão, nenhum dos parâmetros do modelo foi significativo para os taninos; a Equação 32 corresponde ao modelo obtido, sendo que os termos em **negrito** representam as variáveis e suas interações, que foram significativas:

$$TT = 0,039 - 0,000 T - 0,000 V_{ar} + 0,000 W_s + 0,000 T V_{ar} - 0,000 T W_s + 0,000 V_{ar} W_s \quad (32)$$

Ao restante dos experimentos, não houve significância entre os pontos experimentais e os valores preditos pelo modelo de 1º ordem ajustado nem se verificou comportamento significativo entre os valores preditos e os valores residuais pelo modelo linear ajustado.

6. CONCLUSÕES

Ante o exposto, pode-se concluir que:

- A temperatura é fator limitante para as condições de secagem trabalhadas, ou seja, influencia diretamente as propriedades físicas e químicas dos extratos secos obtidos.
- A velocidade do ar de secagem influencia diretamente na recuperação do produto.
- A maior temperatura de secagem influencia diretamente o teor residual de água.
- A alta vazão de suspensão e a baixa velocidade do ar de secagem, têm influência direta no aumento da taxa de acúmulo nas partículas e da taxa de elutriação.
- Quanto à caracterização físico-química dos produtos obtidos, 45% das amostras analisadas se adequaram ao limite de umidade preconizado pela Farmacopeia Brasileira, de até 4%.
- Em relação ao tamanho das partículas, os extratos secos apresentaram diferença considerada mínima na distribuição granulométrica, variando os diâmetros médios de 3,53 a 6,70 μm .
- Em relação à composição química dos extratos secos, houve maior degradação nos alcaloides para as temperaturas mais elevadas; para os taninos não houve degradação.
- O processo de secagem em secador leito de jorro é uma técnica adequada para a secagem de extrato de cumaru, possibilitando maior uniformidade e estabilidade para o extrato seco.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, C.; ROCHA, C.S. Fluidodinâmica de sementes de brócolos em leito fluidizado e leito de jorro. **Scientia Agricola**, v.59, n.4, p.645-652, 2002.

ALMEIDA, J.R.G.S.; GUIMARÃES, A.G.; SIQUEIRA, J.S.; SANTOS, M.R.V.; LIMA, J.T.; NUNES, X.P.; QUINTANS-JÚNIOR, L.J. *Amburana cearensis* – uma revisão química e farmacológica. **Scientia Plena**, v.6, n.11, p.1-8, 2010.

ARAGÃO, C.F.S. Desenvolvimento de metodologias analíticas para padronização de extratos de *Cissampelos Sympodialis* EICHL (Milona). João Pessoa: Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal da Paraíba, 2002. Tese (Doutorado). 201p.

ALSINA, O.L.S.; MORAIS, V.L.M.; LIMA, L.M.R.; SOARES, F.H.L. Studies on the performance of the spouted bed dryer for west Indian cherry pulp. **X International Drying Symposium**. Kradów – Poland, 1996.

ARARUNA, S.M. **Desenvolvimento e padronização (HPLC-DAD) do extrato seco por spray-dryer de *Amburana cearensis* A. C. Smith cumaru**. Fortaleza: Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal do Ceará, 2008. Dissertação (Mestrado). 125p.

BARROSO, G.M.; PEIXOTO, A.L.; COSTA, C.G.; ICHASO, C.L.F.; GUIMARÃES, E.F.; LIMA, H.C. **Sistemática de angiospermas do Brasil**. Viçosa: UFV, v.3, 1991. 326p.

BASSANI, V.L. Valorisation the formes galeniques vegetales desalcoolisation et concentration de solutions of the solutions extratives sur membrane d' osmose inverse. Montpellier: Faculté of the Pharmacie, 1990, Tese (Doutorado). 261p.

BRAGA, T.V.; OLIVEIRA, T.T.; PINTO, J.T.; DORES, R.G.R.; NAGEM, T.J. Determinação de massa fresca, massa seca, água e cinzas totais de folhas de *Cissus verticillata* (L.) Nicolson & C. E. Jarvis subsp. *verticillata* e avaliação do processo de

secagem em estufa com ventilação forçada. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v.28, n.3, p.287-290, 2007.

BROADHEAD, J.; ROUAN, S.K.E.; RHODES, C.T. The Spray drying of pharmaceuticals. **Drug Development and Industrial Pharmacy**, v.18, n.11-12, p.1169-1206. 1992.

CARVALHO, P.E.R. **Espécies florestais brasileiras: recomendações silviculturais, potencialidades e uso da madeira**. Brasília: EMBRAPA, 1994. 640p.

CALIXTO, J.B. Biodiversidade como fonte de medicamentos. **Revista da Sociedade Brasileira para o Progresso da Ciência**, n.3, p.37-39, 2003.

CANUTO, K.M.; SILVEIRA, E.R. Estudo fitoquímico de espécimens cultivados de cumaru (*Amburana cearensis* A.C. Smith). **Química Nova**, v.33, n.3, p.662-666, 2010.

CANUTO, K.M. Aspectos químicos do estudo interdisciplinar (Química-Agronomia-Farmacologia) de *Amburana cearensis* A.C. Smith. Fortaleza: Programa de Pós-Graduação em Química Orgânica, Universidade Federal do Ceará, 2007. Tese (Doutorado). 323p.

CANUTO, K.M.; SILVEIRA, E.R. Constituintes químicos da casca do caule de *Amburana cearensis* A.C. SMITH. **Química Nova**, v.29, n.6, p.1241-1243, 2006.

Conferência Internacional sobre Atenção Primária em Saúde, Alma-Ata, 6-12 set. 1978. Genebra: **Organização Mundial da Saúde**, 1978. 91 p. [Série Saúde para Todos].

CORDEIRO, D.S. Produção de extrato seco de *Maytemus ilicifolia* Martius ex Reiss pelo processo leito de jorro. Ribeirão Preto, Programa de Pós-Graduação Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, 2000. Dissertação (Mestrado). 80p.

COSTA, L.C.B.; CORRÊA, R.M.; CARDOSO, J.C.W.; PINTO, J.E.B.P.; BERTOLUCCI, S.K.V.; FERRI, P.H. Secagem e fragmentação da matéria seca no

rendimento e composição do óleo essencial de capim-limão. **Horticultura Brasileira**, v.23, n.4, p.956-959, 2005.

COSTA, M.C.C.D.; AGUIAR, J.S.; NASCIMENTO, S.C. Atividade citotóxica de extratos brutos de *Lippia alba* (Mill.) N.E. Brown (Verbenaceae). **Acta Farmacêutica Bonarense**, v.3, n.3, p.349-352, 2004.

CUNHA, F.G. Estudo da extração mecânica de bixina das sementes de urucum em leito de jorro. Uberlândia: Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, 2008. Dissertação (Mestrado). 92p.

Farmacopeia Brasileira. 4.ed. São Paulo: Atheneu, 1988. pt.1.

CECHINEL FILHO, V.; YUNES, R.A. Estratégias para a obtenção de compostos farmacologicamente ativos a partir de plantas medicinais. Conceitos sobre modificação estrutural para otimização. **Química Nova**, v.21, n. 1, p.99-105, 1998.

FRANCO, L.L. **As sensacionais 50 plantas medicinais campeãs de poder curativo**. 4.ed., v.1. O Naturalista, 1999. 238p.

FREITAS, L.A.P.; FREIRE, J.T. Heat transfer in a draft tube tube spouted bed with bottom solids feed, **Powder Technology**, v.114, p.152-162, 2001.

GOMES, E.C.S.; BARBOSA, J.; VILAR, F.C.R.; PEREZ, J.O.; RAMALHO, R.C. Plantas da caatinga de uso terapêutico: levantamento etnobotânico. **In Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica, anais...** João Pessoa, 2007.

LIMA, L.R.; XAVIER, H.S.; MEIRA, J.L.; ROLIM NETO, P.J.R. Desenvolvimento e validação da metodologia de quantificação gravimétrica de resina glicosídica em fitoterápicos contendo *Operculina macrocarpa* (L.) Urban. **Revista Brasileira de Farmacognosia**. v.16, n.4, p.562-567, 2006.

LORENZI, H. **Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. Nova Odessa: Instituto Plantarum, 3.ed., v.2, 2009. 384p.

LEITE, E.J. State-of-knowledge of *Amburana cearensis* (Fr. Allem.) A.C. Smith (Leguminosae: Papilionoideae) for genetic conservation in Brazil. **Journal for Nature Conservation**, v.13, p.49-65, 2005.

MAIA, G. N. **Caatinga: árvores e arbustos e suas utilidades**. São Paulo: D & Z Editora, 2004. 413 p.

MASTER, K. **Spray drying handbook**. George Godwin, Ltd., London, 3rd ed., 1979.

MATHUR, K. B.; GISHLER, P. E., Spouted Beds, **Academic Press**. New York, 1974. 304p.

MELO, K.S.; NASCIMENTO, M.A.; GOMES, W.C.; CABRAL, S.B.; ROCHA, A.P.T. Fluidodinâmica de leite de jorro com leite de cabra e polpa de cajá. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v.5, n.4, p. 61-67, 2010.

MOREIRA, C.G.A.; ESTRADA, K.R.F.S.; BONALDO, S.M.; STANGARLIN, J.R.; CRUZ, M.E.S. Caracterização parcial de frações obtidas de extratos de *Cymbopogon nardus* com atividade elicitora de fitoalexinas em sorgo e soja e efeito sobre *Colletotrichum lagenarium*. **Summa Phytopathologica**, v.34, n.4, p.332-337, 2008.

MÜLLER, S.D. Determinação de alcalóides e flavonóides através de clae e uv de extrato de passiflora alata curtis, passifloraceae – maracujá-doce. Universidade Vale do Itajaí, Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, 2006. Dissertação (Mestrado). 91p.

NASCIMENTO, V.T.; LACERDA, E.U.; MELO, J.G.; LIMA, C.S.A.; AMORIM, E.L.C.; ALBUQUERQUE, U.P. Controle de qualidade de produtos à base de plantas medicinais comercializados na cidade do Recife-PE: erva-doce (*Pimpinella anisum* L.), quebra-pedra (*Phyllanthus* spp.), espinheira santa (*Maytenus ilicifolia* Mart.) e

camomila (*Matricaria recutita* L.). **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v.7, n.3, p.56-64, 2005.

OLIVEIRA, O.W.; PETROVICK, P.R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.20, n.4, p.641-650, 2010.

OLIVEIRA, W.P; FREIRE, J.T. Analysis of the evaporation rate in the spout beds zones during drying of liquid materials using a three region model. **Drying** 96, p.504-512, Krakow, Poland, 1996.

PACHÚ, C.O. Processamento de plantas medicinais para obtenção de extratos secos e líquidos. Campina Grande: Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande, 2007. Tese (Doutorado). 102p.

PACHÚ, C.O. Novas lignanas isoladas da *Ocotea duckei* Vattimo e atividade Psicodpressora da iangambina. João Pessoa: Laboratório de Tecnologia Farmacêutica, Universidade Federal da Paraíba, 1994. Dissertação (Mestrado). 137p.

PAES, J.B.; MAORAIS, V.M.; LIMA, C.R. Resistência natural de nove madeiras do semiárido brasileiro a fungos xilófagos em condições de laboratório. **Revista Árvore**, v.28, n.2, p.275-282, 2004.

PAGLIARUSSI, R.S. Obtenção de extrato bruto de sementes de guaraná (*Paullinia cupana*) sob a forma de pó e avaliação da influência dos processos de extração e secagem no teor de cafeína do extrato obtido. Ribeirão Preto: Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, 1999. Dissertação (Mestrado). 91p.

PANSERA, M.R.; SANTOS, A.C.A.; PAESE, K.; WASUM, R.; ROSSATO, M.; ROTA, L.D.; PAULETTI, G.F.; SERAFINI, L.A. Análise de taninos totais em plantas aromáticas e medicinais cultivadas no Nordeste do Rio Grande do Sul. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.13, n.1, p.17-22, 2003.

PROVASI, M.; OLIVEIRA, C.E.; MARTINO, M.C.; PESSINI, L.G.; BAZOTTE, R.B.; CORTEZ, D.A.C. Avaliação da toxicidade e do potencial antihiperlipidêmico da *Averrhoa carambola* L. (Oxalidaceae). **Acta Scientiarum**, v.23, n.3, p. 665-669, 2001.

PIO-CORRÊA, M. **Dicionário das plantas úteis do Brasil e das exóticas cultivadas**. Brasília: Ministério da Agricultura, Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal, 1984. 510p.

PRISTA, L.N.; ALVES, A.C.; MORGADO, R. **Tecnologia Farmacêutica**, v. 2, 4.ed., Fundação Calouste Gulbenkian, 1995.

PRICE, M. L.; HAGERMAN, A. E.; BUTLER, L. G. Tannin content of cowpeas, chickpeas, pigeonpeas and mung beans. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, Washington, v.28, n.2, p.459-461, 1980.

RIBEIRO, J. E. L. S.; HOPKINS, M. J. G.; VICENTINI, A.; SOTHERS, C. A.; COSTA, M. A. S.; BRITO, J. M.; SOUZA, M. A. D.; MARTINS, L. H. P.; LOHMANN, L. G.; ASSUNÇÃO, P. A. C. L.; PEREIRA, E. C.; SILVA, C. F.; MESQUITA, M. R.; PROCÓPIO, L. C. **Flora da Reserva Ducke: Guia de identificação das plantas vasculares de uma floresta de terra-firme na Amazônia Central**. Manaus: INPA, 1999. 816 p.

ROCHA, A.P.T.; ALSINA, O.L.S.; FLÁVIO, V.S.S.; SILVA, F.L.H. Cinética de produção de levedura seca em leito de jorro. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.12, n.1, p.81-86, 2008.

ROCHA, A.P.T. Estudo do processo de recobrimento contínuo de extratos fitoterápicos secos em leito de jorro. Campina Grande: Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande, 2006. Tese (Doutorado). 149p.

RUNHA, F.P.; CORDEIRO, D.S.; PEREIRA, C.A.M.; VILEGAS, J.; OLIVEIRA, W.P. Production of dry extracts of medicinal brazilian plants by spouted bed process: development of the process and evaluation of thermal degradation during the drying

operation. Food and Bioproducts Processing. **Official Journal of the European Federation of Chemical Engineering**, v.79, p.160-168, 2001.

SILVA, R.M.F.; GOMES, T.C.B.L.; ALBUQUERQUE, M.M.; SILVA JUNIOR, J.O.C.; BARBOSA, W.L.R.; ROLIM NETO, P.J. Abordagem sobre os diferentes processos de secagem empregados na obtenção de extratos secos de plantas medicinais. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v.14, n.1, p.103-109, 2012.

SILVEIRA, E. R.; PESSOA, O. D. L. **Constituintes micromoleculares de plantas do Nordeste com potencial farmacológico**. Fortaleza: Editora Expressão Gráfica, 2005, 216p.

SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; MELLO, J. C. P.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R. **Farmacognosia: Da planta ao medicamento**. Editora UFRGS, 6.ed, Porto Alegre, 2007. 1101p.

SOARES, R.D.; CHAVES, M.A.; SILVA, A.A.L.; SILVA, M.V.; SOUZA, B.S. Influência da temperatura e velocidade do ar na secagem de manjeriço (*Ocimum basilicum* L.) com relação aos teores de óleos essenciais e de linalol. **Ciência e Agrotecnologia**, v.31, n.4, p.1108-1113, 2007.

SOUZA, A.; VENDRAMINI, R.C.; BRUNETTI, I.L.; REGASINI, L.O.; BOLZANI, V.S.; SILVA, D.H.S.; PEPATO, M.T. Tratamento crônico com extrato alcoólico de *Pterogyne nitens* não melhora parâmetros clássicos do diabetes experimental. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.19, n.2, p.412-417, 2009.

SOUZA, C.R.F. Estudo comparativo da produção de extrato seco de *Bauhinia forficata* Link pelos processos de spray-dryer e leito de jorro. Ribeirão Preto, Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, 2003. Dissertação (Mestrado). 180p.

TEUNOU, E.; FITZPATRICK, J.J.; SYNNOT, E.C. Characterization of food powder flowability. **Journal of Food Engineering**, v.39, p.31-37, 1999.

TREVISAN, M.T.S.; MACEDO, F.V.V. Seleção de plantas com atividade anticolinesterase para tratamento da doença de Alzheimer. **Química Nova**, v. 26, n.3, p. 301-304, 2003.

VEIGA JÚNIOR, F.; PINTO A.C. Plantas medicinais: cura segura? **Química Nova**, v.28, n.3, p.519-528, 2005.

VENSKUTONIS, P.R. Effect of drying on the volatile constituents of thyme (*Thymus vulgaris* L.) and sage (*Salvia officinalis* L.). **Food Chemistry**, v.59, n.2, p.219-227, 1997.

VIEGAS JÚNIOR, C.V.; BOLZANI, V.S.; FURLAN, M. Produtos naturais como candidatos a fármacos úteis no tratamento do mal de Alzheimer. **Química Nova**, v.27, n.4, p.655-660, 2004.

VINATORU, M. An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs. **Ultrasonics Sonochemistry**, v.8, p. 303-313, 2001.

Apêndice I – Coeficientes de regressão das variáveis de saída analisadas nos ensaios de secagem

Tabela 5.9.1 - Coeficientes de regressão para a taxa de recuperação do produto. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	-177,31	333,75	-0,53	0,648	-1151,8	797,25
Temperatura	3,68	3,53	1,04	0,407	-6,64	14,00
V_{ar}	-13,75	36,20	-0,37	0,740	-119,48	91,97
W_s	5,09	9,00	0,56	0,628	-21,21	31,39
Temperatura/V_{ar}	-0,09	0,12	-0,78	0,514	-0,47	0,26
Temperatura/W_s	-0,07	0,094	-0,77	0,518	-0,35	0,20
V_{ar}/W_s	0,47	0,949	0,497	0,667	-2,30	3,24

Tabela 5.10.1 - Coeficientes de regressão para a taxa de acúmulo nas partículas. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	-896,91	257,58	-3,48	0,07	-1649,05	-144,78
Temperatura	8,89	2,72	3,26	0,08	0,93	16,86
V_{ar}	9,12	27,94	0,32	0,77	-72,47	90,72
W_s	30,41	6,95	4,37	0,04	10,12	50,71
Temperatura/V_{ar}	0,56	0,09	5,83	0,02	0,28	0,85
Temperatura/W_s	-0,32	0,07	-4,36	0,04	-0,53	-0,10
V_{ar}/W_s	-1,32	0,73	-1,80	0,21	-3,46	0,81

Tabela 5.11.1 - Coeficientes de regressão para o teor residual de água. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	77,46	22,80	3,39	0,076	10,86	144,06
Temperatura	-0,25	0,24	-1,05	0,40	-0,95	0,45
V _{ar}	-9,79	2,47	-3,96	0,05	-17,02	-2,57
W _s	-2,01	0,61	-3,26	0,08	-3,80	-0,21
Temperatura/V _{ar}	-0,01	0,008	-1,67	0,23	-0,03	0,01
Temperatura/W _s	0,007	0,006	1,20	0,35	-0,01	0,02
V _{ar} /W _s	0,28	0,064	4,41	0,04	0,09	0,47

Tabela 5.12.1 - Coeficientes de regressão para a taxa de evaporação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	-2,65	3,80	-0,69	0,55	-13,75	8,44
Temperatura	0,05	0,04	1,42	0,29	-0,06	0,17
V _{ar}	0,65	0,4	1,58	0,25	-0,55	1,85
W _s	0,07	0,10	0,69	0,55	-0,22	0,37
Temperatura/V _{ar}	-0,0005	0,001	-0,36	0,75	-0,004	0,003
Temperatura/W _s	-0,001	0,001	-1,43	0,28	-0,004	0,001
V _{ar} /W _s	0,005	0,010	0,49	0,66	-0,02	0,036

Tabela 5.13.1 - Coeficientes de regressão para a taxa de elutriação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	-769,97	519,17	-1,48	0,27	-2285,94	745,99
Temperatura	6,20	5,49	1,128	0,37	-9,85	22,25
V_{ar}	37,11	56,32	0,65	0,57	-127,35	201,57
W_s	29,33	14,01	2,09	0,17	-11,57	70,25
Temperatura/V_{ar}	0,66	0,19	3,41	0,07	0,10	1,24
Temperatura/W_s	-0,27	0,14	-1,85	0,20	-0,71	0,15
V_{ar}/W_s	-2,17	1,47	-1,47	0,27	-6,48	2,14

Tabela 5.15.1 - Coeficientes de regressão para a densidade bruta. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	3,52	0,573	6,15	0,025	1,852	5,198
Temperatura	-0,023	0,006	-3,93	0,059	-0,041	-0,0061
V_{ar}	-0,326	0,062	-5,24	0,034	-0,507	-0,144
W_s	-0,073	0,015	-4,72	0,041	-0,118	-0,027
Temperatura/V_{ar}	0,001	0,000	5,05	0,036	0,0004	0,001
Temperatura/W_s	0,0005	0,000	3,08	0,091	0,0000	0,0009
V_{ar}/W_s	0,006	0,001	4,09	0,054	0,001	0,011

Tabela 5.16.1 - Coeficientes de regressão para a densidade de compactação. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	2,26	0,23	9,68	0,01	1,58	2,953
Temperatura	-0,01	0,002	-6,67	0,02	-0,02	-0,009
V _{ar}	-0,09	0,025	-3,90	0,05	-0,17	-0,025
W _s	-0,03	0,006	-5,38	0,03	-0,05	-0,015
Temperatura/V _{ar}	0,0006	0,000	7,55	0,01	0,00	0,000
Temperatura/W _s	0,0003	0,000	4,88	0,03	0,00	0,000
V _{ar} /W _s	0,001	0,000	1,93	0,19	-0,00	0,003

Tabela 5.17.1 - Coeficientes de regressão para o fator de Hausner. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	-5,04	2,52	-1,99	0,18	-12,4	2,33
Temperatura	0,04	0,02	1,49	0,27	-0,03	0,11
V _{ar}	0,86	0,27	3,16	0,08	0,06	1,66
	0,16		2,40	0,13	-0,03	0,36
Temperatura/V _{ar}	-0,00	0,00	-2,23	0,15	-0,00	0,00
Temperatura/W _s	-0,00	0,00	-1,22	0,34	-0,00	0,00
V _{ar} /W _s	-0,01	0,00	-2,70	0,11	-0,04	0,00

Tabela 5.18.1 - Coeficientes de regressão para o índice de compressibilidade. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	-288,62	114,1	-2,52	0,12	-621,85	44,6
Temperatura	2,07	1,20	1,71	0,22	-1,45	5,60
V_{ar}	40,66	12,38	3,28	0,08	4,51	76,8
	8,11		2,63	0,11	-0,88	17,1
Temperatura/V_{ar}	-0,09	0,04	-2,30	0,14	-0,22	0,02
Temperatura/W_s	-0,04	0,03	-1,44	0,28	-0,14	0,04
V_{ar}/W_s	-0,91	0,32	-2,81	0,10	-1,86	0,03

Tabela 5.20.1 - Coeficientes de regressão para o pH. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	5,413	0,014	371,97	0,000	5,371	5,456
Temperatura	-0,007	0,000	-47,78	0,000	-0,007	-0,006
V_{ar}	-0,011	0,001	-7,04	0,019	-0,015	-0,006
W_s	-0,012	0,000	-32,78	0,000	-0,014	-0,011
Temperatura/V_{ar}	0,000	0,000	34,13	0,000	0,000	0,000
Temperatura/W_s	0,000	0,000	41,72	0,000	0,000	0,000
V_{ar}/W_s	-0,000	0,000	-3,79	0,063	-0,000	-0,000

Tabela 5.21.1 - Coeficientes de regressão para alcaloide. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	2,52	0,811	3,11359	0,004	0,859	4,196
Temperatura	-0,000	0,021	-0,01787	0,985	-0,045	0,044
V_{ar}	-0,026	0,008	-3,07581	0,004	-0,044	-0,008
W_s	0,235	0,088	2,67278	0,012	0,054	0,416
Temperatura/V_{ar}	0,000	0,000	2,52543	0,017	0,000	0,001
Temperatura/W_s	-0,006	0,002	-3,00476	0,005	-0,011	-0,002
V_{ar}/W_s	0,000	0,0003	1,66342	0,108	-0,000	0,001

Tabela 5.22.1 - Coeficientes de regressão para tanino. Efeito da temperatura, velocidade do ar de secagem e vazão de suspensão.

Fator	Coeficientes de Regressão	Erro	t(2)	p	Lim. Conf. -90%	Lim. Conf. 90%
Média	0,039	0,035	1,111	0,276	-0,020	0,099
Temperatura	-0,000	0,000	-0,415	0,680	-0,002	0,001
V_{ar}	-0,000	0,000	-1,481	0,150	-0,001	0,000
W_s	-0,000	0,003	-0,080	0,936	-0,006	0,006
Temperatura/V_{ar}	0,000	0,000	1,132	0,267	-0,000	0,000
Temperatura/W_s	-0,000	0,000	-0,448	0,657	-0,000	0,000
V_{ar}/W_s	0,000	0,000	1,880	0,071	0,000	0,000

Apêndice II – Fotomicrografias eletrônicas dos extratos secos

Experimento 1

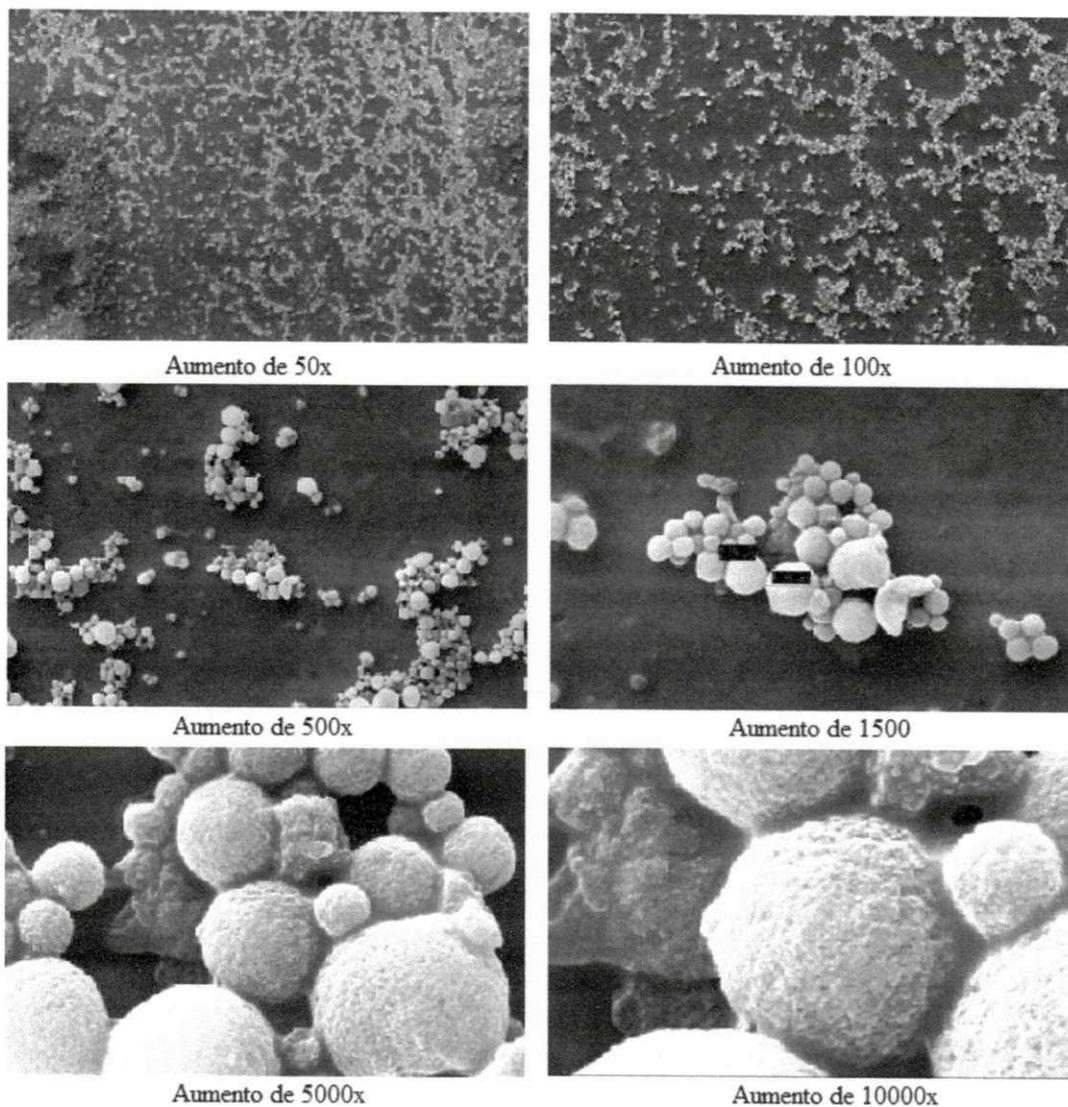


Figura 5.32 (1) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 4 g/min.

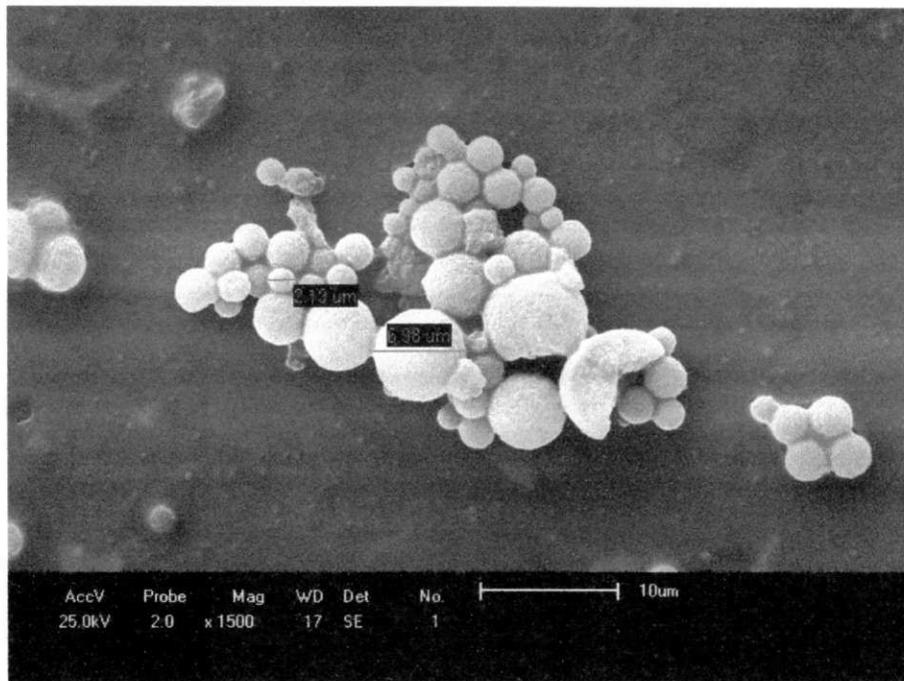


Figura 5.33 (1) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 4 g/min.

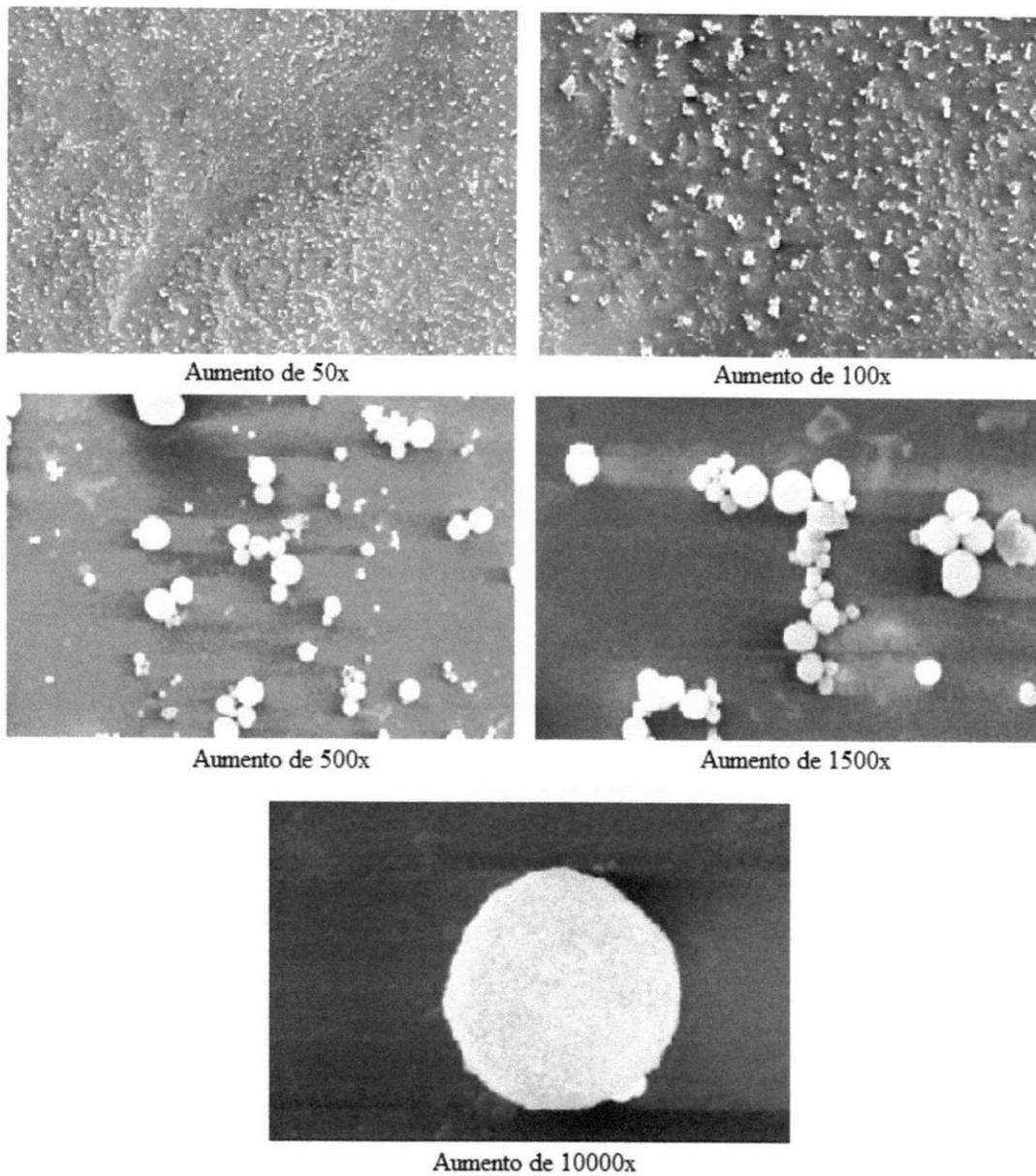
Experimento 2

Figura 5.32 (2) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 4 g/min.

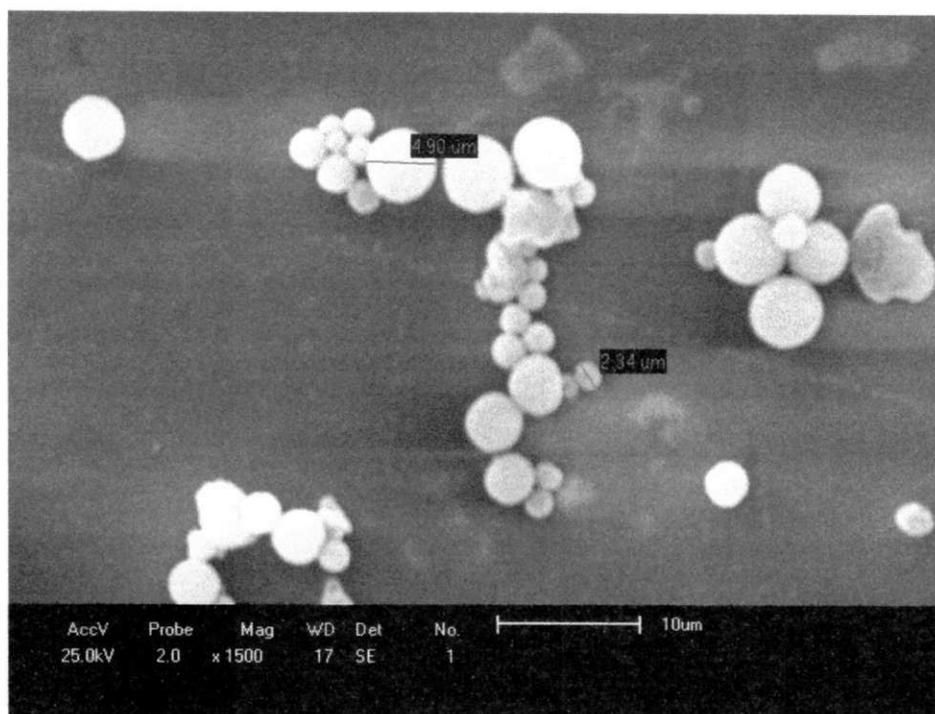


Figura 5.33 (2) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 4 g/min.

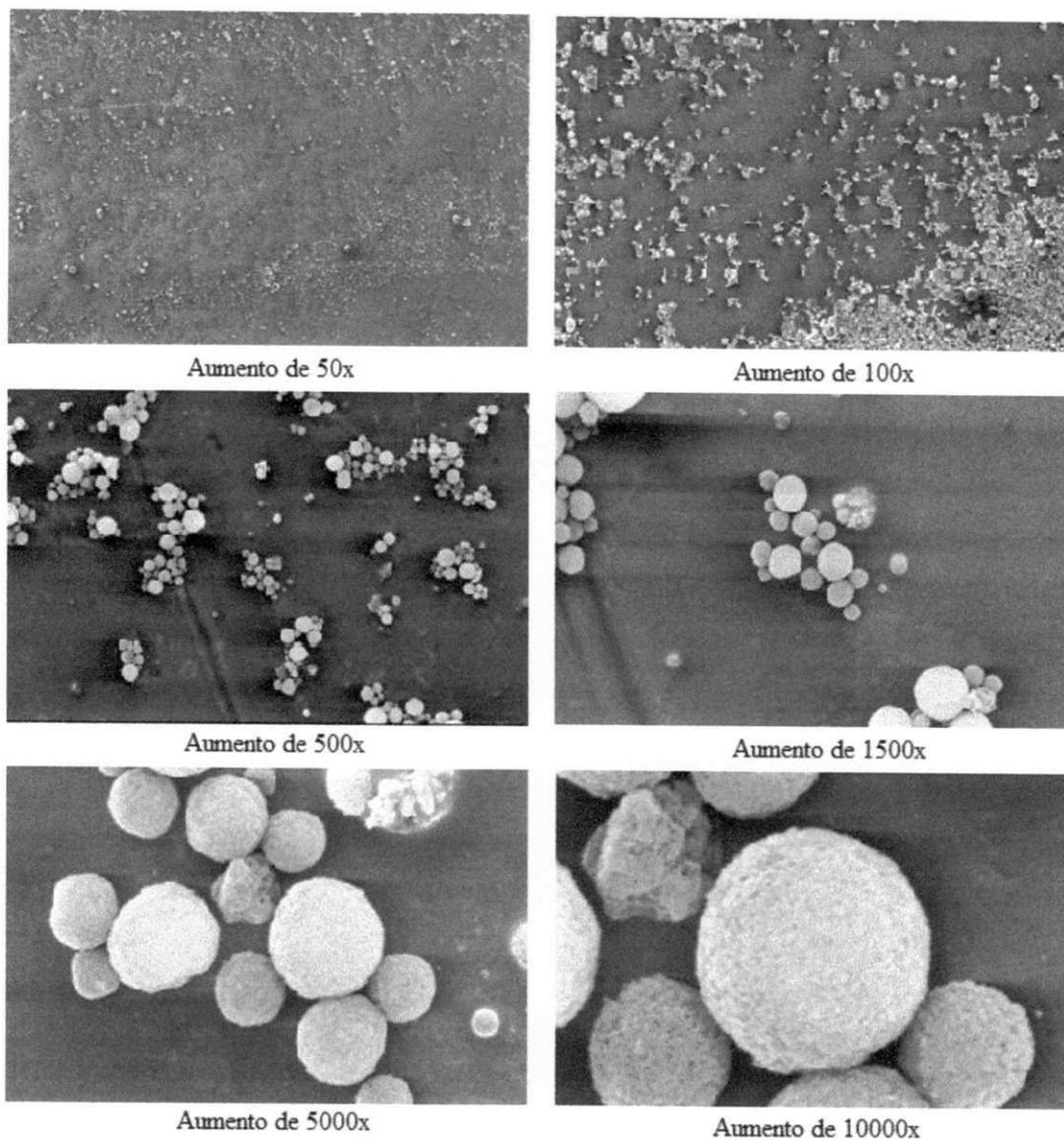
Experimento 4

Figura 5.32 (3) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 4 g/min.

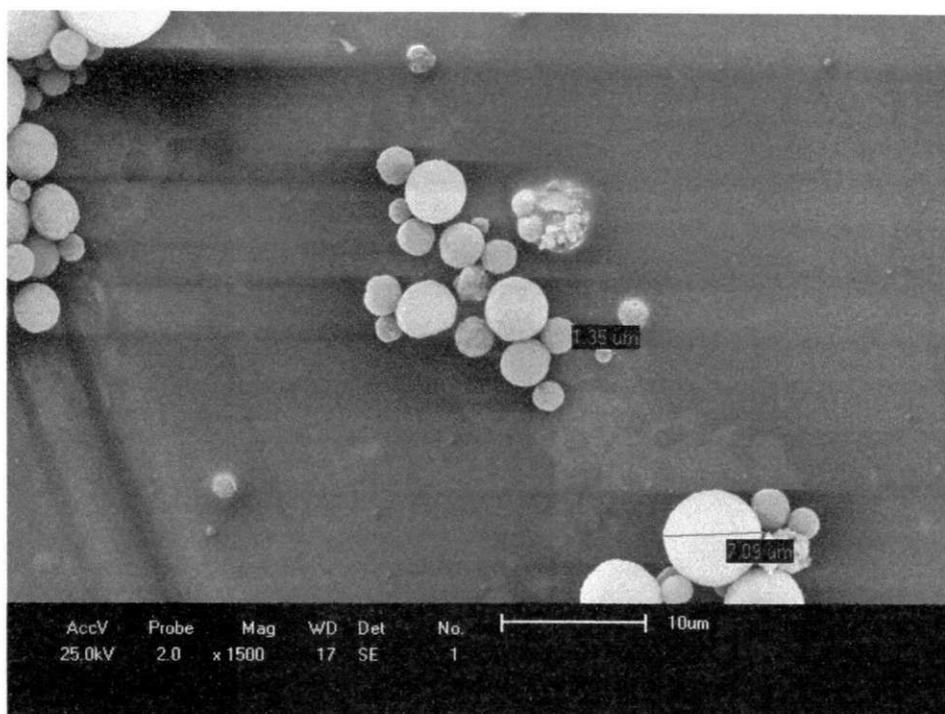


Figura 5.33 (3) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 4 g/min.

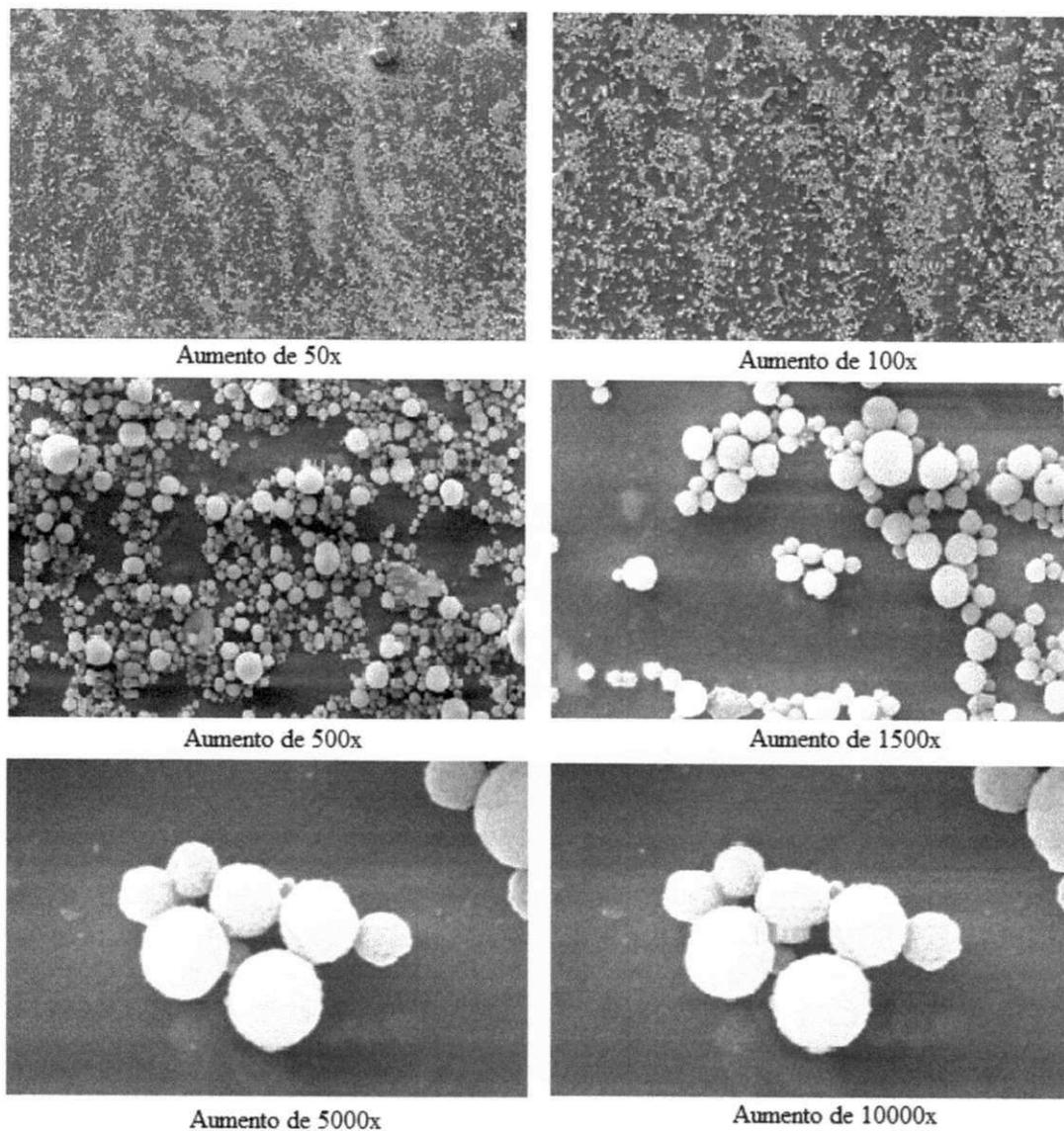
Experimento 5

Figura 5.32 (4) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 6 g/min.

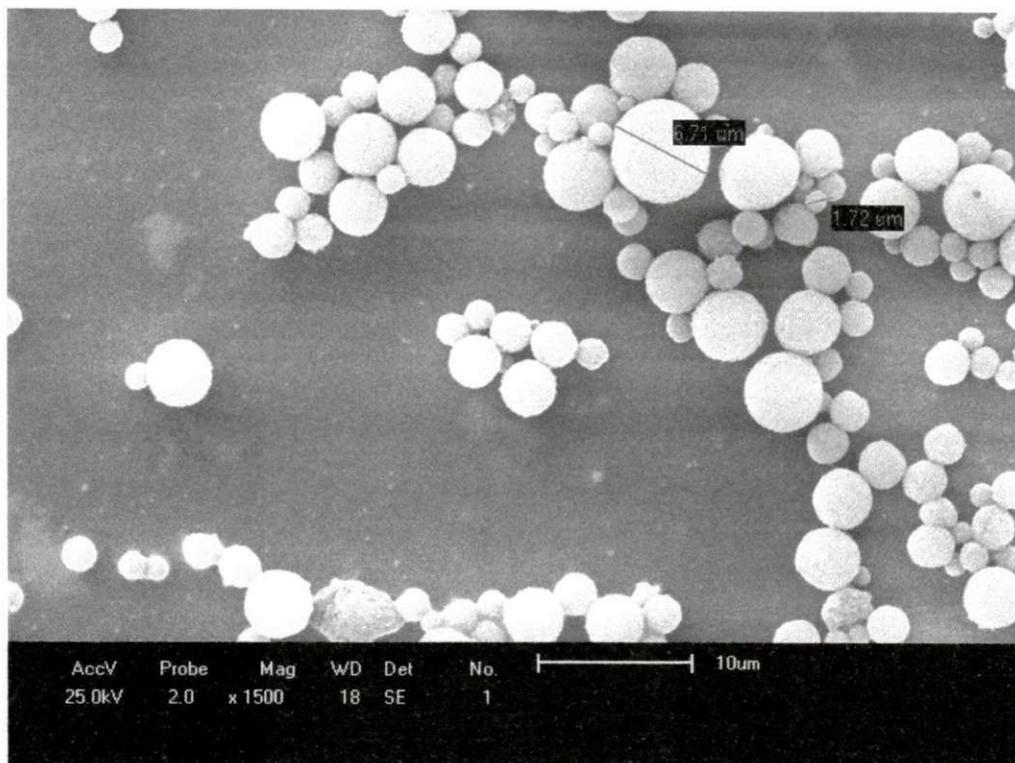


Figura 5.33 (4) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 6 g/min.

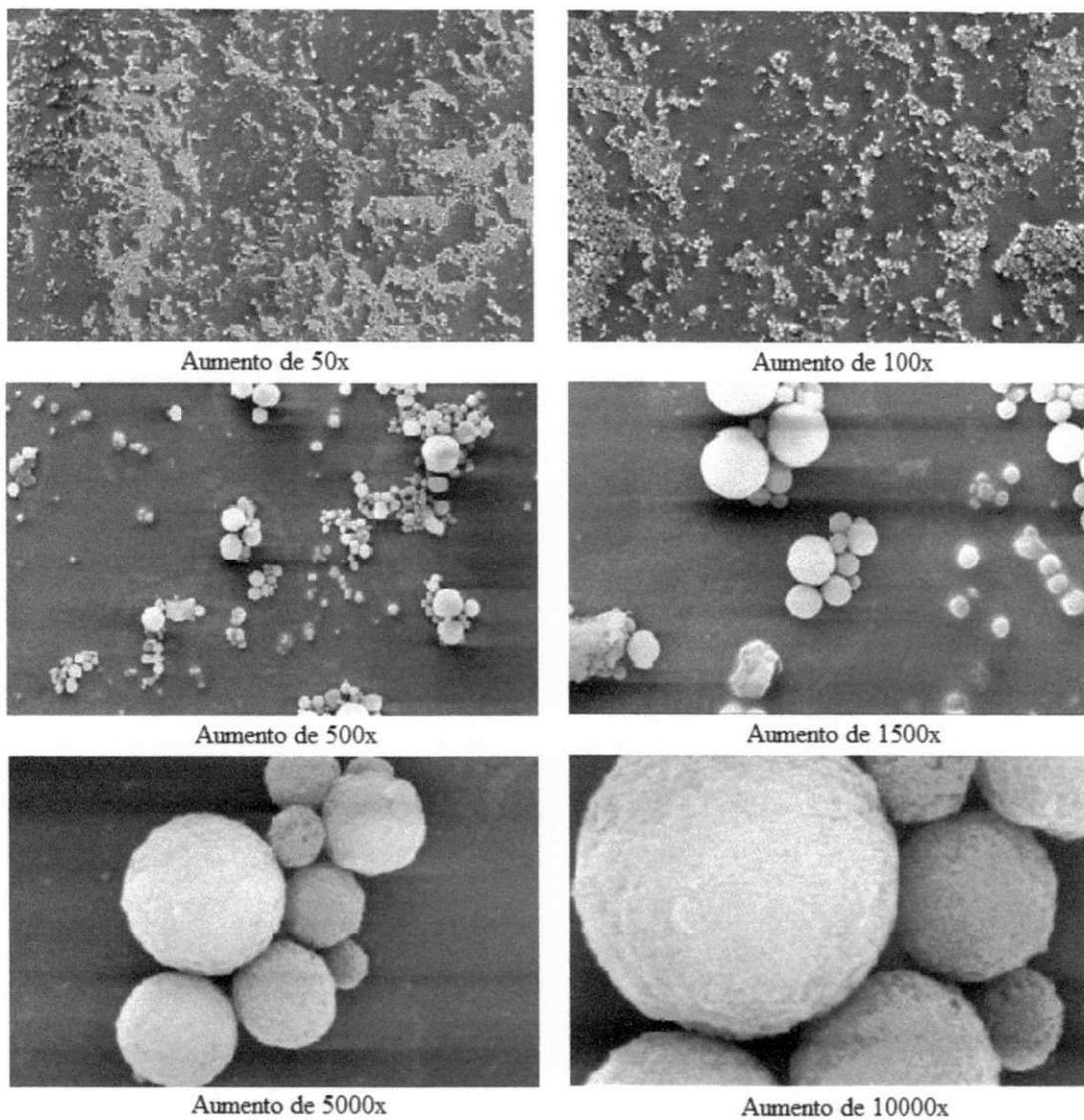
Experimento 6

Figura 5.32 (5) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 6 g/min.

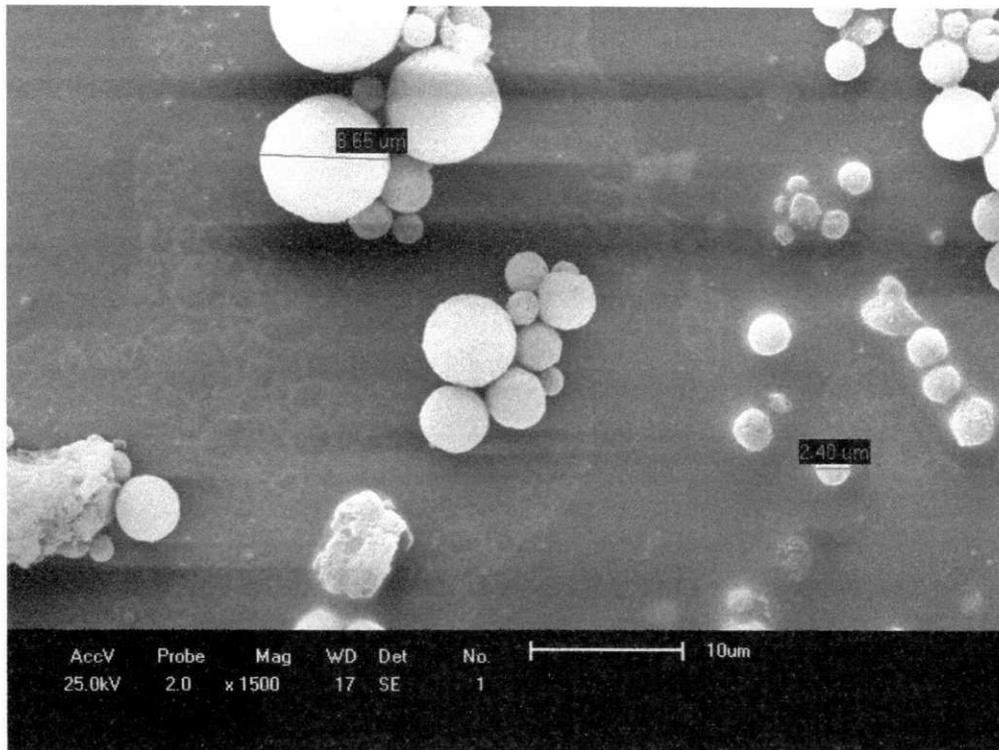


Figura 5.33 (5) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 70 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 6 g/min.

Experimento 7

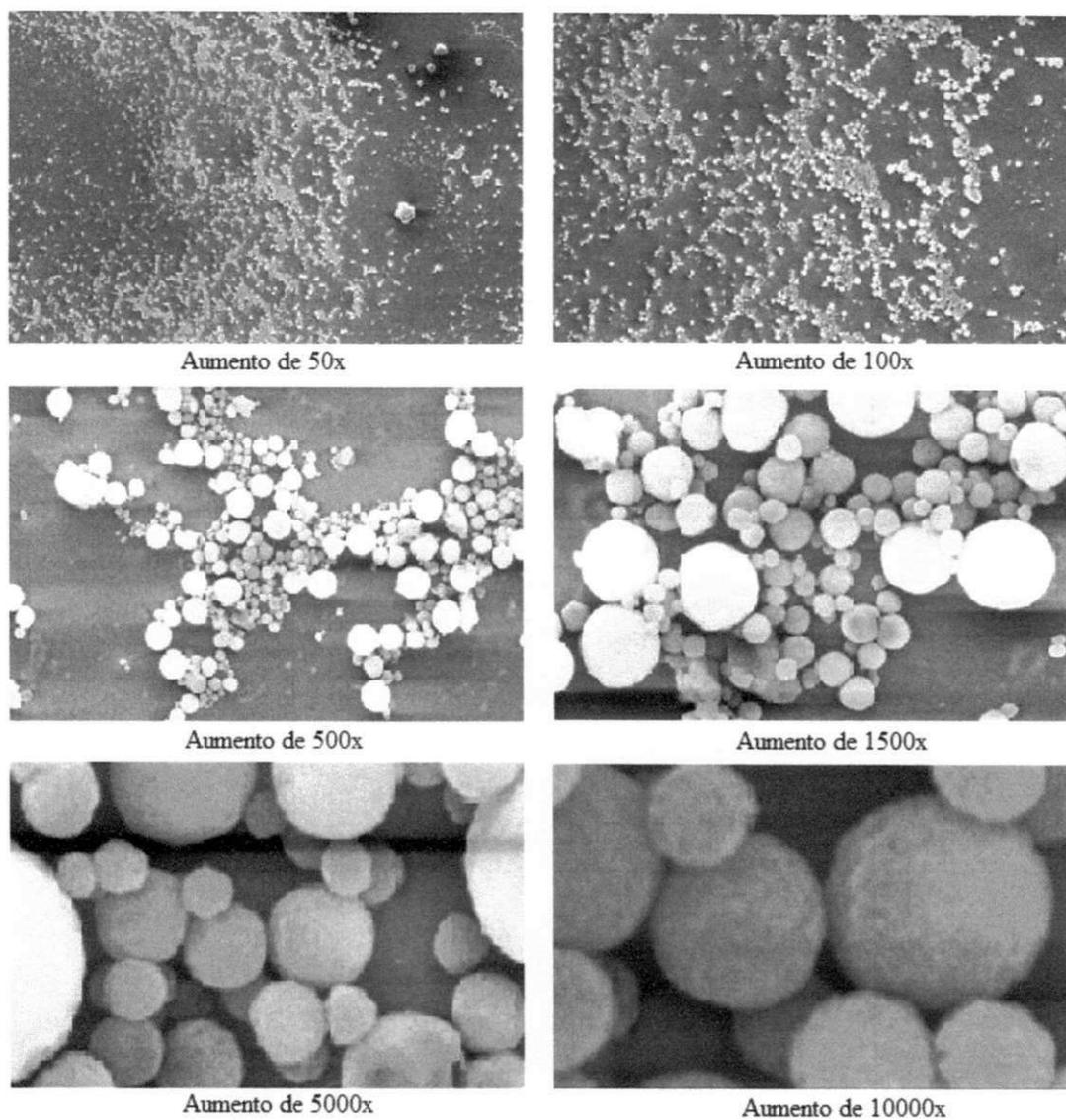


Figura 5.32 (6) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 6 g/min.

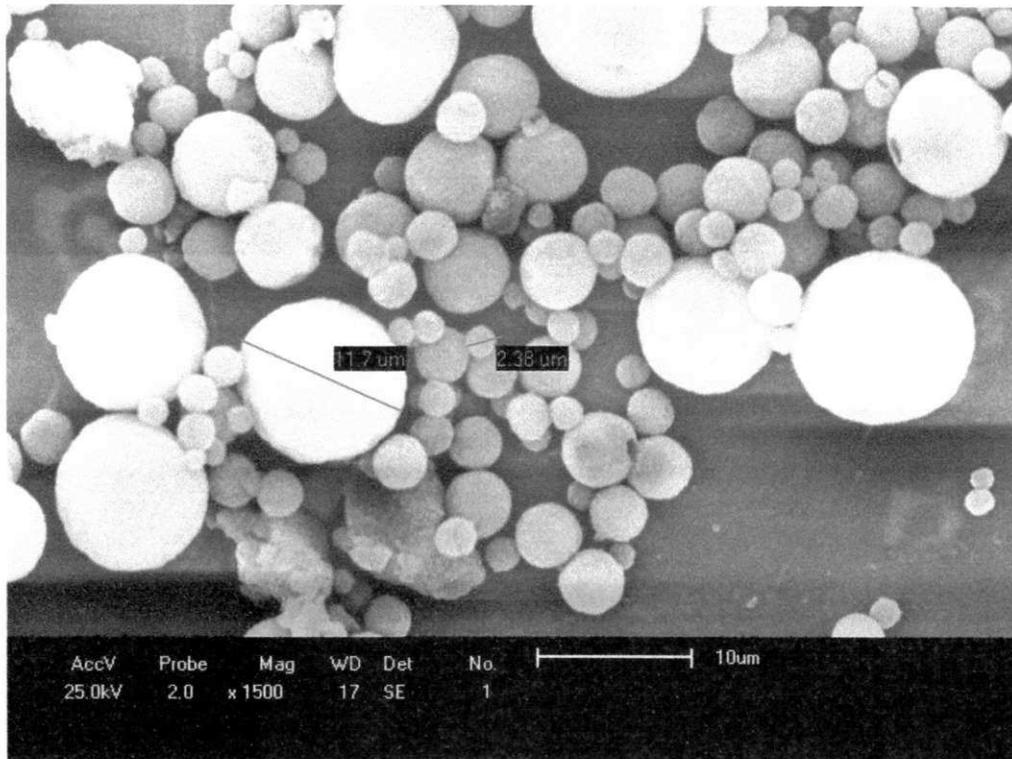


Figura 5.33 (6) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 35,279 m/s e W_s de 6 g/min.

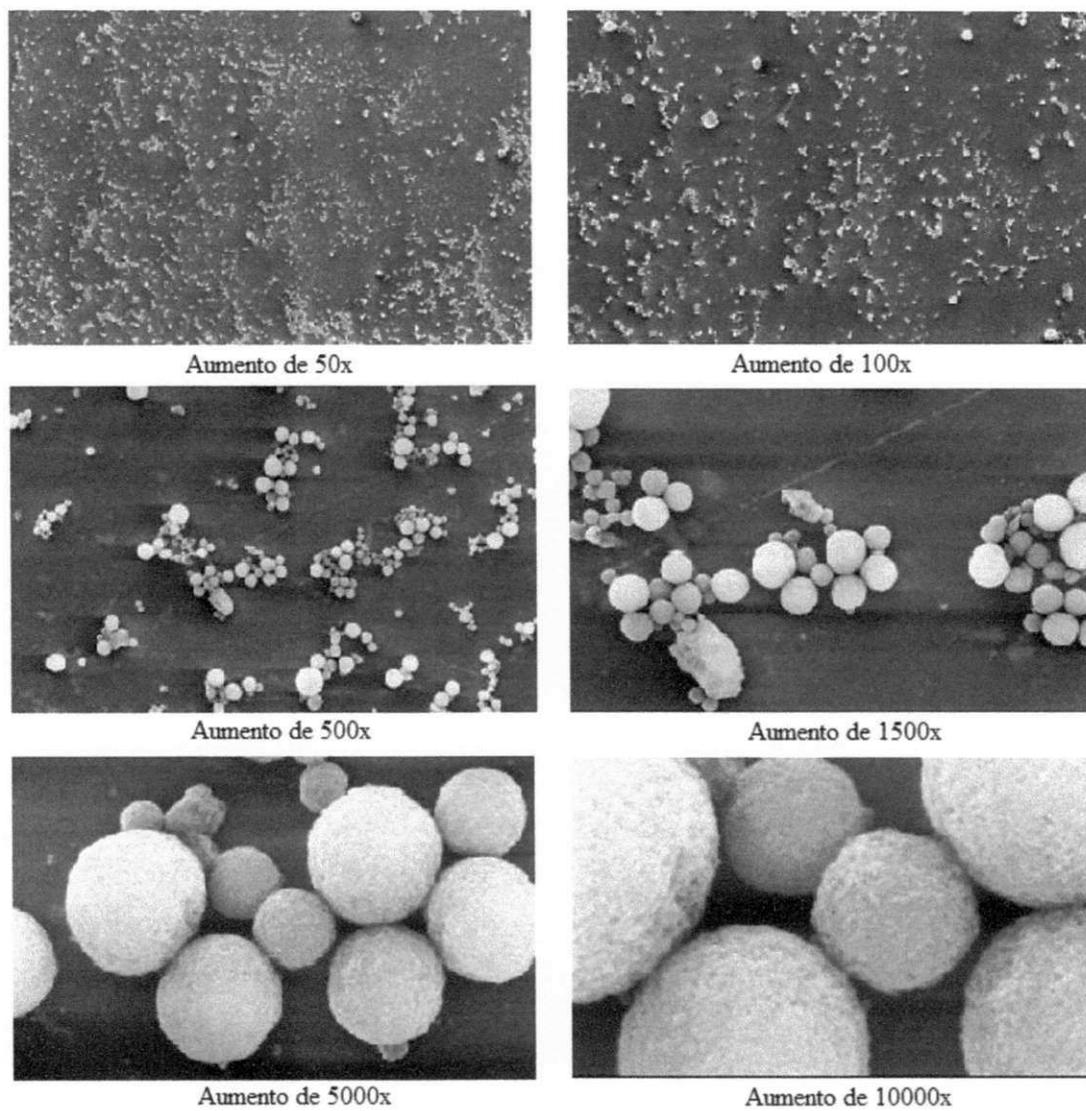
Experimento 8

Figura 5.32 (7) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 6 g/min.

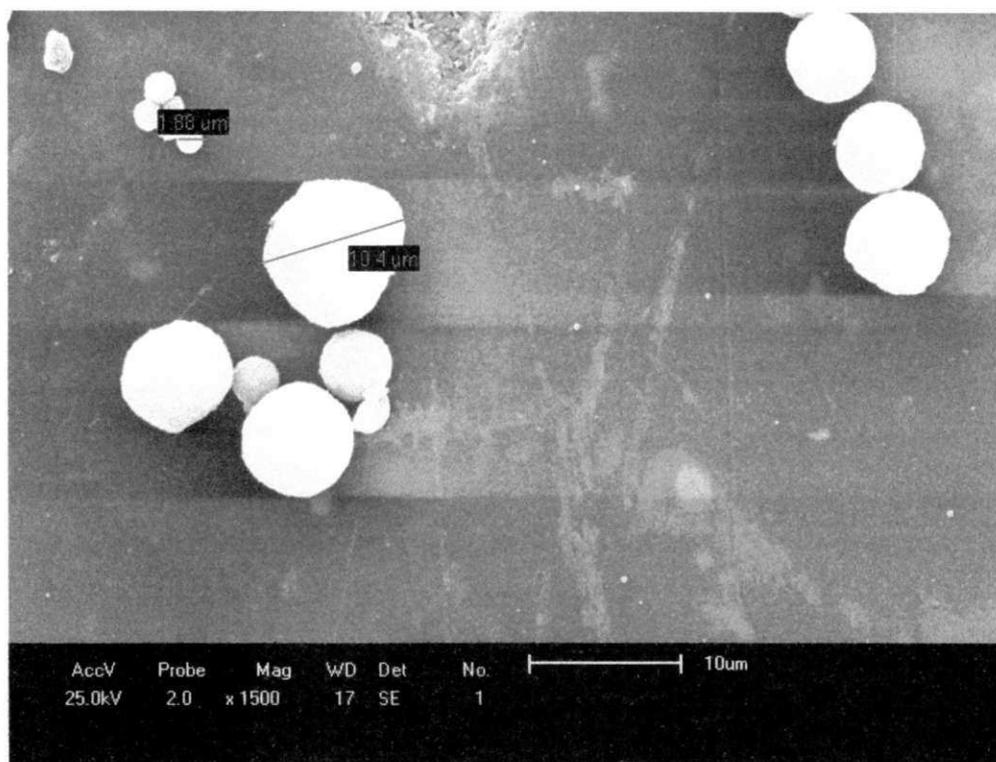


Figura 5.33 (7) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 90 °C, V_{ar} de 37,932 m/s e W_s de 6 g/min.

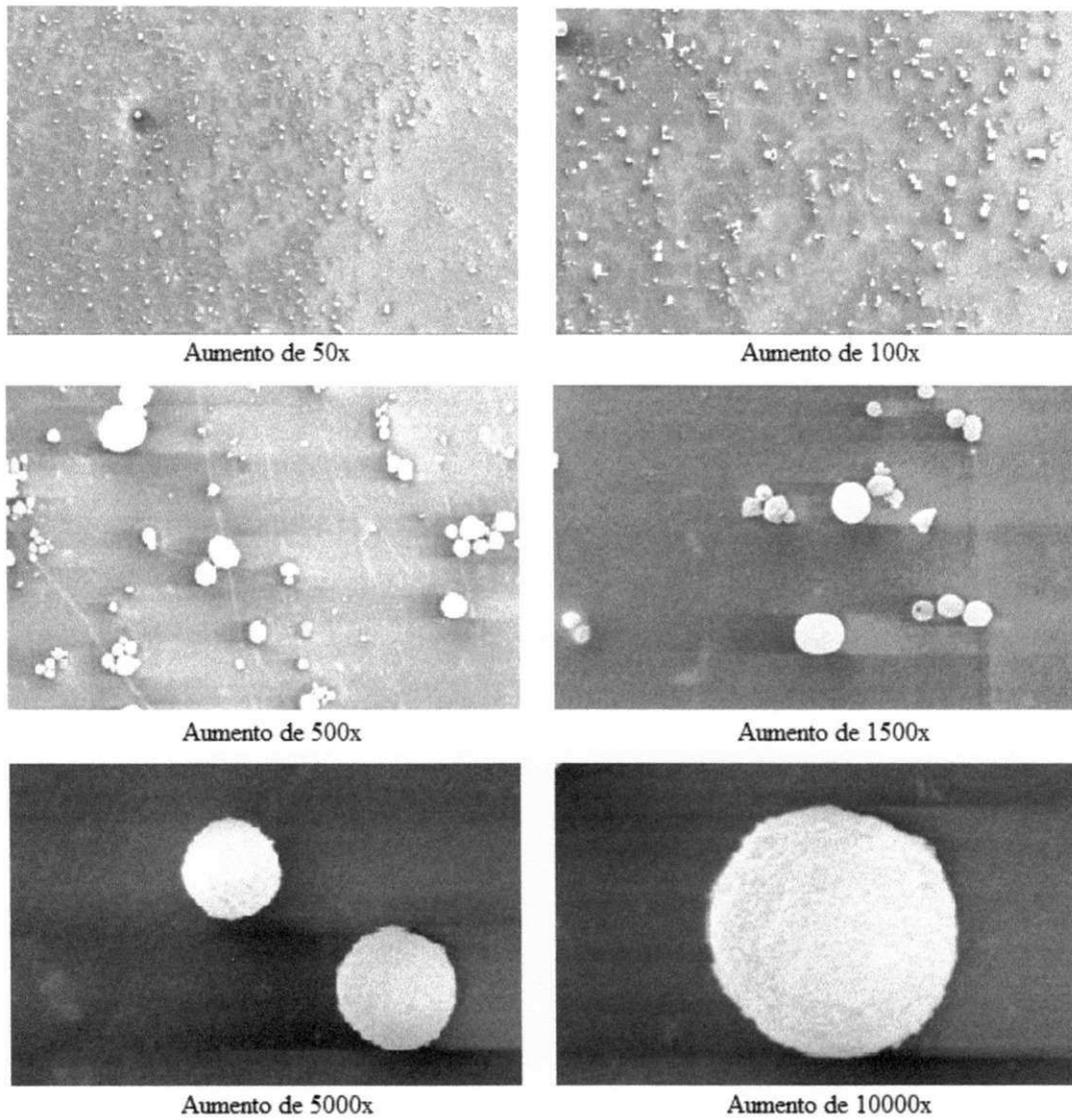
Experimento 9

Figura 5.32 (8) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 80 °C, V_{ar} de 36,605 m/s e W_s de 5 g/min.

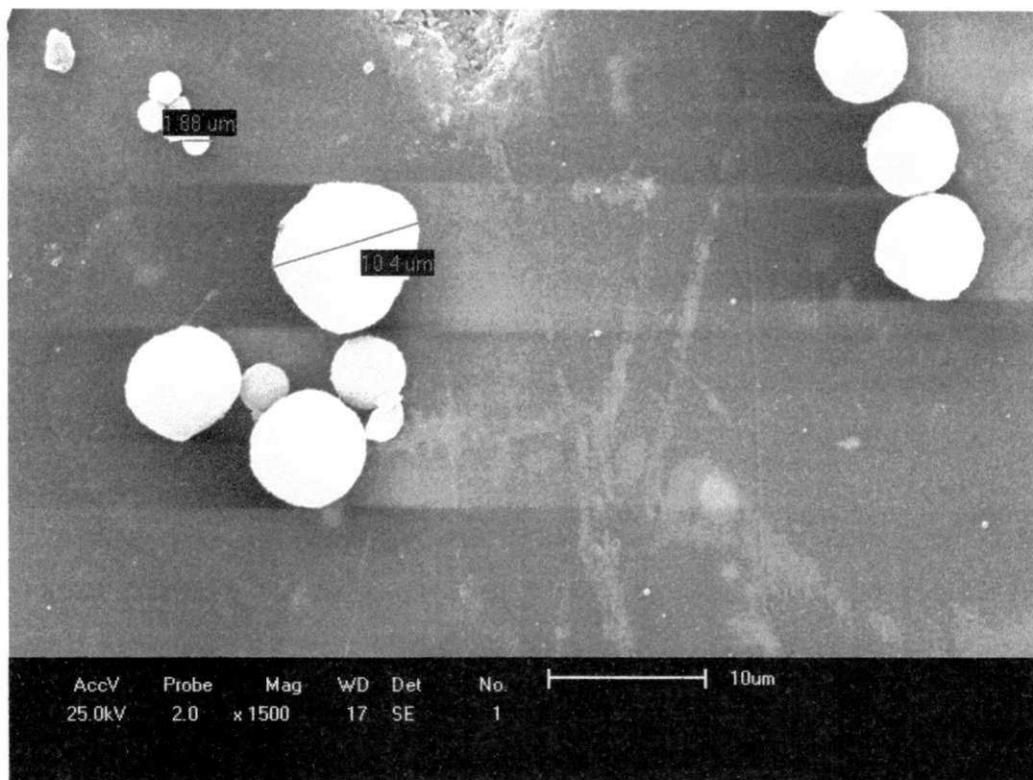


Figura 5.33 (8) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 80 °C, V_{ar} de 36,605 m/s e W_s de 5 g/min.

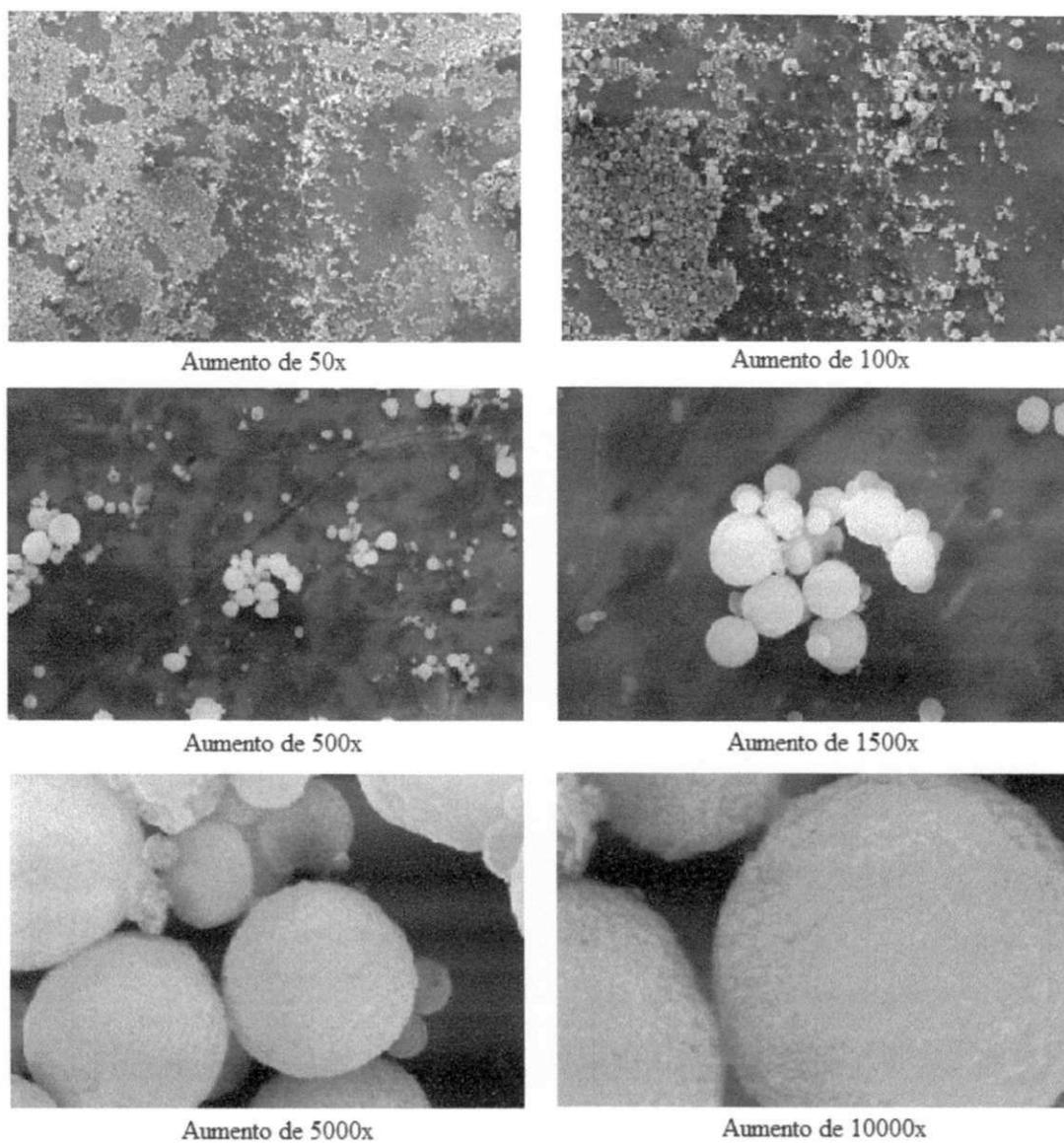
Experimento 10

Figura 5.32 (9) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 80 °C, V_{ar} de 36,605 m/s e W_s de 5 g/min.

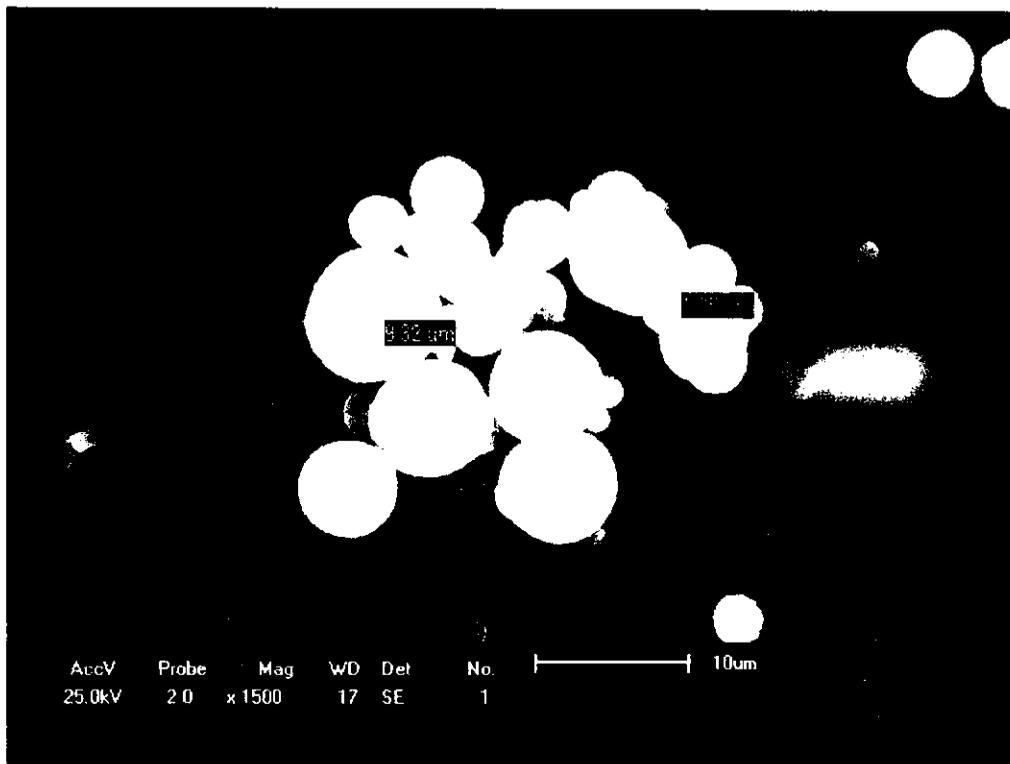


Figura 5.33 (9) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 80 °C, V_{ar} de 36,605 m/s e W_s de 5 g/min.

Experimento 11

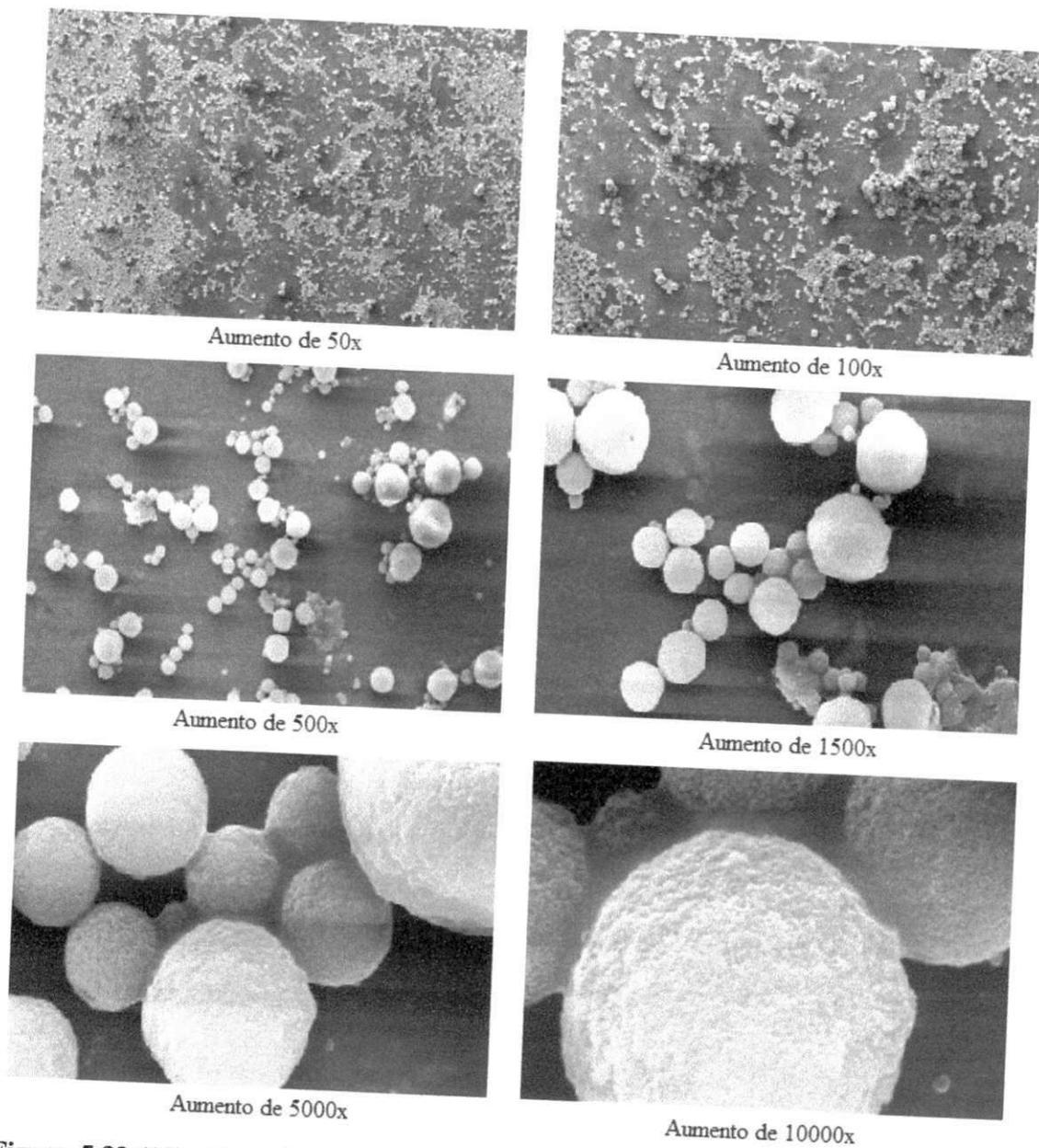


Figura 5.32 (10) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 80 °C, V_{ar} de 36,605 m/s e W_s de 5 g/min.

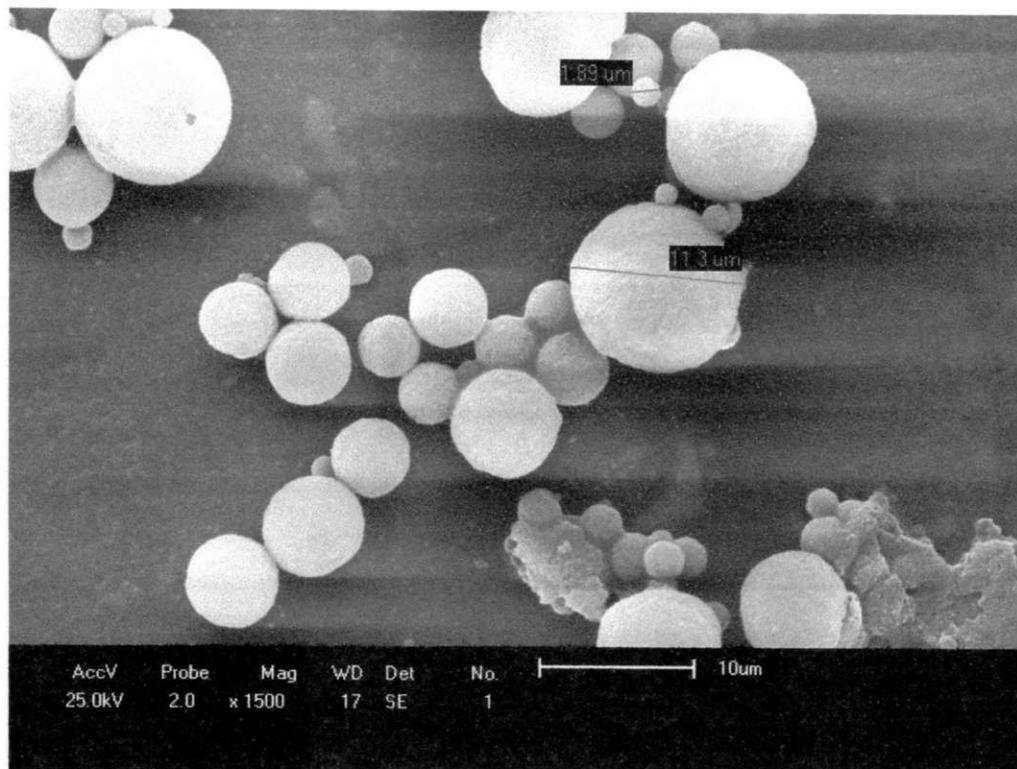


Figura 5.33 (10) - Fotomicrografias do extrato seco obtido em secador leito de jorro nas condições de secagem de: T_{ar} de 80 °C, V_{ar} de 36,605 m/s e W_s de 5 g/min.