



Serviço Público Federal  
Ministério da Educação  
**Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul**



**INSTITUTO DE QUÍMICA**  
**Programa de Pós-Graduação em Química**

FELIPE GARCIA GOMES

***Cordia dichotoma*: Estudo do comportamento térmico e avaliação da composição nutricional**

Campo Grande - MS

**2025**

**Instituto de Química**

Av. Filinto Müller, 1555 | Fone: 67 3345.7009 | Caixa Postal 549

CEP 79074-460 | Campo Grande | MS



FELIPE GARCIA GOMES

***Cordia dichotoma: Estudo do comportamento térmico e avaliação da composição nutricional***

*Tese apresentada ao Instituto de Química da  
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
para obtenção do título de doutor em Química.*

*Orientador: Prof. Dr. Lincoln Carlos Silva de Oliveira.*

Campo Grande - MS

**2025**

**Instituto de Química**

Av. Filinto Müller, 1555 | Fone: 67 3345.7009 | Caixa Postal 549

CEP 79074-460 | Campo Grande | MS

## AGRADECIMENTOS

A Deus, fonte inesgotável de sabedoria e força, agradeço por ter guiado cada passo desta jornada. Sua presença constante foi meu alicerce nos momentos de incerteza e meu consolo diante dos desafios.

À minha querida esposa, **Luciene Yukari Yasunaka Garcia**, por seu amor, paciência, incentivo e apoio incondicional. Sua presença ao meu lado foi essencial para que eu pudesse concluir esta etapa da minha vida com serenidade e dedicação.

Aos meus pais e demais familiares, pela formação dos valores que me trouxeram até aqui, pelo carinho, pelas orações e pelo apoio contínuo em todos os momentos.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Lincoln Carlos Silva de Oliveira**, pela orientação segura, pela confiança depositada em meu trabalho e pela oportunidade de crescimento acadêmico e profissional. Sua dedicação e exemplo foram fundamentais para a realização desta tese.

Às professoras parceiras **Profa. Dra. Mariana Ferreira Oliveira Prates** e **Profa. Dra. Luciana Miyagusko**, pelo apoio, pelas valiosas contribuições científicas e pela generosidade no compartilhamento de conhecimento ao longo deste processo.

Aos colegas de laboratório, **Joice Ferreira de Queiroz**, **Mário Rodrigues**, **Talina Meirely**, **Maria Simone Oliveira** e **Liu Hsuan Han**, pela colaboração, companheirismo, trocas de conhecimento e amizade construída ao longo do percurso.

À **Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS)** e ao **Instituto de Química (INQUI/UFMS)**, pela infraestrutura, pelos recursos oferecidos e pelo ambiente propício ao desenvolvimento da pesquisa.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pelo apoio financeiro concedido, fundamental para a execução deste trabalho.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização desta tese, deixo o meu mais sincero agradecimento.

*“A humildade é o primeiro degrau para a sabedoria.”*

São Tomás de Aquino

## RESUMO

Gomes, F.G. *Cordia dichotoma*: Estudo do comportamento térmico e avaliação da composição nutricional. 2025. 104p. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Química. Instituto de Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Campo Grande, MS.

O presente trabalho teve como objetivo geral avaliar o comportamento térmico e o teor nutricional da casca e polpa liofilizadas do fruto *Cordia dichotoma*. Os frutos foram coletados em Campo Grande (MS), sanitizados e divididos em casca e polpa. As amostras foram congeladas e liofilizadas, obtendo-se material seco e estável. Em seguida, triturou-se cada fração em moinho de facas para melhorar a homogeneidade. Para a Análise Térmica (TG/DTG), as amostras, foram submetidas à rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20 °C.min<sup>-1</sup> de ambiente até 900 °C, em atmosferas de ar e de N<sub>2</sub>, com fluxo de 60 mL.min<sup>-1</sup>. Paralelamente, realizou-se DSC em rampas de 10 °C.min<sup>-1</sup> de ambiente até 500–550 °C para identificar eventos endotérmicos e exotérmico. A composição nutricional foi determinada em duplicata: umidade por secagem em estufa (105 °C), cinzas por incineração, proteína pelo método Kjeldahl modificado, lipídeos por extração Soxhlet e carboidratos por diferença. Os ensaios de TG/DTG demonstraram alta confiabilidade, com repetibilidade comprovada em triplicata. Em atmosfera de ar, a casca apresentou R<sup>2</sup> ajustados entre 0,8609 e 0,8872, e coeficientes angulares ( $\beta_1$ ) variando de -0,6818 %.min<sup>-1</sup> a -2,8280 %.min<sup>-1</sup>, refletindo remoção inicial de umidade e decomposição gradual de componentes orgânicos. Em N<sub>2</sub>, esses parâmetros melhoraram ligeiramente (R<sup>2</sup> de 0,8845 a 0,8966;  $\beta_1$  de -0,6989 %.min<sup>-1</sup> a -2,6046 %.min<sup>-1</sup>). Para a polpa, os modelos lineares ajustaram-se ainda melhor: em ar, R<sup>2</sup> de 0,9269 a 0,9447 e  $\beta_1$  de -0,6096 %.min<sup>-1</sup> a -2,5245 %.min<sup>-1</sup>; em N<sub>2</sub>, R<sup>2</sup> de 0,9144 e  $\beta_1$  de -0,6189 %.min<sup>-1</sup> a -2,2765 %.min<sup>-1</sup>, indicando cinética mais acelerada de pirólise na polpa. As curvas de DSC revelaram picos endotérmicos entre 500 e 550 °C, atribuíveis à quebra de ligações de celulose e hemicelulose, com absorção de energia característica de materiais lignocelulósicos, o que corrobora estudos prévios sobre transições de fase em biomateriais. A análise da composição nutricional revelou que a polpa apresentou maior teor de umidade (76,16%) em comparação à casca (60,55%) no entanto, a casca foi superior em carboidratos (6,68% contra 1,71%), em proteínas (4,53% contra 2,48%), em lipídeos (16,36% contra 1,42%) e em cinzas (2,98% contra 2,60%) para o fruto *in natura*. Em síntese, o protocolo experimental mostrou-se robusto e reprodutível, permitindo diferenciar o comportamento térmico de casca e polpa sob distintas atmosferas. A caracterização térmica e nutricional fornece subsídios para aplicações industriais, farmacêuticas e de valorização de resíduos de *C. dichotoma*, contribuindo para processos sustentáveis e inovações em materiais biotecnológicos.

**Palavra-chave:** Termogravimetria - Termogravimetria Derivada (TG-DTG), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Caracterização nutricional.

## ABSTRACT

Gomes, F.G. *Cordia dichotoma*: Estudo do comportamento térmico e avaliação da composição nutricional. 2025. 104p. PhD Thesis – Graduate Program in Chemistry. Instituto de Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Campo Grande, MS.

The present study aimed to evaluate the thermal behavior and nutritional content of the lyophilized peel and pulp of *Cordia dichotoma* fruit. Fruits were collected in Campo Grande (MS), sanitized, and separated into peel and pulp fractions. The samples were frozen and lyophilized to obtain dry and stable material. Subsequently, each fraction was ground using a knife mill to improve homogeneity. For Thermal Analysis (TG/DTG), samples were subjected to heating rates of 5, 10, 15, and 20 °C.min<sup>-1</sup> from ambient temperature up to 900 °C under air and nitrogen atmospheres, with a flow rate of 60 mL.min<sup>-1</sup>. Differential Scanning Calorimetry (DSC) was also performed at a heating rate of 10 °C.min<sup>-1</sup> from ambient temperature up to 500–550 °C to identify endothermic and exothermic events. Nutritional composition was determined in duplicate: moisture by oven drying (105 °C), ash by incineration, protein by modified Kjeldahl method, lipids by Soxhlet extraction, and carbohydrates by difference. TG/DTG assays demonstrated high reliability with confirmed reproducibility in triplicate. In air atmosphere, the peel showed adjusted R<sup>2</sup> values between 0.8609 and 0.8872, and angular coefficients ( $\beta_1$ ) ranging from -0.6818 %.min<sup>-1</sup> to -2.8280 %.min<sup>-1</sup>, reflecting initial moisture removal and gradual decomposition of organic components. Under nitrogen, these parameters improved slightly (R<sup>2</sup> from 0.8845 to 0.8966;  $\beta_1$  from -0.6989 %.min<sup>-1</sup> to -2.6046 %.min<sup>-1</sup>). For the pulp, the linear models fit even better: in air, R<sup>2</sup> ranged from 0.9269 to 0.9447 and  $\beta_1$  from -0.6096 %.min<sup>-1</sup> to -2.5245 %.min<sup>-1</sup>; in nitrogen, R<sup>2</sup> was 0.9144 with  $\beta_1$  from -0.6189 %.min<sup>-1</sup> to -2.2765 %.min<sup>-1</sup>, indicating a faster pyrolysis kinetics for the pulp. DSC curves revealed endothermic peaks between 500 and 550 °C, attributable to the cleavage of cellulose and hemicellulose bonds, with energy absorption characteristic of lignocellulosic materials, corroborating previous studies on phase transitions in biomaterials. Nutritional analysis showed that the pulp had a higher moisture content (76.16%) compared to the peel (60.55%). However, the peel contained higher amounts of carbohydrates (6.68% vs. 1.71%), protein (4.53% vs. 2.48%), lipids (16.36% vs. 1.42%), and ash (2.98% vs. 2.60%) in the fresh fruit. In summary, the experimental protocol proved robust and reproducible, allowing differentiation of thermal behavior between peel and pulp under distinct atmospheres. The thermal and nutritional characterization provides valuable insights for industrial, pharmaceutical, and waste valorization applications of *C. dichotoma*, contributing to sustainable processes and innovations in biotechnological materials.

**Keywords:** Thermal Analysis, Thermogravimetry (TG-DTG), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Nutritional characterization.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|  |    |
|--|----|
| <b>Figura 1</b> - <i>Cordia dichotoma</i> tamanho adulto.....  | 18 |
| <b>Figura 2</b> - <i>Cordia dichotoma</i> fruto verde.....   | 18 |
| <b>Figura 3</b> - <i>Cordia dichotoma</i> fruto maduro.....  | 19 |
| <b>Figura 4</b> - (a) Representação esquemática do interior de um forno termogravimétrico e (b) forno do equipamento TGA modelo Q 50 da <i>TA instruments</i> . ....   | 30 |
| <b>Figura 5</b> - Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.minuto <sup>-1</sup> .....       | 30 |
| <b>Figura 6</b> - Curvas DSC por fluxo de calor em função da temperatura do Polietileno Tereftalato (PET) e as transições térmicas referente cristalização (evento exotérmico), fusão (evento endotérmico) e a transição vítrea (mudança na linha base).....             | 33 |
| <b>Figura 7</b> – Estruturas químicas do β-sitosteryl-3β-glucopiranosídeo-6'-O-palmitato (1), éster de nervonila 4-hidroxi-trans-cinamato (2), β-sitosterol (3), clorofila a (4) e 1,2-dilinooleil-3-linolenoilglicerol (5) de <i>Cordia dichotoma</i> .....             | 39 |
| <b>Figura 8</b> – Frutos imersos no hipoclorito de sódio .....   | 40 |
| <b>Figura 9</b> – Frutos após lavagem secando sobre as bancadas .....  | 41 |
| <b>Figura 10</b> – Frutos em secagem na estufa.....  | 41 |
| <b>Figura 11</b> – Casca (1), polpa e semente (2) e mucilagem (3) e Frutos inteiros (4) .....  | 41 |
| <b>Figura 12</b> - TGA Q50 .....   | 43 |
| <b>Figura 13</b> - Forno TGA Q50.....  | 43 |
| <b>Figura 14</b> - Equipamento de DSC Fluxo de calor (a), o interior de uma célula de DSC (b) e a representação esquemática do interior da célula (c). ....  | 44 |
| <b>Figura 15</b> - Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> obtidas em triplicata para atmosfera de ar .....   | 48 |
| <b>Figura 16</b> - Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> obtidas em triplicata para atmosfera de ar .....   | 49 |
| <b>Figura 17</b> - Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> obtidas em triplicata para atmosfera de nitrogênio .....   | 49 |
| <b>Figura 18</b> - Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> obtidas em triplicata para atmosfera de nitrogênio .....   | 50 |
| <b>Figura 19</b> - Curva termogravimétrica e derivada da casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min <sup>-1</sup> .....   | 52 |
| <b>Figura 20</b> - Curva termogravimétrica e derivada da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min <sup>-1</sup> .....   | 54 |
| <b>Figura 21</b> - Curva termogravimétrica e derivada da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min <sup>-1</sup> .....   | 56 |
| <b>Figura 22</b> - Curva termogravimétrica e derivada da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min <sup>-1</sup> .....   | 58 |
| <b>Figura 23</b> - Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min <sup>-1</sup> .....         | 59 |
| <b>Figura 24</b> - Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min <sup>-1</sup> .....         | 61 |
| <b>Figura 25</b> - Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min <sup>-1</sup> ..... | 62 |
| <b>Figura 26</b> - Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min <sup>-1</sup> ..... | 64 |

|  |    |
|--|----|
| <b>Figura 27-</b> Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 550°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min <sup>-1</sup> .....                             | 66 |
| <b>Figura 28-</b> Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min <sup>-1</sup> .....                             | 67 |
| <b>Figura 29-</b> Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para casca liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min <sup>-1</sup> .....                     | 69 |
| <b>Figura 30-</b> Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min <sup>-1</sup> .....                     | 70 |
| <b>Figura 31-</b> Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) comparativa para casca e polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de ar (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min <sup>-1</sup> .....         | 72 |
| <b>Figura 32-</b> Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) comparativa para e casca polpa liofilizada de <i>Cordia dichotoma</i> em atmosfera de nitrogênio (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min <sup>-1</sup> ..... | 73 |
| <b>Figura 33-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca liofilizada em atmosfera de ar (5 °C.min <sup>-1</sup> ). .....   | 76 |
| <b>Figura 34-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em ar, com rampa de 10 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 77 |
| <b>Figura 35-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em ar, utilizando rampa de 15 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 78 |
| <b>Figura 36-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em ar, utilizando rampa de 20 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 79 |
| <b>Figura 37-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca liofilizada em N <sub>2</sub> , rampa de 5 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 80 |
| <b>Figura 38-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em N <sub>2</sub> , rampa de 10 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 81 |
| <b>Figura 39-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em N <sub>2</sub> , rampa de 15 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 82 |
| <b>Figura 40-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em N <sub>2</sub> , rampa de 20 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 83 |
| <b>Figura 41-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa liofilizada em atmosfera de ar (5 °C.min <sup>-1</sup> ). .....   | 84 |
| <b>Figura 42-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em ar, com rampa de 10 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 85 |
| <b>Figura 43-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em ar, rampa de 15 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 86 |
| <b>Figura 44-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em ar, rampa de 20 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 87 |
| <b>Figura 45-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa liofilizada em N <sub>2</sub> (5 °C.min <sup>-1</sup> ) .....   | 89 |
| <b>Figura 46-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em N <sub>2</sub> , rampa de 10 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 90 |
| <b>Figura 47-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em N <sub>2</sub> , rampa de 15 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 91 |
| <b>Figura 48-</b> Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em N <sub>2</sub> , rampa de 20 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 92 |

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| <b>Tabela 1-</b> Fatores de conversão de nitrogênio total em proteína (soja - 6,25).....   | 45 |
| <b>Tabela 2-</b> Parâmetros da Regressão de casca em ar para 5 °C.min <sup>-1</sup> .....  | 75 |
| <b>Tabela 3-</b> Parâmetros da Regressão de casca em ar para 10 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 76 |
| <b>Tabela 4-</b> Parâmetros da Regressão de casca em ar para 15 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 77 |
| <b>Tabela 5-</b> Parâmetros da Regressão de casca em ar para 20 °C.min <sup>-1</sup> .....   | 78 |
| <b>Tabela 6-</b> Parâmetros da Regressão de casca em N <sub>2</sub> para 5 °C.min <sup>-1</sup> .....                              | 80 |
| <b>Tabela 7-</b> Parâmetros da Regressão de casca em N <sub>2</sub> para 10°C.min <sup>-1</sup> .....                              | 81 |
| <b>Tabela 8-</b> Parâmetros da Regressão de casca em N <sub>2</sub> para 15°C.min <sup>-1</sup> .....                              | 82 |
| <b>Tabela 9-</b> Parâmetros da Regressão de casca em N <sub>2</sub> para 20°C.min <sup>-1</sup> .....                              | 83 |
| <b>Tabela 10-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 5°C.min <sup>-1</sup> .....  | 84 |
| <b>Tabela 11-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 10°C.min <sup>-1</sup> .....   | 85 |
| <b>Tabela 12-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 15°C.min <sup>-1</sup> .....   | 86 |
| <b>Tabela 13-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 20°C.min <sup>-1</sup> .....   | 87 |
| <b>Tabela 14-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em N <sub>2</sub> para 5°C.min <sup>-1</sup> .....                              | 88 |
| <b>Tabela 15-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em N <sub>2</sub> para 10°C.min <sup>-1</sup> .....                             | 89 |
| <b>Tabela 16-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em N <sub>2</sub> para 15°C.min <sup>-1</sup> .....                             | 90 |
| <b>Tabela 17-</b> Parâmetros da Regressão de polpa em N <sub>2</sub> para 20°C.min <sup>-1</sup> .....                             | 91 |
| <b>Tabela 18-</b> Composição centesimal dos frutos de <i>Cordia dichotoma</i> (casca e polpa) <i>in natura</i> e liofilizado. .... | 93 |

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

**CDCI** - Casca de *Cordia dichotoma in natura*

**CDCL** - Casca de *Cordia dichotoma* liofilizada

**CDCLT** - Casca de *Cordia dichotoma* liofilizada em triplicata

**CDPI** - Polpa de *Cordia dichotoma in natura*

**CDPL** - Polpa de *Cordia dichotoma* liofilizada

**CDPLT** - Polpa de *Cordia dichotoma* liofilizada em triplicata

**DSC** - Calorimetria Exploratória Diferencial

**DTG** - Termogravimetria Derivada

**TG/DTG** - Termogravimetria / Termogravimetria Derivada

**TG** - Termogravimetria

## SUMÁRIO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>LISTA DE TABELAS</b> .....  | <b>9</b>  |
| <b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b> .....  | <b>10</b> |
| <b>SUMÁRIO</b> .....   | <b>11</b> |
| <b>1. INTRODUÇÃO</b> .....   | <b>12</b> |
| <b>2. OBJETIVOS</b> .....  | <b>16</b> |
| 2.1. OBJETIVO GERAL.....   | 16        |
| 2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....  | 16        |
| 2.2.1. <i>Avaliar a estabilidade térmica e a termodecomposição da casca e da polpa liofilizada do fruto Cordia dichotoma empregando a técnica de Termogravimetria-Termogravimetria Derivada (TG/DTG) em ar sintético e nitrogênio (N<sub>2</sub>);</i> ..... | 16        |
| 2.2.2. <i>Avaliar as energias envolvidas na termodecomposição da casca e da polpa liofilizada do fruto Cordia dichotoma empregando a técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) em ar sintético e nitrogênio (N<sub>2</sub>);</i> .....          | 16        |
| 2.2.3. <i>Determinar a composição centesimal de carboidratos, proteínas, lipídeos, teor de água e cinzas na casca e polpa do fruto Cordia dichotoma.</i> .....   | 16        |
| <b>3. REVISÃO DA LITERATURA</b> .....  | <b>17</b> |
| 3.1. <i>CORDIA DICHOTOMA E TÉCNICAS UTILIZADAS</i> .....   | 17        |
| 3.1.1. <i>Descrição geral</i> .....  | 17        |
| 3.1.2. <i>Aplicabilidade da Cordia dichotoma</i> .....   | 20        |
| 3.2. <i>MATERIAIS LIGNOCELULÓSICOS</i> .....   | 21        |
| 3.2.1. <i>Parede Celular</i> .....   | 21        |
| 3.2.2. <i>Celulose</i> .....   | 22        |
| 3.2.3. <i>Hemicelulose</i> .....   | 23        |
| 3.2.4. <i>Lignina</i> .....  | 24        |
| 3.3. <i>LIOFILIZAÇÃO</i> .....   | 26        |
| 3.3.1. <i>Vantagens e desvantagens da liofilização</i> .....   | 27        |
| 3.4. <i>ANÁLISE TÉRMICA</i> .....  | 28        |
| 3.4.1. <i>Termogravimetria (TG)</i> .....  | 29        |
| 3.4.2. <i>Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)</i> .....  | 31        |
| 3.5. <i>COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL</i> .....   | 34        |
| 3.6. <i>JUSTIFICATIVA</i> .....  | 35        |
| 3.6.1. <i>Estruturas identificadas</i> .....   | 38        |
| <b>4. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....  | <b>40</b> |
| 4.1. <i>COLETA DE FRUTO</i> .....  | 40        |
| 4.2. <i>LIOFILIZAÇÃO</i> .....   | 42        |
| 4.3. <i>TERMOGAVIMETRIA (TG)</i> .....   | 43        |
| 4.4. <i>CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)</i> .....  | 44        |
| 4.5. <i>CARACTERIZAÇÃO CENTESIMAL</i> .....  | 45        |
| <b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....   | <b>47</b> |
| 5.1. <i>PREPARO DO FRUTO PARA ANÁLISE</i> .....  | 47        |
| 5.2. <i>ANÁLISE TÉRMICA</i> .....  | 47        |
| 5.2.1. <i>Confiabilidade do método</i> .....   | 47        |
| 5.2.2. <i>Casca: ambiente ar</i> .....   | 50        |
| 5.2.3. <i>Polpa: ambiente ar</i> .....   | 52        |

|           |   |            |
|-----------|---|------------|
| 5.2.4.    | <i>Casca liofilizada: ambiente nitrogênio</i> .....                   | 54         |
| 5.2.5.    | <i>Polpa liofilizada: ambiente nitrogênio</i> .....                   | 56         |
| 5.2.6.    | <i>Casca liofilizada: ambiente ar</i> .....                           | 58         |
| 5.2.7.    | <i>Polpa liofilizada: ambiente ar</i> .....                           | 60         |
| 5.2.8.    | <i>Casca liofilizada: ambiente nitrogênio</i> .....                   | 61         |
| 5.2.9.    | <i>Polpa liofilizada: -ambiente nitrogênio</i> .....                  | 62         |
| 5.3.      | CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL - DSC.....                      | 64         |
| 5.3.1.    | <i>Casca: ambiente ar</i> .....                                       | 64         |
| 5.3.2.    | <i>Polpa: ambiente ar</i> .....                                       | 66         |
| 5.3.3.    | <i>Casca: ambiente nitrogênio</i> .....                               | 67         |
| 5.3.4.    | <i>Polpa: ambiente nitrogênio</i> .....                               | 69         |
| 5.3.5.    | <i>Casca versus polpa</i> .....                                       | 70         |
| 5.4.      | REGRESSÃO LINEAR.....   | 73         |
| a.        | <i>Coefficiente de Determinação Ajustado (<math>R^2</math>)</i> ..... | 74         |
| b.        | <i>Teste de Hipótese (p-valor)</i> .....                              | 74         |
| c.        | <i>Intervalos de Confiança (IC)</i> .....                             | 74         |
| 5.4.1.    | <i>Casca em Atmosfera de Ar</i> .....                                 | 75         |
| 5.4.2.    | <i>Casca em Atmosfera de Nitrogênio</i> .....                         | 79         |
| 5.4.3.    | <i>Polpa em Atmosfera de Ar</i> .....                                 | 84         |
| 5.4.4.    | <i>Polpa em Atmosfera de Nitrogênio</i> .....                         | 88         |
| 5.4.5.    | <i>Análise comparativa entre Regressões</i> .....                     | 92         |
| 5.5.      | CARACTERIZAÇÃO NUTRICIONAL.....                                       | 93         |
| <b>6.</b> | <b>CONCLUSÕES</b> .....   | <b>96</b>  |
| <b>7.</b> | <b>REFERÊNCIAS</b> .....  | <b>98</b>  |
|           | <b>ANEXOS</b> .....   | <b>105</b> |

## 1. INTRODUÇÃO

A compreensão aprofundada das propriedades térmicas e da composição físico-química de matérias-primas vegetais desempenha um papel crucial no desenvolvimento de aplicações industriais, promovendo a eficiência e sustentabilidade dos processos. Estudos de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Análise Termogravimétrica (TG/DTG) têm sido amplamente realizados nos últimos anos com plantas diversas a fim de determinar as suas propriedades térmicas. Pesquisa realizada na base de dados Science direct com as palavras “análise térmica”, “DSC” e “TGA” apresentaram 43.752 resultados, nos últimos 10 anos (2014 a 2023), sendo 6.579 publicados já datados em 2023.

Kan e Asma (2010), investigaram o crescimento e a absorção de dióxido de enxofre em frutos de damasco usando DSC, TGA e DTA. A Análise Térmica foi empregada para acompanhar o crescimento e a maturação dos frutos, sendo a temperatura de maturação relacionada ao teor de açúcar nos damascos. As técnicas de Análise Térmica forneceram informações sobre o período de maturação e a absorção de enxofre nos frutos de damasco (KAN; ASMA, 2010).

Outro estudo relevante foi conduzido por Orozco et al. (2014), que caracterizaram resíduos de frutas para potencial uso na produção de bioetanol. Utilizando FTIR, análise semiquantitativa e TG-DSC, os pesquisadores analisaram resíduos de laranja, cascas de laranja, banana e manga. Os resultados destacaram variações nas características químicas e estruturais, influenciadas pela composição dos principais componentes (hemicelulose, celulose e lignina). A Análise Térmica indicou perfis de decomposição distintos associados aos componentes principais das frutas, evidenciando a complexidade da biomassa (OROZCO et al., 2014).

Por sua vez, Baskaran et al. (2016) exploraram o efeito do processamento térmico na qualidade química e características sensoriais de polpas e néctares de *Annona squamosa L.* e *Annona muricata L.* (BASKARAN et al., 2016).

O estudo Ropelewska (2019) teve como objetivo determinar propriedades térmicas selecionadas de cranberries por meio dessas análises. A pesquisa comparou as propriedades de cranberries frescas, matéria seca de cranberries e cranberries processadas por secagem convectiva a ar quente. A curva de DSC mostrou a temperatura das transições de fase, enquanto a TGA forneceu informações referentes à perda de massa durante as análises. Os resultados expandiram o conhecimento sobre as propriedades térmicas das cranberries, fornecendo insights para a seleção de temperaturas ideais de processamento que minimizassem danos térmico-oxidativos e estendam a vida útil das frutas (ROPELEWSKA, 2019). Esses estudos destacam a importância das técnicas de Análise Térmica, como DSC e TGA, na caracterização de propriedades térmicas e composicionais de diferentes materiais, desde frutas até resíduos, proporcionando insights valiosos para aplicações variadas.

Nesse contexto, o estudo do comportamento térmico e da composição nutricional do fruto *Cordia dichotoma* é importante por fornecer dados essenciais para seu potencial aproveitamento nas áreas industrial e biotecnológica. A Análise Térmica permite compreender a estabilidade e o perfil de decomposição dos componentes do fruto, o que é fundamental para o processamento, armazenamento e formulação de produtos. Paralelamente, a caracterização centesimal/nutricional revela seu valor nutricional e possibilidades de uso em alimentos funcionais, na indústria farmacêutica e na valorização de resíduos agroindustriais, promovendo o uso sustentável e inovador dessa espécie ainda pouco explorada.

Percebe-se na literatura o aumento das publicações acerca de investigações científicas utilizando-se do fruto da *Cordia dichotoma*. As pesquisas recentes têm revelado uma gama abrangente de informações, destacando sua versatilidade em diversas aplicações. O estudo de Dighe e Shrikant (2010) sobre a *Cordia dichotoma* ofereceu uma visão holística da planta, incluindo sua descrição botânica, constituintes químicos, usos medicinais e aplicações farmacêuticas (DIGHE; SHRIKANT, 2010).

O estudo de Jayaramudu (2011) foi realizado a partir dos ramos da planta e incluiu a identificação e caracterização de fibras naturais de celulose. Os resultados da pesquisa indicaram que as fibras dos ramos podem ser aplicadas na fabricação de materiais sustentáveis, como bioplásticos e compósitos ecologicamente corretos (JAYARAMUDU et al., 2011).

Dentro do campo farmacológico, um estudo farmacognóstico foi realizado para a identificação e autenticidade da planta. Essa análise detalhada, seguiu as diretrizes da Organização Mundial de Saúde e de farmacopeias, caracterizando propriedades físicas e químicas dos frutos, e revelou potenciais aplicações na prevenção da adulteração desses frutos (DEORE; NAMDEO, 2013). Outro estudo farmacológico de *Cordia dichotoma* destacou sua distribuição natural, fitoconstituintes presentes em diferentes partes da planta e suas atividades farmacológicas (HUSSAIN; KAKOTI, 2013).

Já para a análise dos extratos das folhas e galhos, Ragasa et al. (2015) identificaram diversos compostos, como esteroides e clorofila. Essa análise foi realizada por meio de técnicas como Ressonância Magnética Nuclear (NMR) e Espectrometria de Massas por Eletrospray (ESI-MS). (RAGASA et al., 2015). Em pesquisa mais recente, foi realizado o desenvolvimento de compósitos híbridos reforçados com fibras naturais de *Cordia dichotoma* e pó de granito em

resina de poliéster. Este estudo buscou soluções para desafios ambientais, utilizando resíduos industriais não utilizados como reforço em compósitos poliméricos (REDDY et al., 2020).

Assim, as pesquisas sobre *Cordia dichotoma* proporcionaram uma visão abrangente de suas propriedades físicas, químicas, farmacológicas e potenciais aplicações práticas. Entretanto, não foram identificados estudos específicos que tenham realizado uma caracterização térmica detalhada da casca e da polpa desse fruto. Assim, um estudo abordando o comportamento térmico e a composição centesimal do fruto é de grande relevância, contribuindo para uma compreensão mais completa da termodecomposição da polpa e casca da *Cordia dichotoma* e assim possibilitar preencher uma lacuna na pesquisa existente, como também, abrir novas perspectivas para aplicações potenciais, especialmente considerando o contexto de crescente interesse em fontes vegetais para materiais termicamente estáveis. Assim, a tese possui os objetivos que seguem na próxima seção.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1.Objetivo Geral**

Avaliar o comportamento térmico e o teor nutricional da casca e polpa do fruto *Cordia dichotoma*.

### **2.2.Objetivos específicos**

- 2.2.1. Avaliar a estabilidade térmica e a termodecomposição da casca e da polpa liofilizada do fruto *Cordia dichotoma* empregando a técnica de Termogravimetria-Termogravimetria Derivada (TG/DTG) em ar sintético e nitrogênio (N<sub>2</sub>);
- 2.2.2. Avaliar as energias envolvidas na termodecomposição da casca e da polpa liofilizada do fruto *Cordia dichotoma* empregando a técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) em ar sintético e nitrogênio (N<sub>2</sub>);
- 2.2.3. Determinar a composição centesimal de carboidratos, proteínas, lipídeos, teor de água e cinzas na casca e polpa do fruto *Cordia dichotoma*.

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

Com o intuito de embasar teoricamente a presente pesquisa, esta seção reúne conceitos, estudos e resultados prévios relacionados ao objeto de estudo, aos materiais lignocelulósicos, aos processos de liofilização, às técnicas de Análise Térmica utilizadas e à composição nutricional.

#### 3.1. *Cordia dichotoma* e técnicas utilizadas

##### 3.1.1. Descrição geral

Segundo Jamkhande et al. (2013), o fruto *Cordia dichotoma*, também conhecido como "Fruto de Senegal" ou "Lasura" em algumas regiões, é uma espécie de fruto que pertence ao gênero *Cordia*, encontrado principalmente em partes da Índia, África e no Oriente Médio. Este fruto tem atraído significativa atenção devido às suas múltiplas aplicações na alimentação, na medicina tradicional e em práticas culturais locais. O fruto é um exemplo de um recurso natural que desempenha um papel importante na vida das comunidades que a utilizam, tanto pelo seu valor nutricional como por suas propriedades medicinais.

A *Cordia dichotoma* por ser um fruto de origem asiática é pouco conhecido no ocidente. Ela é utilizada popularmente como cola e para consumo alimentício em países como China, Índia, Taiwan e Indonésia. Destaca-se o uso da polpa do fruto no preparo semelhante ao do queijo tofu e como conserva pasteurizada. Por ser de um consumo popular nesses países, os imigrantes asiáticos que vieram para o Brasil trouxeram essa muda com intuito de consumo. Observou-se que a adaptação desta planta nos solos brasileiros foi excelente no estado de São Paulo, Mato Grosso do Sul, Mato Grosso e Goiás (ALMEIDA et al., 2010).

O fruto pertence a Família *Boraginaceae* e se desenvolve em climas tropicais. Esse gênero da família *Cordia* possui mais de 250 espécies e quase todas as partes da planta são comestíveis. Em algumas partes da planta como folhas, frutos, cascas e sementes possuem propriedades antidiabéticas, anti-inflamatórias, analgésicas, antibacterianas e antifúngicas. O fruto apresenta uma característica borrachuda composta por polissacarídeos, incluindo d-glicose (67,6%), l-arabinose (13,2%) e arabinoglucana (MATIAS *et al.*, 2015).

A época de frutificação de *Cordia dichotoma* varia conforme as condições climáticas e regionais, mas em países da Ásia tropical a colheita geralmente ocorre durante a estação seca, entre o final do ano e o início do ano seguinte. Embora existam variações locais, estudos indicam que uma árvore adulta pode produzir entre 20 a 50 kg de frutos por ano em condições naturais (ORWA *et al.*, 2009). A produtividade e o período exato de colheita podem ser influenciados por fatores como solo, clima e práticas de manejo. A árvore, de porte médio, tem em média 6 metros de altura conforme ilustra as figuras 1 e 2.

**Figura 1** - *Cordia dichotoma* tamanho adulto.



Fonte: Imagem do autor

**Figura 2** - *Cordia dichotoma* fruto verde.



Fonte: Imagem do autor.

Os frutos (figura 3) apresentam uma característica de aspecto pegajoso que se polimeriza rápido e tem aspecto borrachudo após seco.

**Figura 3** - *Cordia dichotoma* fruto maduro



Fonte: Imagem do autor.

A *Cordia dichotoma* cresce amplamente nas Filipinas, onde é localmente conhecida como anonang. As folhas, frutos, casca e semente apresentam atividades antidiabéticas, antiúlcera, anti-inflamatórias, imunomoduladoras e analgésicas (JAMKHANDI et al., 2013). Segundo Sason e Sharma (2015), a planta apresenta a seguinte classificação biológica:

- Reino: Plantae
- Divisão: Magnoliophyta
- Classe: Dicotiledôneas
- Subclasse: Asteridae
- Ordem: Lamiales
- Família: Boraginaceae

- Gênero: *Cordia* L. – cordial
- Espécie: *Cordia dichotoma* G. Forst.

A casca do caule é marrom acinzentada, lisa ou longitudinalmente enrugada. As folhas são simples, medindo de 6 a 10 cm de comprimento, inteiras e levemente dentadas, com formato elíptico-lanceolado a ovado amplo e base arredondada e cordada. As flores são sésseis, brancas ou amareladas, com cerca de 7 mm de comprimento, e aparecem em inflorescências laxas de 5 a 10 cm de comprimento (JAMKHANDI et al., 2013).

### 3.1.2. Aplicabilidade da *Cordia dichotoma*

Com base nas evidências da literatura, *Cordia dichotoma* revela-se uma espécie vegetal com aplicações multifuncionais de elevado interesse científico e tecnológico. Suas propriedades vão desde o uso tradicional na alimentação e medicina popular até aplicações modernas como agente farmacológico, inseticida natural e inibidor de corrosão do aço (SASON; SHARMA, 2015). Destaca-se ainda seu potencial como biomaterial funcional, especialmente no desenvolvimento de protetores solares com atividade anti-UV, o que reflete uma convergência entre cosmética natural e sustentabilidade (PAWAR et al., 2018). A diversidade de compostos bioativos presentes no fruto justifica sua versatilidade e seu estudo aprofundado pode fomentar inovações em setores como a indústria farmacêutica, de cosméticos e de materiais.

Além disso, estudos apontam importantes propriedades terapêuticas do fruto, como a capacidade de reduzir os níveis de colesterol LDL (EL-NEWARY et al., 2016), ação antioxidante com potencial pró-rejuvenescedor e citotóxico contra células carcinomatosas (USMANI et al., 2018). Esses efeitos demonstram sua utilidade em intervenções médicas e preventivas. O extrato

da casca apresenta atividade antimicrobiana e antifúngica significativa (NARIYA et al., 2011), o que reforça seu uso como alternativa natural a antimicrobianos sintéticos. Adicionalmente, há relatos de sua eficácia como agente antiúlcera e anti-helmíntico (GANJARE et al., 2011; JAMKHANDE et al., 2014), ampliando ainda mais seu espectro de aplicabilidade. Assim, a ampla gama de propriedades funcionais e terapêuticas da *Cordia dichotoma* reforça a importância de sua caracterização físico-química e térmica para viabilizar seu uso seguro e eficaz em diversas áreas.

### **3.2. Materiais Lignocelulósicos**

Os materiais lignocelulósicos são constituídos em sua grande maioria em celulose, hemicelulose e lignina (PANDEY et al., 2000). A composição fitoquímica dos vegetais é influenciada por uma multiplicidade de fatores, dentre os quais se destacam a espécie vegetal, as condições edafoclimáticas de cultivo, o órgão da planta selecionado para análise, o estágio fenológico no momento da colheita, entre outros aspectos agrônômicos e ambientais (SILVA, 2010). Cada um desses componentes desempenha funções distintas na biologia das plantas e tem aplicações importantes em diversas indústrias, como a de papel e celulose, a de alimentos e a de biocombustíveis.

#### **3.2.1. Parede Celular**

A parede celular desempenha um papel essencial no desenvolvimento e na manutenção da estrutura das plantas. Entre suas funções, destacam-se a definição do tamanho e da morfologia celular, a provisão de resistência mecânica e a proteção contra ataques de predadores e patógenos. Além disso, a parede celular atua na mediação da adesão entre células adjacentes, na regulação do tráfego de moléculas com base em suas propriedades físico-químicas, no controle

da umidade intracelular e, em determinadas circunstâncias, pode ainda exercer função de reserva metabólica (BUCKERIDGE; SANTOS; SOUZA, 2010).

### 3.2.2. Celulose

Os polissacarídeos representam cerca de 90% do peso seco da parede celular, sendo a celulose responsável por aproximadamente 20 a 40% desse total, dependendo da espécie vegetal. (BUCKERIDGE, 2011). Trata-se de um polímero linear de D-glicose, em que os monômeros estão unidos por ligações glicosídicas  $\beta$ -1,4, formando cadeias rígidas e insolúveis (ARANTES; SADDLER, 2010).

Várias dessas cadeias se agrupam paralelamente, estabelecendo pontes de hidrogênio que originam fibrilas; essas, por sua vez, associam-se à hemicelulose e à lignina, resultando em uma estrutura resistente a tensões mecânicas e à degradação por solventes (LIMA; RODRIGUES, 2007).

Cada fibrila contém zonas cristalinas, onde as cadeias estão ordenadas e apresentam alta resistência mecânica, porém menor capacidade de absorção de solventes, e regiões amorfas, mais flexíveis e com maior área de superfície, favorecendo a ação de enzimas celulolíticas (VÁSQUEZ et al., 2007; PITARELO, 2007).

O comprimento médio dessas cadeias de celulose varia de 10 000 a 15 000 unidades de glicose, influenciado pela origem biológica, grau de maturação e processos de extração (FENGEL; WEGENER, 1989). Dois parâmetros críticos para sua reatividade são o grau de polimerização, que indica quantas ligações  $\beta$ -1,4 estão disponíveis para as celulasas, e o índice de cristalinidade, que reflete a proporção de regiões ordenadas na fibrila. Quanto menor o grau de

polimerização e maior a porção amorfa, mais acessível a celulose se torna à hidrólise (ARANTES; SADDLER, 2010).

### 3.2.3. Hemicelulose

A hemicelulose é um grupo de polissacarídeos variados que compõem cerca de 20% a 35% da parede celular das plantas. Diferentemente da celulose, a hemicelulose é uma molécula mais complexa e ramificada, composta por diversos tipos de açúcares, como pentoses (por exemplo, xilose) e hexoses (por exemplo, glicose). São polímeros geralmente amorfos, de baixo peso molecular, constituídos de uma cadeia central de unidades repetitivas acrescida de cadeias laterais e ramificações (SJÖSTRÖM, 1993; ROWELL et al., 2005). A principal função da hemicelulose é atuar como uma substância cimentante na parede celular, ajudando a manter a estrutura e a coesão das células vegetais. Além disso, a hemicelulose tem aplicações na indústria de alimentos, onde é usada como espessante e estabilizante, bem como na produção de biocombustíveis, onde pode ser convertida em etanol ou outros combustíveis.

A hemicelulose constitui cerca de 15 a 35% da parede celular e é o segundo polissacarídeo mais abundante nesse compartimento (BUCKERIDGE, 2011). Diferentemente da celulose, trata-se de uma mistura heterogênea de polímeros de massa molecular mais baixa, formados por pentoses, hexoses e ácidos urônicos (GÍRIO et al., 2010).

Em termos estruturais, as hemiceluloses são depositadas antes da lignificação, permanecendo em uma matriz relativamente amorfa e com menor grau de polimerização do que a celulose, o que as torna mais suscetíveis à hidrólise ácida e enzimática (FENGEL; WEGENER, 1989).

São geralmente categorizadas de acordo com o açúcar predominante em sua cadeia principal, por exemplo, xilanas, mananas ou glucanas, e podem apresentar diversas ramificações, resultando em subclasses como glucuronoxilanas, arabinoxilanas,  $\beta$ -glucanas e xiloglucanas (WYMAN et al., 2005).

Funcionalmente, algumas hemiceluloses estabelecem ligações de hidrogênio com as microfibrilas de celulose, contribuindo para a estabilidade mecânica da parede; outras interagem covalentemente com a lignina, reforçando a matriz, enquanto certas frações podem servir como reserva de carboidratos ou auxiliar na retenção de água em sementes (WYMAN et al., 2005).

#### 3.2.4. Lignina

A lignina representa de 20 a 30 % da parede celular vegetal e é o segundo polímero orgânico mais abundante na biosfera, logo após a celulose. Ela consiste em uma rede amorfa, tridimensional e hidrofóbica, resultante da polimerização de três álcoois fenólicos: coniferílico, sinapílico e p-cumarílico (NASCIMENTO, 2007).

Incorporada tardiamente à parede, a lignina preenche o espaço entre as fibrilas de celulose e hemicelulose, proporcionando rigidez mecânica, impermeabilidade e defesa contra patógenos e pragas (MARABEZI, 2009; CAMPBELL; SEDEROFF, 1996). Por sua natureza hidrofóbica e estrutura complexa, a lignina interfere na digestibilidade enzimática: ela pode adsorver irreversivelmente enzimas celulolíticas, bloqueando sítios ativos, e impedir o intumescimento das fibras, reduzindo a área exposta (MOONEY et al., 1998 apud DAMASCENO et al., 2010). A remoção parcial da lignina, por meio de pré-tratamentos químicos ou físico-químicos, é fundamental para aumentar o rendimento da sacarificação: estudos mostram que a extração de

cerca de 67 % da lignina pode duplicar a velocidade de hidrólise da celulose e quase triplicar a produção de açúcares fermentáveis (DRAUDE; KURNIAWAN; DUFF, 2001).

Além de seu impacto negativo na conversão de biomassa em biocombustíveis, a lignina é um subproduto valioso: cerca de 50 milhões de toneladas são geradas anualmente na indústria de celulose e papel, majoritariamente queimadas para geração de energia (CGEE, 2010). Contudo, devido às suas propriedades funcionais, a lignina pode ser transformada em ligantes, dispersantes, emulsificantes e até vanilina para uso alimentício e farmacêutico, ampliando o portfólio de produtos de biorrefinarias (PEREIRA Jr.; COUTO; SANTA ANNA, 2008).

Em conjunto, celulose, hemicelulose e lignina formam a base estrutural das biomassas lignocelulósicas, conferindo-lhes robustez e resistência, mas também apresentando desafios e oportunidades para a produção de biocombustíveis e bioprodutos. A celulose, com suas cadeias lineares de glicose altamente cristalinas, oferece uma fonte abundante de açúcares C<sub>6</sub>, porém requer pré-tratamentos e hidrólise enzimática para superar sua recalcitrância. A hemicelulose, mais amorfa e heterogênea, libera uma mistura de açúcares C<sub>5</sub> e C<sub>6</sub> que pode ser convertida em compostos de alto valor, como xilitol e ácidos orgânicos, graças à sua maior susceptibilidade à hidrólise. Já a lignina, embora represente um entrave à ação enzimática por sua natureza hidrofóbica e rede tridimensional, constitui um subproduto energético e químico estratégico, passível de transformação em dispersantes, emulsificantes e aromáticos como a vanilina.

Embora não haja estudos específicos que quantifiquem diretamente a presença de celulose, hemicelulose e lignina nos frutos de *Cordia dichotoma*, pesquisas relacionadas indicam a presença de polissacarídeos e fibras dietéticas que sugerem a ocorrência desses componentes estruturais. Um estudo realizado por Pawar et al. (2018) isolou e caracterizou polissacarídeos dos

frutos de *Cordia dichotoma*, encontrando um conteúdo total de polissacarídeos de 86,24% (p/p). Esses polissacarídeos apresentaram características físico-químicas compatíveis com mucilagens e gomas naturais, que são frequentemente compostas por hemicelulose e outros polissacarídeos estruturais.

Além disso, uma análise abrangente da composição dos frutos de *Cordia dichotoma* revelou um teor significativo de fibras dietéticas (17,6%), o que indica a presença de componentes como celulose e hemicelulose (SINGH et al., 2024).

Embora a lignina não tenha sido especificamente identificada nesses estudos, sua presença é comum em tecidos vegetais que contêm celulose e hemicelulose. Portanto, é plausível inferir que os frutos de *Cordia dichotoma* contenham celulose, hemicelulose e lignina, componentes típicos de biomassa lignocelulósica (SINGH et al., 2024).

### **3.3. Liofilização**

A liofilização é uma técnica de desidratação distinta das práticas convencionais que envolvem o uso de calor. Ela surge como uma opção vantajosa em situações que envolvem alimentos sensíveis ao calor ou quando a preservação das propriedades originais dos alimentos é prioritária, apesar de seu custo ser relativamente mais elevado.

A técnica de liofilização confere ao produto uma vantagem competitiva em termos de logística, já que o alimento desidratado apresenta menor volume e peso, facilitando o transporte e armazenamento. Além disso, dispensa a necessidade de câmaras de refrigeração, desde que seja adequadamente embalado a vácuo para prevenir a absorção de umidade do ambiente e manter um ambiente livre de oxigênio, preservando assim sua qualidade (FELLOEWS, 2000).

### 3.3.1. Vantagens e desvantagens da liofilização

A liofilização, embora apresente diversas vantagens, também possui suas desvantagens no contexto do processamento de alimentos. Uma desvantagem significativa é o alto custo envolvido em comparação com métodos convencionais de desidratação que utilizam calor como fonte de energia.

Tanto o custo inicial do equipamento, que inclui as câmaras de congelamento na etapa inicial e as bombas de vácuo, quanto os custos operacionais de energia são substancialmente mais elevados. No entanto, esse investimento considerável está correlacionado com a alta qualidade do alimento resultante. O produto final da liofilização mantém características que seriam difíceis de preservar por meio de outras técnicas (FELLOEWS, 2000).

De acordo com o mesmo autor, uma das principais vantagens da liofilização é a flexibilidade em relação aos tipos de alimentos que podem passar por esse processo. Alimentos sensíveis ao calor, que frequentemente apresentam resultados insatisfatórios quando desidratados por métodos tradicionais devido à modificação de sabor, textura, formato e perda de nutrientes causadas pelo aquecimento em altas temperaturas, não enfrentam esses desafios na liofilização, uma vez que o processo ocorre a baixas temperaturas.

Outro benefício notável dessa técnica é a redução significativa do espaço necessário para o transporte e armazenamento dos produtos liofilizados. Não é necessário o uso de câmaras de refrigeração, embora seja fundamental garantir uma embalagem hermética que impeça a reabsorção de umidade pelo alimento. A ausência de água confere aos produtos uma longa vida útil, que pode chegar a anos, em contraste com alimentos congelados (CHARM, 1971).

A desidratação também torna os produtos mais leves, o que reduz os custos de transporte, tornando a liofilização uma solução vantajosa para viagens de longa duração, onde a minimização do peso transportado é crucial, como em missões espaciais (VENIR et al., 2007). Além disso, os alimentos desidratados por liofilização podem ser facilmente e rapidamente reidratados simplesmente adicionando água (FELLOEWS, 2000).

### **3.4. Análise Térmica**

A Análise Térmica corresponde a um conjunto de técnicas analíticas que envolvem o estudo das propriedades de uma substância em resposta a variações controladas de temperatura. O objetivo é estabelecer uma conexão entre a temperatura e propriedades físicas específicas dos materiais. As técnicas mais populares são a calorimetria diferencial de varredura (DSC), a análise termogravimétrica (TGA), a análise termomecânica (TMA), a análise mecânica dinâmica (DMA), a análise dielétrica (DEA) e a análise térmica micro/nano ( $\mu/n$ -TA) (MENCZEL e PRIME, 2009).

Os critérios a serem considerados para que uma técnica seja classificada como termoanalítica são: 1) uma propriedade física tem que ser medida; 2) a medida deve ser expressa como função da temperatura; 3) a medida deve ser realizada em um programa controlado de temperatura (IONASHIRO, 2004).

Para este trabalho, foram usadas a análise termogravimétrica (TGA), que monitora a variação de massa de uma amostra à medida que é aquecida ou resfriada e a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), que mede as mudanças no calor específico de uma amostra em função da temperatura.

### 3.4.1. Termogravimetria (TG)

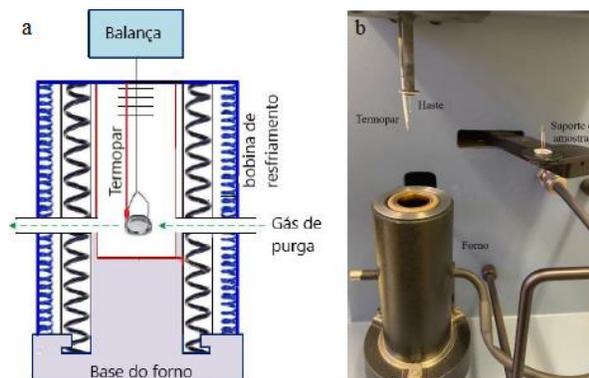
A Termogravimetria (TG) pode ser usada para o “estudo da decomposição térmica de substâncias orgânicas, inorgânicas e dos mais variados tipos de materiais como: minerais, minérios, carvão, petróleo, madeira, polímeros, alimentos, materiais explosivos etc” (IONASHIRO, 2004, p.27). Esta técnica de Análise Térmica é amplamente empregada para avaliar as propriedades térmicas e a degradação térmica de polímeros sólidos sob condições controladas de aquecimento (JUMAHAT et al., 2014).

A TG mede a variação na perda de peso de uma amostra submetida a um aumento controlado de temperatura e permite quantificar reações que envolvem a liberação de gases (IZANI et al., 2013). A análise termogravimétrica (TGA) oferece controle preciso das condições de aquecimento, incluindo uma faixa de temperatura variável e uma taxa de aquecimento precisa, e requer apenas uma pequena quantidade de amostra para análise.

Além disso, é possível quantificar a umidade e componentes voláteis presentes em compostos que podem causar degradação (IZANI et al., 2013). Durante o processo de análise, a amostra pode ser aquecida com uma taxa de aquecimento linear (análise dinâmica) ou mantida a uma temperatura constante (análise isotérmica) (MENCZEL; PRIME, 2009).

A TG possui uma termobalança, que mede a massa da amostra em função da temperatura e do tempo (MENCZEL; PRIME, 2009). O equipamento de termogravimetria (TG) consiste em uma termobalança equipada com: balança registradora, forno, suporte de amostra e sensor de temperatura, programador da temperatura do forno, sistema registrador e controle da atmosfera do forno (IONASHIRO, 2004).

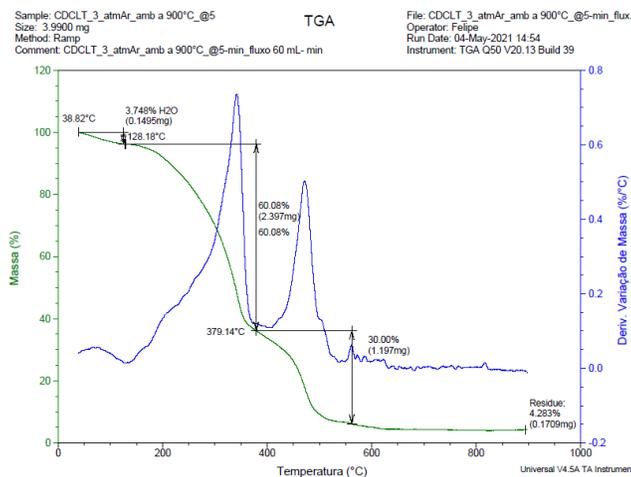
**Figura 4** - (a) Representação esquemática do interior de um forno termogravimétrico e (b) forno do equipamento TGA modelo Q 50 da TA instruments.



Fonte: Adaptado de acordo com SAADATKHAH, 2020.

Os resultados da análise são apresentados sob a forma de gráfico, onde os registros de temperatura ficam na abscissa e o percentual de variação de massa no eixo das ordenadas. A partir da curva TG é possível obter a curva de termogravimetria derivada (DTG), indicadora das temperaturas onde ocorrem o início e término da perda de massa e o instante onde a reação atinge o ponto máximo. Além disso, os picos da DTG delimitam os eventos da reação, que em alguns casos podem não ficar bem definidos na curva TG. A área do pico corresponde à perda ou ganho de massa utilizada em determinações quantitativas (IONASHIRO, 2004).

**Figura 5** - Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.minuto<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 3.4.2. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC, do inglês Differential Scanning Calorimetry) pode ser considerada como "trabalho principal" da análise térmica, segundo Menczel (et.al., 2009). O termo DSC implica que, durante um aumento linear de temperatura ou um resfriamento como é o caso de polímeros, informações calorimétricas quantitativas podem ser obtidas sobre a amostra. É uma técnica na qual a diferença de fluxo de calor entre uma substância e uma referência é medida em função da temperatura enquanto a substância e a referência são submetidas a um programa de temperatura controlada. Isto porque os dados quantitativos sobre processos endotérmicos e exotérmicos de amostras, durante transições físicas ou químicas não podem ser medidos diretamente (MENCZEL et. al., 2009).

É importante observar que o acrônimo DSC tem dois significados: (1) uma abreviação da técnica (ou seja, calorimetria exploratória diferencial) e (2) o dispositivo de medição (calorímetro diferencial de varredura).

Entre as aplicações da DSC, é importante mencionar a determinação fácil e rápida da temperatura de transição vítrea, descontinuidade da linha de base, as temperaturas de fusão e cristalização, o calor de fusão, o calor de reações, a determinação rápida de pureza, medições rápidas de capacidade térmica, caracterização de termorrígidos e medições de transições de cristais líquidos.

A avaliação cinética de reações químicas, como cura, degradação térmica e termo-oxidativa, é possível. Além disso, a cinética da cristalização de polímeros pode ser avaliada. Assim, temos que a DSC é extremamente útil quando apenas há uma quantidade limitada de

amostra disponível, pois são necessárias apenas quantidades da ordem de miligramas para as medições (MENCZEL et. al., 2009).

As curvas de DSC podem ser obtidas em dois tipos de dispositivos. A DSC de compensação de potência possui dois fornos individuais e a diferença de temperatura entre a amostra e a referência são compensadas variando o calor necessário para manter ambas na mesma temperatura. O DSC por fluxo de calor utiliza um único forno, onde o calor flui para a amostra e o material de referência através de uma célula (forno). A troca de calor entre o forno e a amostra é medido através do disco termoelétrico (CLAS; DALTON; HANCOCK, 1999).

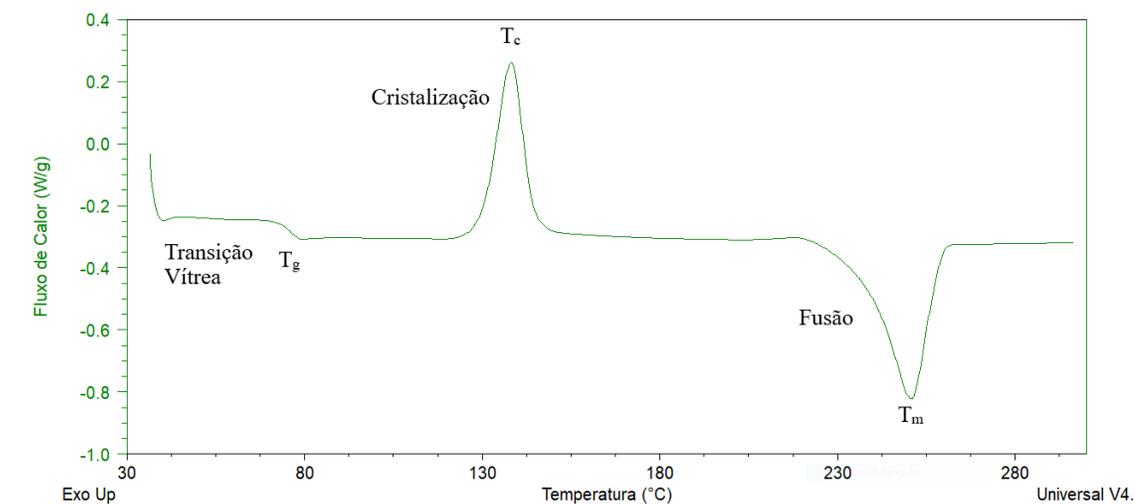
A DSC segundo Menczel et. al (2019) mede várias propriedades térmicas de uma amostra enquanto ela é aquecida ou resfriada. Alguns dos parâmetros comumente analisados pela DSC incluem:

- Temperatura de Transição Vítreia ( $T_g$ ): A temperatura na qual ocorre a transição da fase vítreia para a fase mais móvel;
- Temperatura de Fusão ( $T_m$ ): A temperatura na qual uma substância passa do estado sólido para o líquido durante o processo de fusão;
- Temperatura de Cristalização ( $T_c$ ): A temperatura na qual uma substância passa do estado líquido para o sólido durante o processo de cristalização;
- Calor de Fusão ( $\Delta H$ ): A quantidade de calor absorvida ou liberada durante o processo de fusão;
- Calor Específico ( $C_p$ ): A capacidade térmica específica da amostra, indicando a quantidade de calor necessária para elevar a temperatura de uma unidade de massa da amostra em uma unidade de temperatura;
- Transições de Fase e Reações Químicas: a entalpia ( $\Delta H$ ) é frequentemente medida e é um dos parâmetros mais importantes obtidos a partir das curvas de DSC. A

entalpia está relacionada à quantidade total de calor envolvida em uma mudança de fase, como a fusão ou cristalização de um material. A área sob o pico de fusão ou cristalização em um gráfico DSC é proporcional à entalpia da transição de fase. A relação entre a entalpia, entropia e temperatura é fundamental para entender as transições de fase;

- Taxas de Aquecimento ou Resfriamento: A taxa na qual a temperatura da amostra é alterada durante o experimento;
- Temperatura Inicial e Final: As temperaturas iniciais e finais do experimento, que podem variar de acordo com os requisitos da análise.

**Figura 6** - Curvas DSC por fluxo de calor em função da temperatura do Polietileno Tereftalato (PET) e as transições térmicas referente cristalização (evento exotérmico), fusão (evento endotérmico) e a transição vítrea (mudança na linha base)



Fonte: Manual do DSC, 1995.

Esses parâmetros fornecem informações sobre as propriedades térmicas e a estabilidade de materiais.

Desse modo, as informações obtidas por meio das duas técnicas de análise TG/DTG e DSC, complementam-se, pois nas primeiras obtêm-se informações de estabilidade térmica e os

eventos de variações de massa, e na segunda, obtém-se eventos associadas a transições térmicas, independente se há ou não perda de massa (SANTOS, 2014).

### **3.5.Composição nutricional**

A caracterização centesimal de alimentos é uma ferramenta importante para avaliar a qualidade nutricional dos alimentos e para garantir a segurança alimentar. O processo consiste na determinação da quantidade de macronutrientes, tais como proteínas, gorduras e carboidratos, bem como micronutrientes, tais como vitaminas e minerais, presentes em alimentos específicos. A caracterização centesimal é importante para entender a composição nutricional dos alimentos e para avaliar se eles atendem às necessidades nutricionais das pessoas (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Os testes físico-químicos são uma parte importante da caracterização centesimal de alimentos e incluem a determinação de várias propriedades físicas e químicas dos alimentos, tais como umidade, acidez, pH, densidade, solubilidade, entre outras. Estes testes são importantes porque ajudam a avaliar a qualidade e estabilidade dos alimentos, bem como identificar possíveis problemas de segurança alimentar, como contaminação por micróbios ou presença de aditivos alimentares não autorizados (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Os testes físico-químicos também são importantes para avaliar a qualidade sensorial dos alimentos, incluindo sabor, aroma e aparência. Estes testes são importantes para a indústria alimentar, pois permitem que os fabricantes ajustem seus processos de produção para garantir a qualidade dos alimentos produzidos. Além disso, estes testes são amplamente utilizados para avaliar a qualidade de matérias-primas antes da produção de alimentos e para monitorar a

qualidade dos alimentos durante o armazenamento e transporte (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

A caracterização centesimal e os testes físico-químicos são amplamente utilizados em laboratórios de pesquisa e na indústria alimentar. É importante que os resultados destes testes sejam interpretados corretamente para garantir a qualidade e segurança dos alimentos produzidos e comercializados. Além disso, é importante que os testes sejam realizados por profissionais capacitados e com equipamentos adequados para garantir a precisão dos resultados (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Em resumo, a caracterização centesimal e os testes físico-químicos são ferramentas valiosas na avaliação da qualidade nutricional e segurança alimentar dos alimentos. Eles são importantes para entender a composição dos alimentos, avaliar a qualidade sensorial, identificar possíveis problemas de segurança alimentar e para monitorar a qualidade dos alimentos durante o armazenamento e transporte. A utilização correta destas ferramentas é fundamental para garantir que os alimentos produzidos e comercializados atendam às necessidades nutricionais das pessoas e sejam seguros para o consumo (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

### **3.6. Justificativa**

A justificativa para este estudo reside, portanto, na importância de se desenvolver um estudo sistemático do comportamento térmico e da composição nutricional de partes do fruto. Em primeiro lugar, a estabilidade térmica é um aspecto crítico em uma ampla gama de campos científicos e tecnológicos. Desde a indústria de materiais até a engenharia de sistemas complexos,

entender como os materiais e sistemas respondem às variações de temperatura é fundamental para o desenvolvimento de produtos seguros, confiáveis e eficientes.

Além disso, a estabilidade térmica desempenha um papel crucial na pesquisa de novos materiais e na melhoria de produtos existentes. Compreender os efeitos da temperatura na estrutura e nas propriedades dos materiais pode levar ao desenvolvimento de materiais mais resistentes ao calor, mais duráveis e com melhor desempenho em uma variedade de ambientes.

Outrossim, um estudo sobre estabilidade térmica pode ter aplicações práticas imediatas. Segundo Sason e Sharma (2015), há diversos usos funcionais para o fruto, tais como:

- a. Alimentação: Os frutos imaturos são em conserva e também utilizados como vegetal. Forragem: As folhas proporcionam boa forragem e são cortadas para esse fim. A semente do núcleo de *Cordia dichotoma* contém uma alta porcentagem de lipídeos e proteínas (46% e 31%, respectivamente), o que tem potencial como ração para o gado.
- b. Combustível: A árvore é usada como lenha. Madeira: A madeira é utilizada para fazer implementos agrícolas.
- c. Inseticida: O extrato de frutas de *Cordia dichotoma* suprime a eclosão de larvas de *Meloidogyne incognita*.
- d. Usos Farmacêuticos: Os atributos medicinais de *Cordia dichotoma* são conhecidos há muito tempo. As sementes da espécie são anti-inflamatórias, dois compostos, alfa-amirina e 5-dirramnosídeo, foram isolados. A casca é medicinal e vários produtos químicos foram identificados; Alantoína, beta-sitosterol e 3', 5-dihidroxi-4'-metoxi flavanona-7-O-alfa-L-ramnopiranosídeo isolados dela. O núcleo da semente também possui muitas propriedades medicinais.

e. Serviços Limitador ou barreira ou suporte: *Cordia dichotoma* é uma árvore de fruto de crescimento rápido, que se sai bem em condições semiáridas e é adequada para o plantio ao longo de limites e estradas agrícolas.

f. Inibidor de Corrosão: Um estudo investigou a inibição da corrosão do aço suave usando extratos de *Cordia dichotoma*. Os resultados mostraram que os extratos alcoólicos são um inibidor de corrosão melhor do que produtos químicos tóxicos.

g. Usos Medicinais: Antiúlcera, cicatrizante, anti-inflamatório, analgésico, antidiabético, antimicrobiano, anti envelhecimento, hepatoprotetor, anti-helmíntico (extrato de clorofórmio), laxante (fruto fresco), expectorante. Na Ayurveda, folhas e casca do caule são usadas para dispepsia, febre, diarreia e hanseníase. A casca é umedecida e aplicada em furúnculos e tumores para acelerar o amadurecimento. Também é usada para dores de cabeça e dores de estômago. A casca é usada como antidispepsia e febrífuga. A casca em pó é usada para úlceras na boca. Infusão da casca é usada como gargarejo. O suco da casca, misturado com leite de coco, é usado para aliviar dores cólicas. Em Java e Bengala, a casca é usada como tônico. Em Java, a casca é usada para disenteria; e com casca de romã, usada para febres. A casca é esfregada nos dentes para fortalecê-los. As folhas são usadas para úlceras e dores de cabeça. O fruto altamente mucilaginoso é usado para tosses e problemas no peito, útero e uretra. Em grandes quantidades, pode ser usado como laxante. Na Índia, é tradicionalmente usado para colite ulcerativa, úlceras e dores cólicas. Em Bengala, o fruto fresco é usado como laxante e peitoral. Em Java, o fruto é usado para gonorreia. No Punjab e Caxemira, o fruto seco é usado como expectorante.

h. Outros usos: - Nas Filipinas, cordas são feitas do caule. - Do fruto, a substância gelatinosa branca é usada como cola. - Peixes são cozidos envolvidos em folhas. - Na Birmânia, as folhas substituem invólucros de charutos.

Assim, o estudo sobre estabilidade térmica pode contribuir significativamente para o avanço do conhecimento científico fundamental. A compreensão dos princípios subjacentes aos processos térmicos pode levar a descobertas inovadoras e abrir novas direções de pesquisa em uma variedade de disciplinas científicas.

### 3.6.1. Estruturas identificadas

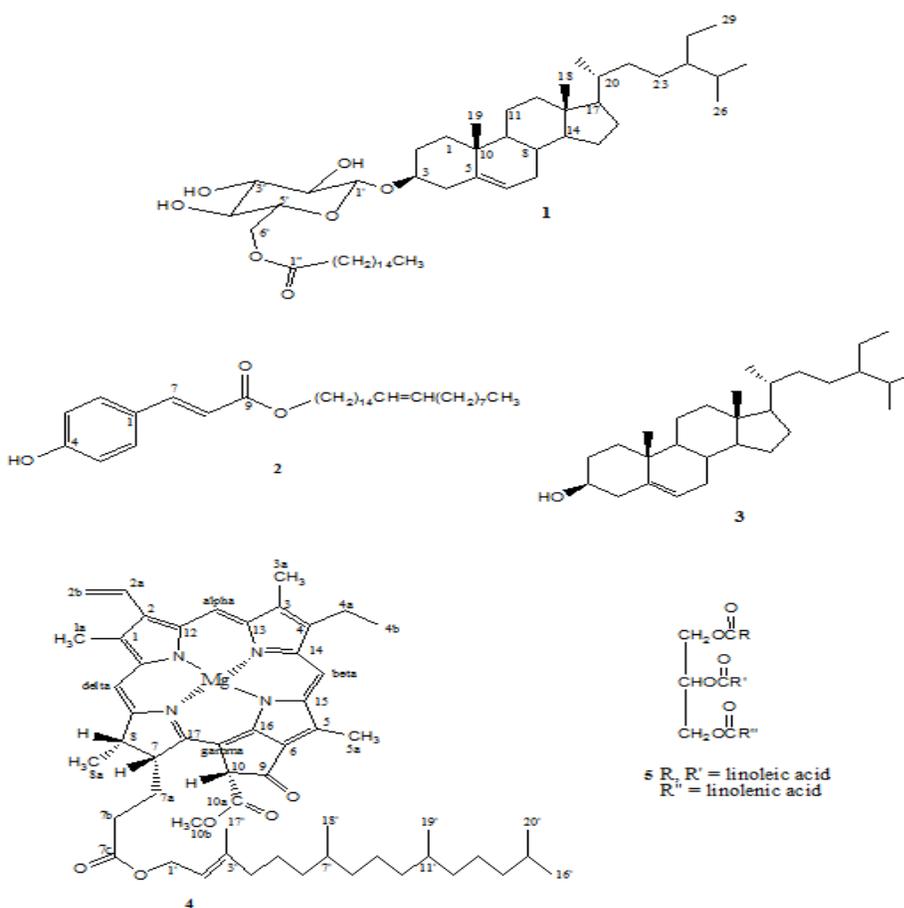
Alguns autores realizaram alguns estudos relacionados. Temos que o extrato das folhas da árvore mostrou atividade que impede a fecundação, sugerindo seu possível uso como medicamento contraceptivo natural (BHATTACHARYA E SAHA, 2013).

As sementes, folhas e frutos da *Cordia dichotoma* contêm uma variedade de compostos, incluindo alcaloides pirrolizidínicos, cumarinas, flavonoides, saponinas, terpenos e esteróis (JAMKHANDE et al., 2013). Estudos demonstraram que a taxifolina presente nas sementes exibe uma atividade promissora na neutralização de radicais livres DPPH, mesmo em baixas concentrações de 100 µg/mL (MAHASWETA et al., 2014). Além disso, a apigenina, encontrada nas sementes de *Cordia dichotoma*, demonstrou efeitos significativos na cicatrização e na redução da inflamação em casos de colite ulcerativa, conforme relatado em estudos anteriores (GANJARE et al., 2011). A análise do teor de óleo nas sementes revelou uma composição de 7,60%, destacando os ácidos esteárico, oleico e linoleico como os principais componentes (RAMESHWAR et al., 2006).

Da fração butanólica dos frutos de *Cordia dichotoma*, foram isolados três flavonoides: kaempferol, quercetina e isoramnetina (KUPPAST et al., 2006). Quanto às folhas, foram identificados seis glicosídeos de flavonol e dois compostos fenólicos em seu extrato de butanol, sendo o ácido rosmarínico o componente principal (WANG et al., 1996). Em uma pesquisa

separada, os extratos etanólicos foram mencionados por conterem compostos polifenólicos (1,0%), triterpenoides (0,075%), aminoácidos (1,39%) e ácido rosmarínico (0,0028%) (TIAN et al., 2014). Uma análise sobre os constituintes químicos e usos medicinais da *Cordia dichotoma* também foi disponibilizada (PRIYANKA E SHRIKANT, 2014). Neste estudo, foi relatado o isolamento de  $\beta$ -sitosteryl-3 $\beta$ -glucopiranosídeo-6'-O-palmitato (1), éster de nervonil 4-hidroxi-trans-cinamato (2),  $\beta$ -sitosterol (3) e clorofila a (4) das folhas; e 3 e 1,2-dilinoil-3-linolenilglicerol (5) dos galhos de *Cordia dichotoma*. Até o momento, este é o primeiro relato sobre o isolamento de tais compostos de *Cordia dichotoma*.

**Figura 7**– Estruturas químicas do  $\beta$ -sitosteryl-3 $\beta$ -glucopiranosídeo-6'-O-palmitato (1), éster de nervonila 4-hidroxi-trans-cinamato (2),  $\beta$ -sitosterol (3), clorofila a (4) e 1,2-dilinoil-3-linolenilglicerol (5) de *Cordia dichotoma*.



Fonte: RAGASA et.al. (2015)

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Coleta de fruto

A coleta dos frutos *Cordia dichotoma* foi realizada em área rural no município de Campo Grande – MS (localização 20°23'57.1"S 54°37'08.5"W). Os frutos foram armazenados e transportados em condições ambiente até os laboratórios da Unidade de Ciência de Alimentos (Unical) da Facfan – UFMS.

Os frutos foram cuidadosamente destacados das hastes, lavados em água corrente e submetidos à sanitização em solução de hipoclorito de sódio a 100 ppm, da marca Dinâmica Química, durante 10 minutos (Figura 8). Em seguida, foram enxaguados com água potável e dispostos sobre papéis absorventes em bancadas, onde permaneceram por 2 horas à temperatura ambiente, a fim de promover a secagem superficial (Figura 9). Para completar o processo de secagem, as amostras foram transferidas para estufa com temperatura controlada a 36 °C, permanecendo por 24 horas (Figura 10).

Pesou-se os frutos e a massa total foi de aproximadamente 6kg. A casca, a semente e a polpa dos frutos foram separadas manualmente (Figura 11).

**Figura 8** – Frutos imersos no hipoclorito de sódio



Fonte: Imagem do autor

**Figura 9** – Frutos após lavagem secando sobre as bancadas



Fonte: Imagem do autor

**Figura 10** – Frutos em secagem na estufa



Fonte: Imagem do autor

**Figura 11**– Casca (1), polpa e semente (2) e mucilagem (3) e Frutos inteiros (4)



Fonte: Imagem do autor.

As frações polpa e casca foram armazenadas em freezer com temperatura de  $-18^{\circ}\text{C}$  a  $-23^{\circ}\text{C}$  (Electrolux, DCA9A) até o início das análises.

## 4.2. Liofilização

Ao realizar os procedimentos de separação das partes do fruto, percebeu-se que os frutos tinham características gelatinosa e viscosa com consistência similar à borracha, dificultando o manuseio.

Além disso, os frutos maduros *in natura* foram colocados em vidro de relógio dentro de um dessecador à vácuo. Ao final do terceiro dia, foi identificada a presença de fungos. Dessa forma, considerando a sazonalidade dos frutos e da quantidade coletada, as análises de Termogravimetria e Calorimetria Exploratória Diferencial não poderiam ser realizadas, devido à escassez de tempo e de material. Assim, foi necessário realizar a liofilização do material.

Para realizar a liofilização, 200 g do fruto bruto congelado foram limpos em água corrente e foram separadas a casca e a polpa com a semente. A pesagem dos produtos indicou que dos 200 g iniciais, 72 g era de casca e 107 g de polpa com semente. Nesse processo, observou-se uma perda de 21 g decorrente do manuseio. Os produtos dessas separações foram colocados em frasco de vidro envolvidos em papel alumínio e submetidos à liofilização.

A polpa e a casca dos frutos foram liofilizados durante 72 horas em liofilizador (Alpha 1-2 LD plus, Christ). Após o processo de liofilização, foi feita a separação manual da polpa e da semente por meio de raspagem com faca. A polpa liofilizada foi identificada com PL e a casca liofilizada como CL.

Casca e polpa liofilizadas foram trituradas em moinho de facas (Tecnal, Willye TE-648), acondicionadas em embalagens a vácuo 15x25 - livre de bisfenol A - lisa sem ranhuras - 18 micras - composição nylon pp (multicamada: nylon/polipropileno) e embalados à vácuo (Jetvac,

seladora de embalagem) e novamente congeladas em freezer (-18 a -23°C) para as análises posteriores.

Após a moagem, o material obtido foi submetido às técnicas de caracterização TG/DTG e DSC. Os nomes passaram a ser CDCL para *Cordia dichotoma* Casca Liofilizada e CDPL para *Cordia dichotoma* Polpa Liofilizada.

### 4.3. Termogravimetria (TG)

A fim de determinar o comportamento da polpa e casca dos frutos em função da temperatura foram realizadas análises termogravimétricas. O equipamento utilizado foi TGA Q50 (TA instruments).

**Figura 12-** TGA Q50



Fonte: Imagem do autor

**Figura 13-** Forno TGA Q50



Fonte: Imagem do autor

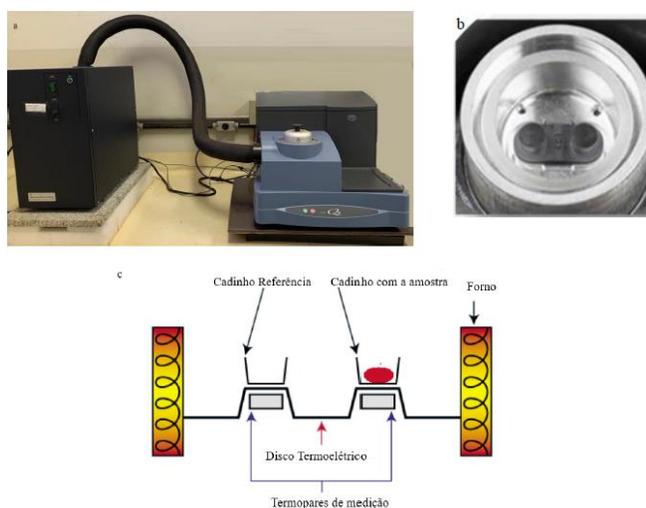
As curvas TG/DTG foram obtidas em atmosferas oxidante (ar sintético) e inerte (nitrogênio - N<sub>2</sub>). Os parâmetros empregados no equipamento para análises das amostras foram: massa de aproximadamente 4,00 mg, fluxo de gás de 40 mL.min<sup>-1</sup> na balança e 60 mL.min<sup>-1</sup> na amostra, faixa de temperatura de ambiente até 900 °C, cadinho de platina (Pt) como suporte de

amostra e razão de aquecimento de 5, 10, 15 e 20 °C.min<sup>-1</sup>. As curvas TG/DTG foram obtidas no equipamento modelo TGA-Q50 da TA *Instruments* e tratadas no *software* da TA *Universal Analysis 2000*.

#### 4.4. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

As curvas de DSC foram obtidas em atmosferas, oxidante (ar sintético) e inerte (nitrogênio - N<sub>2</sub>) para casca e polpa do fruto. O equipamento foi previamente aferido de acordo com o manual do fabricante, utilizando-se índio metálico de pureza 99,99 % como padrão, em atmosfera de nitrogênio com fluxo de 60 mL min<sup>-1</sup>, através da determinação da temperatura de fusão do índio (156,4 °C) e da entalpia de fusão do índio metálico (DH<sub>fus</sub> = 28,5 J g<sup>-1</sup>). Foram calculados os fatores de correção conforme procedimento do manual.

**Figura 14-** Equipamento de DSC Fluxo de calor (a), o interior de uma célula de DSC (b) e a representação esquemática do interior da célula (c).



Fonte: Imagem adaptada do manual DSC, 2007

Os parâmetros empregados no equipamento para as análises das amostras foram: massa de aproximadamente 7,00 mg, fluxo de gás de 60 mL.min<sup>-1</sup> na amostra, faixa de temperatura de ambiente até 500 °C, cadinho de alumínio aberto com suporte e pra referência um cadinho idêntico sem a amostra. A razão de aquecimento foi de 10°C.min<sup>-1</sup>. As curvas de DSC foram obtidas no equipamento modelo *Q50* de fluxo de calor acoplado a um sistema de resfriamento RCS-90 ambos da marca *TA Instruments* e tratadas no *software* da *TA Universal Analysis 2000*.

#### 4.5.Caracterização centesimal

Polpa e casca de *Cordia dichotoma* foram avaliadas em duplicata devido à disponibilidade do material. Foi realizada a avaliação da umidade por secagem em estufa a 105°C - pagina 98 - 012/IV Perda por dessecação (umidade) – Secagem direta em estufa a 105°C (anexo I), cinzas por calcinação - pagina 105 - 018/IV Resíduo por incineração – Cinzas (anexo II), proteínas via Método de Kjeldahl modificado – página 124 - 037/IV Protídios – Método de Kjeldahl modificado (anexo III) com fator de conversão de nitrogênio de acordo com a tabela 1, lipídio - por soxhlet - pagina 117 - 032/IV Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta em Soxhlet. (anexo IV) e carboidratos por diferença via Glicídios totais - pagina 129 - 040/IV Glicídios totais em glicose (anexo V) conforme metodologia do Instituto Adolfo Lutz – IAL (2008).

**Tabela 1-** Fatores de conversão de nitrogênio total em proteína (soja - 6,25)

| <b>Alimento</b>    | <b>Fator</b> | <b>Alimento</b>   | <b>Fator</b> |
|--------------------|--------------|-------------------|--------------|
| Farinha de centeio | 5,83         | Castanha do Pará  | 5,46         |
| Farinha de trigo   | 5,83         | Avelã             | 5,30         |
| Macarrão           | 5,70         | Coco              | 5,30         |
| Cevada             | 5,83         | Outras nozes      | 5,30         |
| Aveia              | 5,83         | Leite e derivados | 6,38         |
| Amendoim           | 5,46         | Margarina         | 6,38         |
| Soja               | 6,25         | Gelatina          | 5,55         |

|          |      |                  |      |
|----------|------|------------------|------|
| Arroz    | 5,95 | Outros alimentos | 6,25 |
| Amêndoas | 5,18 | —                | —    |

Fonte: Adaptada do manual de Metodologias do Instituto Adolfo Lutz, 2008.

As análises foram realizadas nos laboratórios da Unical – Facfan – UFMS.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Preparo do fruto para análise

Durante o manuseio do fruto *Cordia dichotoma*, observou-se a característica similar a de uma borracha sendo viscosa e de aspecto pegajoso. A polpa ao entrar em contato com o ambiente sofre um processo de oxidação muito rapidamente. Observou-se o escurecimento do fruto logo que é despolpado. Isso é um indicativo que o fruto apresenta atividade antioxidante.

Como visto na literatura, a polifenoloxidase é uma enzima que possui o mineral de cobre que é o responsável pelo escurecimento dos frutos em geral (DAMODARAN, 2018).

### 5.2. Análise Térmica

#### 5.2.1. Confiabilidade do método

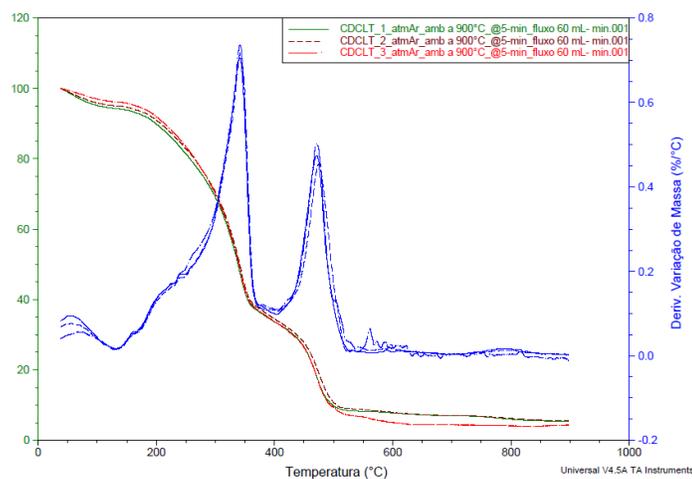
As análises realizadas em triplicata utilizando a mesma amostra reforçam a confiabilidade do método de termogravimetria empregado para o fruto *Cordia dichotoma*. Essa abordagem, ao repetir o teste sob condições idênticas, possibilita a verificação da reprodutibilidade dos resultados e a identificação de eventuais variações experimentais. A consistência entre as curvas obtidas – tanto para a casca quanto para a polpa, em atmosferas de ar e nitrogênio – indica que o sistema é estável e que o protocolo experimental é robusto.

No procedimento, a amostra foi submetida a uma rampa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  até atingir  $900^{\circ}\text{C}$ , condição que, ao ser mantida constante, garante que as diferenças observadas entre as amostras (casca e polpa) e entre as atmosferas (ar e nitrogênio) refletem as características intrínsecas dos materiais analisados.

Essa consistência sugere que o método é capaz de minimizar variações instrumentais e interferências externas, refletindo com precisão as transformações térmicas do material avaliado. O controle rigoroso das condições experimentais – como o fluxo constante de ar ( $60 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ) – garante que a perda de massa registrada seja uma representação fidedigna dos processos de decomposição ou outras reações térmicas ocorridas durante o ensaio.

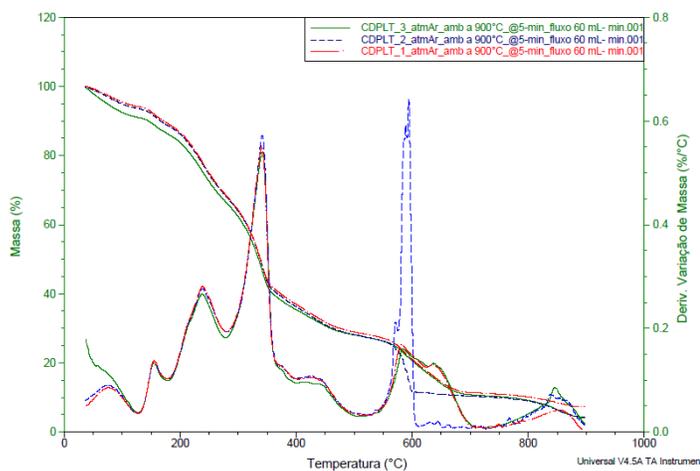
Em resumo, a repetibilidade dos resultados evidencia que a metodologia adotada é confiável para a caracterização térmica, permitindo conclusões seguras sobre as propriedades do material estudado e sua estabilidade sob condições de aquecimento controlado.

**Figura 15-** Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* obtidas em triplicata para atmosfera de ar



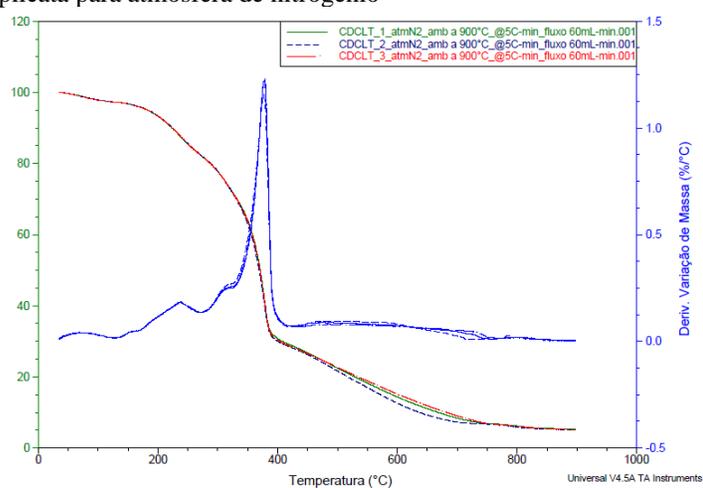
Fonte: Resultados da pesquisa

**Figura 16-** Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* obtidas em triplicata para atmosfera de ar



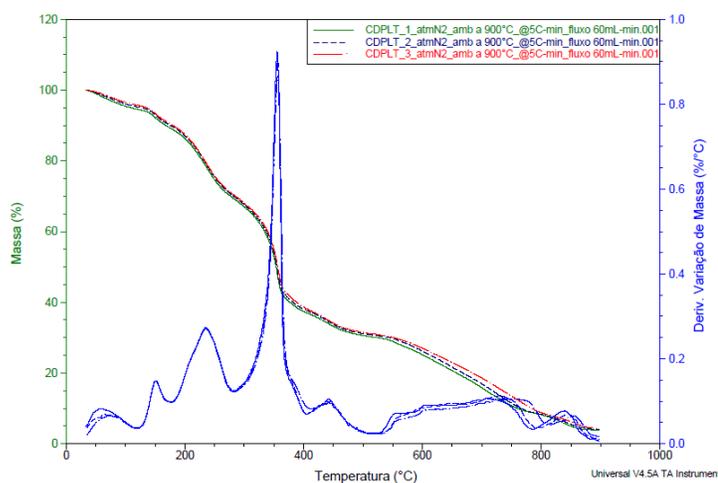
Fonte: Resultados da pesquisa

**Figura 17-** Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* obtidas em triplicata para atmosfera de nitrogênio



Fonte: Resultados da pesquisa

**Figura 18-** Curvas de termogravimetria (TG) e de termogravimetria derivada (DTG) da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* obtidas em triplicata para atmosfera de nitrogênio



Fonte: Resultados da pesquisa

A análise térmica foi realizada com o objetivo de investigar as transformações dos constituintes presentes no fruto de *Cordia dichotoma*. Para obter uma melhor área de contato e eliminar possíveis interferências durante a análise, o material liofilizado foi triturado em um moedor Tecnal Micro Moinho Tipo Willye TE-648.

### 5.2.2. Casca: ambiente ar

A análise termogravimétrica (TG) da casca liofilizada do fruto *Cordia dichotoma* (CDCLT) foi realizada em atmosfera de ar a temperatura ambiente até 900°C, utilizando rampas de aquecimento com variações de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>, com fluxo de 60 mL.min<sup>-1</sup>. Os dados obtidos foram apresentados por meio de curvas de variação de massa (%), bem como suas respectivas taxas de variação de massa (%/°C), com o objetivo de identificar as mudanças nas propriedades físico-químicas da casca durante o aquecimento.

Inicialmente, ocorre uma perda de massa significativa associada à remoção de água, o que é típico em amostras orgânicas. Este processo é especialmente pronunciado nas rampas de aquecimento mais longas (5 e 10°C.min<sup>-1</sup>), onde a perda de massa é mais rápida devido ao maior gradiente térmico aplicado. A análise dos dados indicou que a casca do fruto possui um teor de umidade considerável, haja vista que embora o material tenha sido liofilizado, ocorreu a incorporação de moléculas de água devido à umidade do ar no momento das análises, o qual diminui rapidamente com o aumento da temperatura, atingindo uma estabilização mais tarde, quando a água é completamente removida. A presença de umidade também pode impactar a análise dos outros componentes, como lipídios e proteínas, que são sensíveis ao calor (ZIEGLER, 2014).

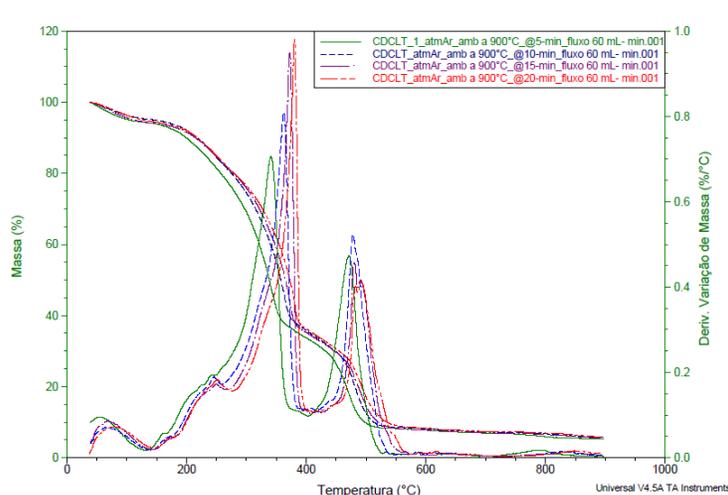
A partir da termogravimetria derivada (DTG), é possível observar os picos correspondentes à decomposição dos componentes orgânicos da casca, os quais são liberados conforme a temperatura atinge níveis mais altos (CORRADI et al., 2013). Esses picos de decomposição indicam a presença de carboidratos e glicídios na amostra, componentes que geralmente apresentam decomposição térmica a temperaturas superiores a 200°C (OLIVEIRA, 2021). O comportamento observado nas diferentes rampas de aquecimento revela uma liberação de massa de forma mais pronunciada a 15 e 20 minutos, com maior estabilidade térmica após os 20 minutos de aquecimento, sugerindo uma maior resistência à decomposição completa de suas frações.

Além disso, a análise de cinzas pode ser correlacionada com o restante da massa residual observada após a decomposição térmica, representando os minerais presentes na casca. O resíduo final após aquecimento indica que a casca contém uma fração mineral relevante, o que pode refletir a composição de elementos essenciais à planta. Por fim, a decomposição dos lipídios e

proteínas é observada como picos em temperaturas intermediárias, refletindo a presença desses compostos na estrutura celular da casca (GARCIA; CARASCHI; VENTORIM, 2016).

Em termos de composição química, os dados obtidos através da TG e DTG sugerem que a casca do *Cordia dichotoma* possui uma composição mista, com uma significativa quantidade de carboidratos, glicídios, lipídios e proteínas, além da fração mineral. A análise termogravimétrica forneceu informações cruciais sobre a resistência térmica e a composição da casca, essenciais para a compreensão de suas propriedades bioquímicas e seu comportamento em processos de secagem ou liofilização.

**Figura 19-** Curva termogravimétrica e derivada da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.2.3. Polpa: ambiente ar

A análise termogravimétrica (TGA) da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma*, realizada em atmosfera de ar até 900°C com rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>, revela distintos eventos de decomposição que refletem a composição química da amostra. No primeiro estágio, geralmente até aproximadamente 100–150°C, observa-se uma perda de massa atribuída à

remoção da umidade residual presente na polpa (TOMUL et al., 2019). Esse evento é identificado como o pico inicial na curva derivada (DTG) e tende a ser mais pronunciado em rampas com aquecimento mais lento, como a de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , onde o processo de evaporação ocorre de forma mais gradual, permitindo uma determinação mais precisa do teor de umidade (ALVES, 2019).

Em seguida, a faixa de temperatura entre  $200^{\circ}\text{C}$  e  $400^{\circ}\text{C}$  apresenta uma significativa redução de massa, indicando a decomposição de componentes orgânicos voláteis. Essa etapa engloba a degradação de frações associadas a proteínas, lipídios e carboidratos (glicídios). Os picos identificados na curva DTG nesta região sugerem que a degradação das proteínas e lipídios ocorre em uma faixa térmica próxima, com os carboidratos se decompondo em uma temperatura ligeiramente superior. A resolução desses eventos é mais nítida em rampas mais lentas, pois a taxa de aquecimento reduzida minimiza a sobreposição dos picos de decomposição, permitindo uma melhor diferenciação entre as diferentes frações constituintes (ROCHA, 2022).

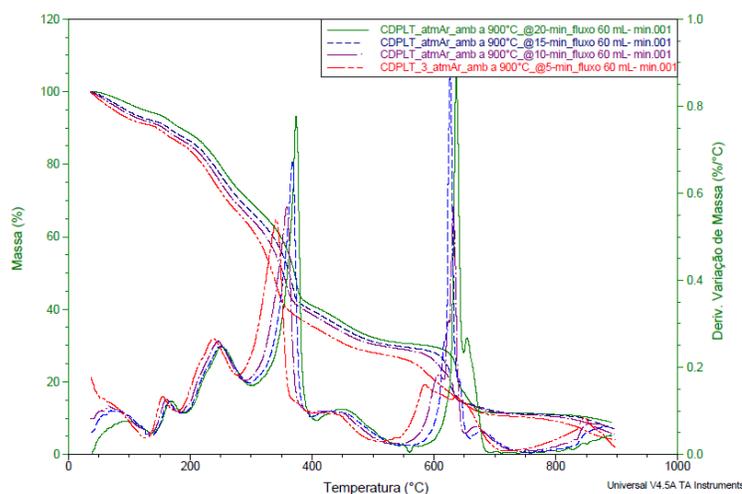
A partir de  $400^{\circ}\text{C}$  e até o final do ensaio a  $900^{\circ}\text{C}$ , observa-se uma decomposição contínua dos componentes orgânicos, que culmina na formação de um resíduo inorgânico. Esse resíduo, conhecido como cinzas, representa os constituintes minerais da amostra que permanecem após a volatilização dos componentes orgânicos (ROCHA, 2022). A análise deste resíduo fornece informações importantes sobre a composição mineral da polpa e é fundamental para avaliar a qualidade e a estabilidade do material.

Comparativamente, as diferentes rampas de aquecimento evidenciam que taxas de aquecimento mais lentas (como a de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) proporcionam uma melhor resolução dos eventos térmicos, facilitando a identificação e quantificação dos componentes como umidade, proteínas, lipídios, carboidratos e cinzas. Em rampas mais rápidas ( $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ), a sobreposição dos eventos

de decomposição pode dificultar a distinção precisa entre os picos correspondentes aos diferentes constituintes (SILVA et al., 2018). Assim, a escolha da taxa de aquecimento é crucial para a obtenção de dados termogravimétricos detalhados e confiáveis.

Em suma, a aplicação das técnicas de termogravimetria e termogravimetria derivada nesta amostra de polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* permitiu identificar e caracterizar os processos de remoção de umidade, degradação dos constituintes orgânicos (proteínas, lipídios e carboidratos) e a formação de cinzas. Esses achados fornecem uma base sólida para a compreensão da composição e do comportamento térmico do material, contribuindo significativamente para a fundamentação dos estudos relacionados ao processamento e à utilização deste fruto em aplicações alimentícias e industriais.

**Figura 20-** Curva termogravimétrica e derivada da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### 5.2.4. Casca liofilizada: ambiente nitrogênio

A análise térmica da casca liofilizada do fruto *Cordia dichotoma*, submetida ao tratamento em atmosfera de nitrogênio até 900°C com rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e

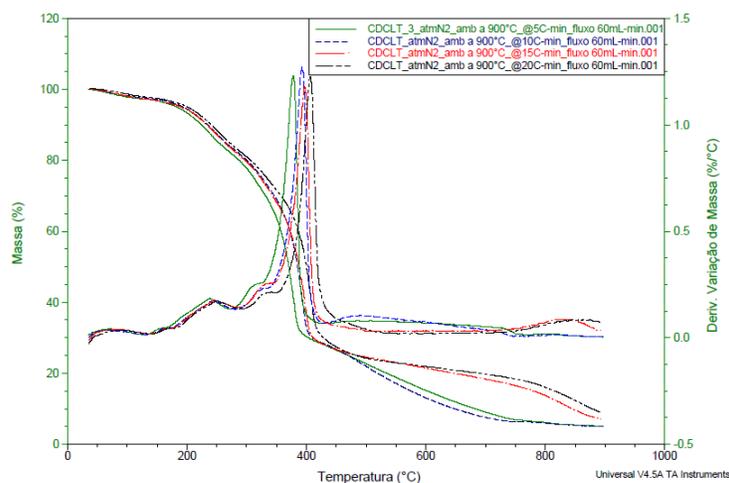
20°C.min<sup>-1</sup>, evidencia processos complexos de decomposição e reorganização química do material. O comportamento da variação da massa e sua derivada em relação à temperatura indicam que o material apresenta etapas distintas de perda de massa, correlacionadas à quebra das ligações químicas presentes em seus constituintes orgânicos e portanto absorção de energia do meio.

Inicialmente, a perda de massa, especialmente em temperaturas mais baixas, pode ser atribuída à desorção de umidade residual e à liberação de compostos voláteis (TOMUL et al., 2019). Essa etapa, de caráter endotérmico, é mais pronunciada em rampas de aquecimento mais lentas, como a de 5°C.min<sup>-1</sup>, onde o tempo de exposição permite uma maior interação térmica com o material, promovendo a quebra inicial de ligações químicas mais frágeis. Em seguida, com o aumento da temperatura, observa-se a ocorrência de eventos endotérmicos mais intensos, evidenciados pelos picos na curva derivada, os quais correspondem à degradação de macromoléculas estruturais (FERNANDES, 2019).

A formação de cinzas, identificada na estabilização da perda de massa em altas temperaturas, indica a consolidação dos resíduos inorgânicos resultantes da decomposição dos componentes orgânicos. Essa formação é mais evidente próximo dos 900°C, quando a maioria das reações de decomposição já se completa e os resíduos remanescentes apresentam maior resistência térmica. As diferentes rampas de aquecimento também influenciam a cinética das reações: rampas mais rápidas (15 e 20°C.min<sup>-1</sup>) tendem a apresentar picos de decomposição menos acentuados, sugerindo um processo de degradação mais difuso e possivelmente uma distribuição de temperatura menos uniforme dentro da amostra (SANTOS, 2020).

Dessa forma, a análise do gráfico evidencia que os eventos endotérmicos, indicativos da quebra das ligações químicas, e a subsequente formação de cinzas são altamente dependentes da taxa de aquecimento, o que ressalta a importância do controle da temperatura e do tempo de exposição em processos de tratamento térmico de biomateriais. Essa compreensão detalhada dos mecanismos de decomposição é fundamental para o desenvolvimento de aplicações tecnológicas e para a otimização dos processos de transformação térmica em atmosferas inertes.

**Figura 21-** Curva termogravimétrica e derivada da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.2.5. Polpa liofilizada: ambiente nitrogênio

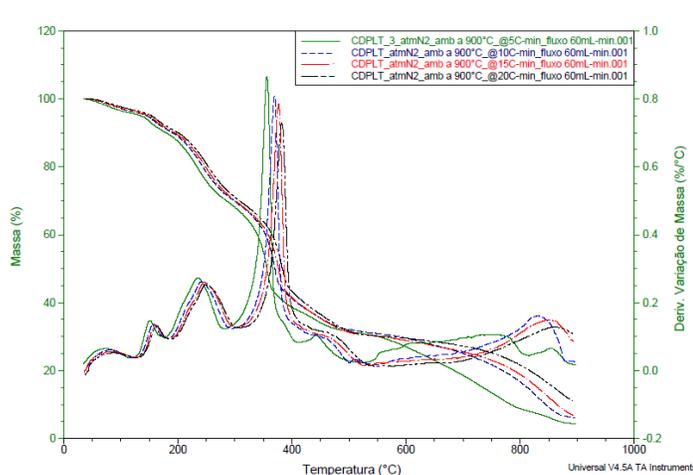
A análise térmica da polpa liofilizada do fruto *Cordia dichotoma*, submetida ao tratamento em atmosfera de nitrogênio até 900°C com rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>, revela um comportamento distintamente diferente daquele observado para a casca. Inicialmente, a curva de variação de massa apresenta uma redução gradual que pode ser atribuída à remoção de umidade residual e à liberação de compostos voláteis presentes na polpa. Esses eventos iniciais, de caráter endotérmico, são menos acentuados em comparação com os

observados para a casca, o que pode indicar uma composição química e estrutural distinta do tecido da polpa, possivelmente com menor teor de componentes termicamente sensíveis (SILVA et al., 2001).

Com o aumento da temperatura, os picos observados na derivada da variação de massa indicam a ocorrência de processos de degradação dos constituintes orgânicos. Esses picos representam a quebra das ligações químicas em macromoléculas, como pectinas, açúcares e outras substâncias presentes na polpa, evidenciando eventos endotérmicos característicos das reações de decomposição (RIBEIRO, 2022). A amplitude dos picos e sua definição variam de acordo com a taxa de aquecimento: rampas mais lentas (como a de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) permitem uma resolução mais clara dos eventos, enquanto rampas mais rápidas ( $15$  e  $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) podem promover uma sobreposição de reações, resultando em picos mais difusos (MATOS et al., 2000).

Por fim, a estabilização da perda de massa em temperaturas próximas a  $900^{\circ}\text{C}$  sugere a formação de cinzas, correspondentes aos resíduos inorgânicos que permanecem após a completa decomposição dos componentes orgânicos. Esse resíduo inorgânico, resultante da consolidação dos componentes que não volatilizam, confirma a conclusão dos processos de decomposição térmica (FREITAS et al., 2017). Em suma, o comportamento térmico da polpa evidencia que as condições de aquecimento e a atmosfera inerte são determinantes para a resolução dos eventos endotérmicos e a formação dos resíduos, aspectos fundamentais para a compreensão dos mecanismos de transformação térmica em biomateriais.

**Figura 22-** Curva termogravimétrica e derivada da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampas de aquecimento de 5, 10, 15 e 20°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### 5.2.6. Casca liofilizada: ambiente ar

A análise termogravimétrica (TGA) e a sua derivada (DTG) da casca liofilizada do fruto de *Cordia dichotoma* revelam distintos eventos de degradação quando submetida a uma atmosfera de ar e submetida a um aquecimento de 5 °C.min<sup>-1</sup> até 900 °C. Inicialmente, observa-se uma perda de massa pequena, de 3,748% (0,1495 mg), ocorrendo entre aproximadamente 38,82 °C e 128,18 °C. Este primeiro evento é atribuído à eliminação da umidade residual presente no material, característica que corrobora a natureza liofilizada da amostra (TOMUL et al., 2019).

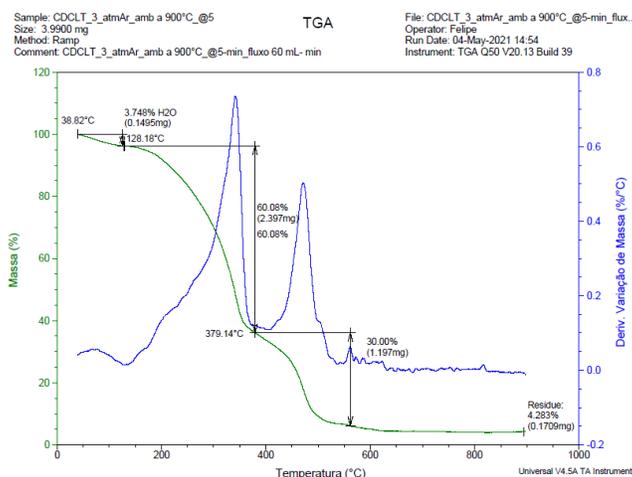
Após essa etapa, nota-se uma significativa redução da massa. Entre 128,18 °C e cerca de 379,14 °C, a massa do material diminui acentuadamente, passando de 60,08% (2,397 mg) para 30,00% (1,197 mg) do peso inicial. Esta faixa de temperatura engloba a decomposição dos constituintes orgânicos do material. Considerando os intervalos térmicos de degradação típicos, essa etapa pode ser atribuída à decomposição dos carboidratos estruturais, notadamente hemicelulose e celulose, bem como à degradação concomitante de proteínas e lipídios. A degradação de hemicelulose geralmente ocorre em temperaturas mais baixas (em torno de 200–

300 °C), enquanto a celulose se decompõe predominantemente entre 300–400 °C (SILVA, 2015), o que é compatível com a manifestação do pico de 379,14 °C na curva DTG.

Por fim, ao atingir 900 °C, resta um resíduo inorgânico (cinzas) correspondente a 4,283% (0,1709 mg) do peso inicial. Esse material residual é constituído principalmente pelos minerais e outros compostos inorgânicos que não se volatilizam sob a atmosfera oxidante e as condições térmicas empregadas, refletindo a pureza e o conteúdo orgânico elevado da casca (KUMAR et al., 2015).

Em síntese, os dados da análise TGA/DTG demonstram claramente a ocorrência de três etapas fundamentais: (i) remoção de umidade (3,748% até 128,18 °C), (ii) decomposição dos constituintes orgânicos – envolvendo carboidratos (incluindo hemicelulose e celulose), proteínas e lipídios – entre 128,18 °C e 379,14 °C, e (iii) formação de resíduo inorgânico (4,283% ao final do ensaio). Tais informações são essenciais para o entendimento da composição e da estabilidade térmica da casca de *Cordia dichotoma*, contribuindo para a avaliação de seu potencial em aplicações que envolvam processos térmicos ou conversão energética.

**Figura 23-** Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.2.7. Polpa liofilizada: ambiente ar

A análise termogravimétrica (TGA) e a curva derivada (DTG) da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar, submetida a um aquecimento de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  até  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , evidencia distintos eventos de perda de massa que refletem a composição e a estabilidade térmica do material. Inicialmente, ocorre uma remoção de água, indicada por uma perda de 5,92% (0,2377 mg) registrada em torno de  $38,09\text{ }^{\circ}\text{C}$ , que corresponde à evaporação da umidade superficial e interna presente na amostra (ÓRFÃO et al., 1999).

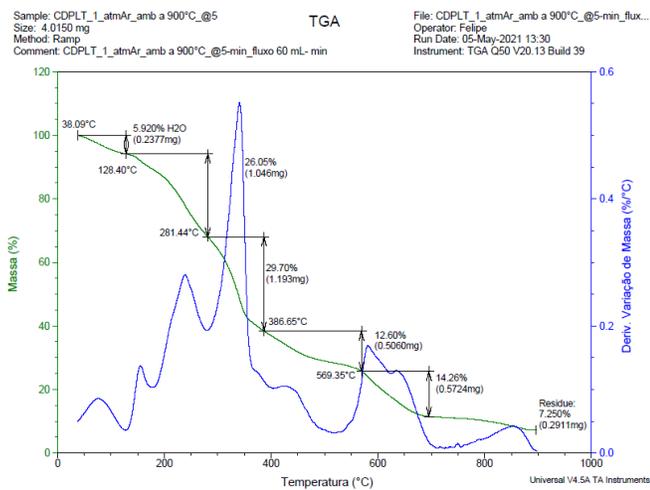
Em seguida, um expressivo evento de perda de massa de 26,05% (1,046 mg) é observado a aproximadamente  $128,40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , sugerindo a degradação de frações orgânicas de baixa estabilidade térmica. Esse estágio pode estar associado à desidratação e à decomposição de componentes instável, possivelmente compreendendo hemicelulose e pequenas frações de lipídios e proteínas, que se decompõem em temperaturas relativamente baixas (WERNER et al., 2014).

Posteriormente, os picos identificados em torno de  $281,44\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $386,65\text{ }^{\circ}\text{C}$  indicam a degradação dos polissacarídeos estruturais, sobretudo da celulose. Essas temperaturas são compatíveis com o intervalo de decomposição da celulose, evidenciando sua predominância na matriz da polpa. Ainda, um subsequente evento de perda de massa de 14,26% (0,5724 mg) a  $569,35\text{ }^{\circ}\text{C}$  remete à degradação de constituintes orgânicos mais resistentes, os quais podem incluir porções remanescentes de lipídios ou outros compostos com elevada estabilidade térmica (YANG et al., 2007).

Ao final do ensaio, resta um resíduo inorgânico (cinzas) de 7,250% (0,2911 mg), que representa os minerais e outros constituintes não voláteis presentes na polpa (KUMAR et al., 2015). Esses dados proporcionam uma compreensão detalhada dos estágios de decomposição e

da composição química da polpa de *Cordia dichotoma*, contribuindo para a avaliação de seu comportamento térmico em estudos de conversão energética e processos de valorização dos resíduos orgânicos.

**Figura 24-** Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min<sup>-1</sup>



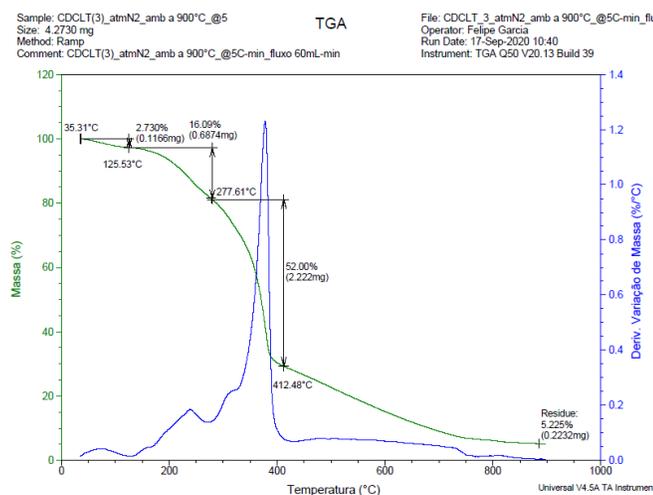
Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.2.8. Casca liofilizada: ambiente nitrogênio

A análise TGA/DTG da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* realizada em atmosfera de nitrogênio, com aquecimento de 5 °C.min<sup>-1</sup> até 900 °C, evidencia diferentes etapas de degradação térmica sob condições inerte. Inicialmente, verifica-se uma perda de massa de 2,73% (0,1166 mg) a aproximadamente 35,31 °C, atribuída à remoção da umidade superficial e intersticial presente na amostra. Em seguida, ocorre uma perda adicional de 16,09% (0,6874 mg) registrada em torno de 125,53 °C, a qual pode estar relacionada à decomposição de componentes orgânicos instáveis, como frações de hemicelulose e pequenas quantidades de lipídios e proteínas, que se degradam em temperaturas moderadamente baixas (CARVALHO, 2022).

Posteriormente, um expressivo evento de perda de massa de 52,00% (2,222 mg) é observado a cerca de 277,61 °C, correspondendo à degradação dos constituintes mais estáveis, principalmente os polissacarídeos estruturais como a celulose, cuja decomposição sob atmosfera inerte se caracteriza pela formação de produtos voláteis e a subsequente geração de carbono residual. Ao final do ensaio, o resíduo final é de 5,225% (0,2232 mg), representando o material carbonizado remanescente, composto basicamente pelos minerais e por porções de carbono altamente condensado que não se volatilizam nas condições empregadas (PEREIRA et al., 2013). Essa análise permite compreender o comportamento térmico da casca sob atmosfera de nitrogênio, destacando as diferentes faixas de decomposição associadas à eliminação de água, à degradação dos componentes orgânicos instáveis e estruturais.

**Figura 25-** Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da casca liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.2.9. Polpa liofilizada:-ambiente nitrogênio

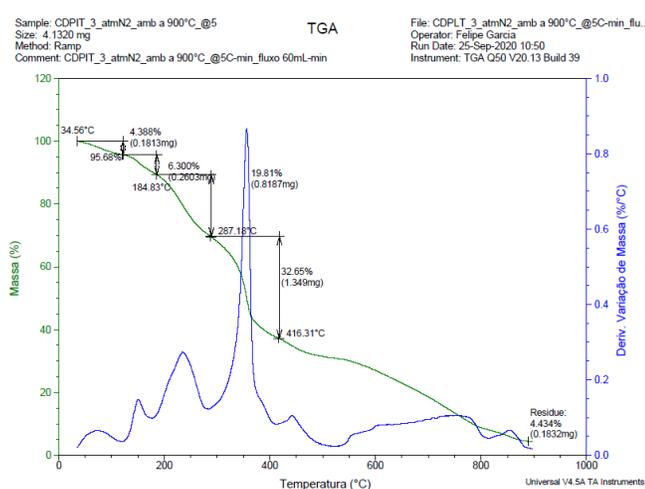
A análise TGA/DTG da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de nitrogênio, submetida a um aquecimento de 5 °C.min<sup>-1</sup> até 900 °C, revela distintos eventos de

decomposição térmica que refletem a complexa composição orgânica do material. Inicialmente, observa-se uma perda de massa de 4,388% (0,1813 mg) a aproximadamente 34,56 °C, atribuída à remoção da umidade superficial e intersticial, evidenciando a presença de água residual na amostra (ÓRFÃO et al., 1999).

Subsequente a essa etapa, um segundo evento, caracterizado por uma perda de 6,300% (0,2603 mg) em torno de 184,83 °C, pode ser relacionado à degradação de componentes orgânicos instáveis, como pequenas frações de hemicelulose, lipídios e proteínas, que se decompõem a temperaturas moderadas (CARVALHO, 2022). Em seguida, um pico mais acentuado de perda de massa, de 19,81% (0,8187 mg), é registrado a aproximadamente 287,18 °C, sugerindo a degradação predominante dos polissacarídeos estruturais, sobretudo a celulose, que se decompõe sob as condições inertes (PEREIRA et al., 2013).

Posteriormente, a degradação atinge um estágio mais intenso, com uma perda de 32,65% (1,349 mg) a cerca de 416,31 °C, representando a decomposição dos constituintes orgânicos mais estáveis e possivelmente a conversão dos produtos intermediários em voláteis ou em estruturas carbonizadas. Ao final do ensaio, o resíduo remanescente é de 4,434% (0,1832 mg), composto por componentes inorgânicos, que não se volatilizaram durante o aquecimento (PEREIRA et al., 2013). Esses dados fornecem uma compreensão detalhada dos estágios de decomposição da polpa, essenciais para a avaliação do seu comportamento térmico e para a correlação com os constituintes químicos, tais como água, carboidratos, proteínas, lipídios, celulose e hemicelulose.

**Figura 26-** Curva termogravimétrica e derivada das porcentagens de perda de massa em função da temperatura da polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 900°C) para rampa de aquecimento de 5°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.3. Calorimetria Exploratória Diferencial - DSC

#### 5.3.1. Casca: ambiente ar

A análise do gráfico obtido por calorimetria exploratória diferencial (DSC) para a casca liofilizada do fruto *Cordia dichotoma*, realizada em atmosfera de ar com aquecimento até 550°C a uma taxa de 10°C.min<sup>-1</sup>, evidencia uma dinâmica térmica complexa, refletindo a heterogeneidade dos constituintes orgânicos presentes no material. O gráfico, que relaciona o fluxo de calor (W/g) à temperatura, revela a ocorrência de dois eventos exotérmicos distintos, os quais podem ser correlacionados com diferentes processos de combustão e oxidação dos constituintes.

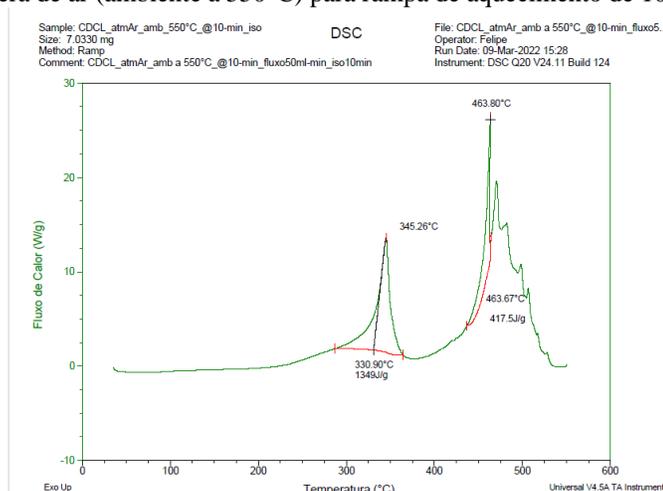
O primeiro evento exotérmico inicia-se por volta de 330,90°C, atingindo seu pico em aproximadamente 345,26°C, com uma liberação integrada de energia da ordem de 1349 J/g. Esse

pico acentuado indica um processo de combustão vigoroso, associado à rápida oxidação dos componentes mais voláteis e reativos da casca, possivelmente correspondentes a açúcares residuais, compostos fenólicos ou outros constituintes orgânicos de menor estabilidade térmica (VELOSO JÚNIOR et al., 2024). A magnitude deste pico sugere que, nesta faixa de temperatura, ocorre uma reação exotérmica predominante, característica da decomposição oxidativa inicial do material.

Adicionalmente, observa-se um segundo pico exotérmico em torno de 463°C (463,67°C conforme os dados), com um valor energético inferior, da ordem de 417,5 J/g. Esse segundo evento, menos intenso, pode estar relacionado à combustão de constituintes mais recalcitrantes, como resíduos carbonáceos e estruturas macromoleculares mais estáveis, resultantes da degradação parcial dos componentes orgânicos (BERGIER et al., 2019). Tal comportamento sequencial, em que os constituintes mais voláteis reagem em temperaturas mais baixas e os mais estáveis em temperaturas elevadas, evidencia uma hierarquia na reatividade térmica dos compostos presentes na casca.

Em síntese, o comportamento do fluxo de calor em função da temperatura, conforme demonstrado pela técnica DSC, permite inferir que a casca liofilizada do *Cordia dichotoma* passa por múltiplos processos de oxidação e combustão. O evento exotérmico inicial de alta intensidade evidencia a rápida reação dos constituintes mais facilmente oxidáveis, enquanto o pico subsequente a temperaturas mais elevadas reflete a combustão de materiais mais resistentes. Esses achados contribuem para uma compreensão aprofundada da termodinâmica e da cinética das reações envolvidas, fornecendo informações valiosas para a caracterização do comportamento térmico e para o desenvolvimento de aplicações que envolvam a combustão ou a decomposição controlada deste biomaterial.

**Figura 27-** Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para casca liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 550°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.3.2. Polpa: ambiente ar

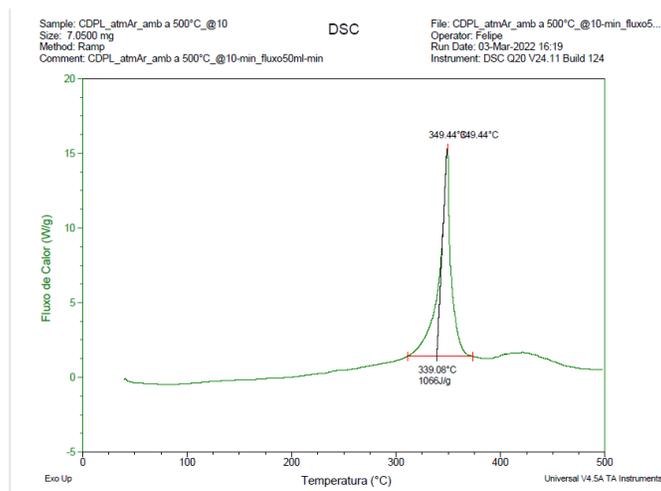
A análise do gráfico obtido pela técnica DSC para a polpa liofilizada do fruto *Cordia dichotoma*, em atmosfera de ar e com aquecimento até 500°C a 10°C.min<sup>-1</sup>, revela a ocorrência de um único evento exotérmico bem definido. O pico, que se manifesta na faixa de aproximadamente 339°C a 349°C – com uma temperatura característica registrada em torno de 349,44°C –, evidencia a liberação de energia integrada de cerca de 1066 J/g. Esse comportamento indica a oxidação dos constituintes orgânicos da polpa, onde a reação exotérmica reflete a combustão dos componentes mais voláteis e reativos presentes no material (CARVALHO et al., 2012).

O pico exotérmico observado sugere que, na faixa térmica indicada, ocorre a decomposição oxidativa dos constituintes da polpa, possivelmente envolvendo a degradação de açúcares, fenóis e outros compostos orgânicos menos estáveis (CHARISTEIDIS et al., 2019). A posição e a intensidade do evento exotérmico, em comparação com os dados obtidos para a casca, podem indicar uma composição diferenciada entre as partes do fruto, sendo a polpa caracterizada

por uma reatividade um pouco menor, mas ainda assim significativa, refletida pelo valor energético liberado durante a combustão.

Em suma, o perfil térmico obtido pelo DSC demonstra que, ao aquecer a polpa do fruto até 500°C, há um processo exotérmico concentrado em torno de 349°C, o qual pode ser associado à queima qualitativa dos constituintes orgânicos presentes no material. Esses achados proporcionam uma melhor compreensão dos mecanismos de decomposição e oxidação da polpa, sendo fundamentais para estudos que visam a caracterização térmica e o desenvolvimento de aplicações relacionadas à combustão controlada do material.

**Figura 28-** Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### 5.3.3. Casca: ambiente nitrogênio

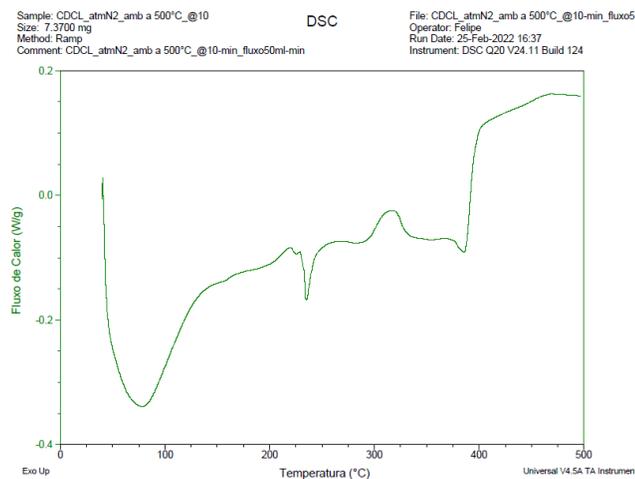
A análise do gráfico obtido por calorimetria exploratória diferencial (DSC) para a casca liofilizada do fruto *Cordia dichotoma*, realizada em atmosfera de nitrogênio e com aquecimento até 500°C a 10°C.min<sup>-1</sup>, evidencia a ocorrência de um processo endotérmico associado ao

rompimento das ligações químicas presentes na amostra. Em condições inertes, a ausência de oxidação permite que os eventos de absorção de energia se relacionem predominantemente à dissociação de ligações covalentes e à reorganização estrutural dos constituintes da casca segundo Critter e Airolti (2000). O sinal endotérmico, ainda que de baixa amplitude (variando aproximadamente entre  $-0,4$  e  $0,2$  W/g), indica que a absorção de energia ocorre de maneira gradual e correlacionada com a degradação térmica dos diferentes componentes do material.

Esse comportamento pode ser interpretado como a manifestação de múltiplas frações presentes na casca, onde cada fração possui um grau de estabilidade térmica distinto. De maneira geral, os componentes menos estáveis – possivelmente correspondentes a frações ricas em hemicelulose e partes dos extrativos – começam a apresentar o rompimento das ligações em temperaturas relativamente mais baixas, enquanto os constituintes mais resistentes, como a celulose e a lignina, se decompõem em faixas térmicas superiores (GARCIA et al., 2016). Assim, o pico endotérmico observado pode refletir, inicialmente, a desorganização e a quebra das interações intermoleculares, seguida do rompimento das estruturas macromoleculares que mantêm a integridade da casca.

Assim, o DSC em atmosfera de nitrogênio evidencia que, ao atingir  $500^{\circ}\text{C}$ , a casca liofilizada do *Cordia dichotoma* passa por um processo endotérmico caracterizado pela absorção de energia necessária para a dissociação das ligações químicas, permitindo a identificação das frações do material conforme sua estabilidade térmica (PEREIRA et al. 2013). Tais achados são fundamentais para a compreensão dos mecanismos de degradação térmica em sistemas lignocelulósicos sob condições inertes, contribuindo para o desenvolvimento de estratégias de processamento e valorização desses biomateriais.

**Figura 29-** Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para casca liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### 5.3.4. Polpa: ambiente nitrogênio

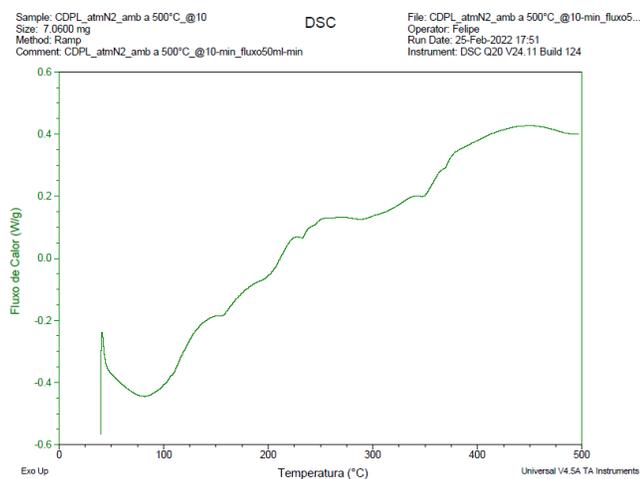
A análise do gráfico obtido por DSC para a polpa liofilizada do fruto *Cordia dichotoma*, em atmosfera de nitrogênio e submetida a uma rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup> até 500°C, revela um processo endotérmico caracterizado pela absorção de energia associada ao rompimento das ligações químicas presentes na estrutura orgânica do material. Em condições inertes, a ausência de reações oxidativas permite que o sinal endotérmico se relacione diretamente à dissociação das ligações covalentes, refletindo as mudanças estruturais que ocorrem na matriz da polpa. Observa-se que o perfil térmico, com variação no fluxo de calor entre -0,6 e 0,6 W/g, evidencia a presença de frações com diferentes graus de estabilidade térmica segundo Critter e Airolti (2000).

O sinal endotérmico pode ser interpretado como decorrente do rompimento sequencial de ligações intermoleculares e da desorganização das estruturas macromoleculares que compõem a polpa. Dessa forma, os componentes menos estáveis – possivelmente associados a frações ricas

em extrativos e compostos orgânicos voláteis – tendem a absorver energia e se decompor a temperaturas relativamente mais baixas, enquanto os constituintes mais resistentes, tais como estruturas lignocelulósicas, demandam uma absorção de energia mais acentuada em faixas térmicas superiores para que ocorra a quebra das ligações segundo Yang et al. (2007).

O DSC realizado em atmosfera de nitrogênio evidencia que, ao atingir 500°C, a polpa liofilizada do *Cordia dichotoma* passa por um processo endotérmico que possibilita a identificação das diferentes frações do material conforme sua estabilidade térmica. Esses achados são fundamentais para a compreensão dos mecanismos de degradação térmica sob condições inertes.

**Figura 30-** Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) para polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de Nitrogênio (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

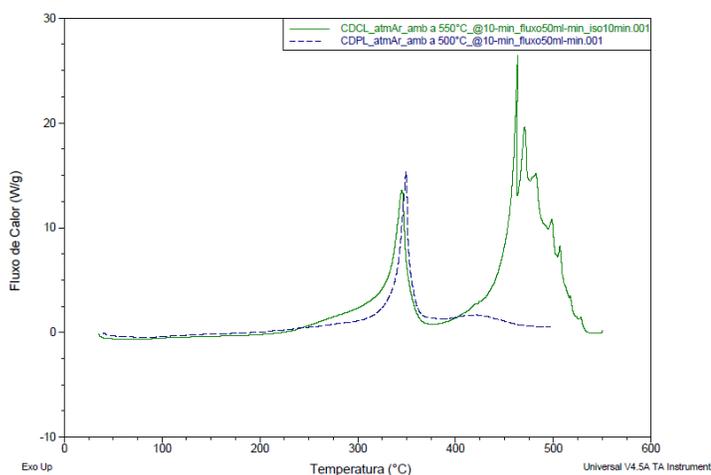
### 5.3.5. Casca versus polpa

A análise comparativa das curvas de calorimetria exploratória diferencial (DSC) das amostras liofilizadas de casca e polpa do fruto de *Cordia dichotoma*, submetidas a uma atmosfera

de ar com rampa de aquecimento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  até aproximadamente  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , revela distinções importantes no comportamento térmico de ambos os materiais. Na amostra de casca, observa-se que o pico exotérmico se manifesta em temperatura ligeiramente superior, atingindo um valor máximo próximo a  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ , o que sugere uma decomposição gradual e possivelmente associada à presença de compostos estruturais e fenólicos que conferem maior estabilidade térmica (VELOSO JÚNIOR et al., 2024). Em contrapartida, a curva da polpa evidencia o pico com maior intensidade próximo a  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , indicando uma reação exotérmica mais definida, provavelmente decorrente da decomposição dos componentes solúveis e açúcares presentes na matriz da polpa (CHARISTEIDIS et al., 2019).

Essas diferenças no perfil térmico podem ser atribuídas às variações na composição química intrínseca de cada fração do fruto, influenciando a cinética de decomposição e a natureza dos eventos exotérmicos observados. Enquanto a casca demonstra uma resposta térmica que pode refletir uma maior resistência inicial à oxidação e decomposição, a polpa, por sua vez, exibe uma transição mais acentuada, possivelmente relacionada à presença de componentes com menor estabilidade térmica. Tais resultados são fundamentais para elucidar os mecanismos de degradação e as propriedades termofísicas dos constituintes do fruto, contribuindo para a compreensão das potenciais aplicações e do comportamento desses materiais sob condições de alta temperatura.

**Figura 31-** Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) comparativa para casca e polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>



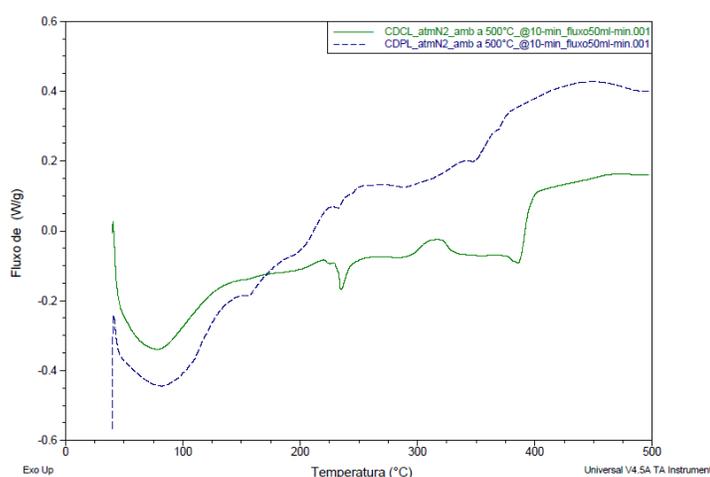
Fonte: Resultados da pesquisa

Em continuidade à análise realizada em atmosfera de ar, as curvas obtidas por calorimetria exploratória diferencial (DSC) para as amostras liofilizadas de casca e polpa do fruto de *Cordia dichotoma* em atmosfera de nitrogênio evidenciam um comportamento térmico distinto. Sob as condições inertes, com aquecimento de 10 °C.min<sup>-1</sup> até 500 °C, observa-se que a ausência de oxigênio inibe as reações de combustão, predominando processos de pirólise e outras transformações térmicas endógenas dos componentes orgânicos (XU et al., 2020). Na amostra de casca, os eventos térmicos apresentam uma evolução mais gradual e distribuída ao longo da faixa estudada, sugerindo uma decomposição termicamente induzida que ocorre de forma contínua e sem a intensa liberação de energia característica dos processos oxidativos observados em atmosfera de ar (VELOSO JÚNIOR et al., 2024).

Já a polpa, quando analisada em nitrogênio, revela transições térmicas mais definidas, com picos que podem ser atribuídos à degradação de açúcares e outros compostos solúveis presentes na matriz (CHARISTEIDIS et al., 2019). Essa diferenciação indica que a composição

química intrínseca da polpa favorece reações de decomposição mais pontuais e intensas em determinados intervalos de temperatura. A comparação entre os dois sistemas em atmosfera inerte destaca, portanto, a influência marcante do meio gasoso no comportamento térmico dos constituintes do fruto, fornecendo subsídios para a compreensão dos mecanismos de degradação e para o desenvolvimento de estratégias de estabilização e processamento térmico de materiais liofilizados.

**Figura 32-** Curva de Calorimetria exploratória diferencial (DSC) comparativa para e casca polpa liofilizada de *Cordia dichotoma* em atmosfera de nitrogênio (ambiente a 500°C) para rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### 5.4. Regressão Linear

A regressão linear simples é empregada para modelar a relação entre uma variável dependente  $Y$  e uma variável independente  $X$ , conforme expressa pela equação da reta:  $Y = \beta_0 + \beta_1 X + \varepsilon$ , onde  $\beta_0$  (intercepto) indica o valor estimado de  $Y$  quando  $X = 0$ ,  $\beta_1$  (coeficiente angular) representa a variação média de  $Y$  por unidade de  $X$ , e  $\varepsilon$  é o termo de erro, que capta as influências não explicadas pelo modelo (GUJARATI; PORTER, 2014). No presente estudo, adota-se:

$$\Delta_m = \beta_0 + \beta_1 * t + \varepsilon \quad (1.)$$

Onde:

$\Delta_m$ : Variação percentual da massa

t: tempo de aquecimento

$\varepsilon$ : erro padrão

O erro padrão indica a precisão das estimativas de  $\beta_0$  e  $\beta_1$ . Erros padrão menores sugerem maior confiabilidade das estimativas pontuais (GUJARATI; PORTER, 2014).

Para avaliar a adequação do modelo, consideram-se os seguintes critérios:

a. Coeficiente de Determinação Ajustado ( $R^2$ )

Mede a proporção da variabilidade de Y explicada pelo modelo, ajustada pelo número de parâmetros estimados. Valores próximos de 1 indicam excelente poder explicativo sem superestimar o ajuste quando variáveis adicionais são incluídas (GUJARATI; PORTER, 2014).

b. Teste de Hipótese (p-valor)

Avalia a significância estatística de cada coeficiente. p-valores inferiores a 0,05 (nível de confiança de 95 %) permitem rejeitar a hipótese nula de coeficiente igual a zero, confirmando a relevância da variável independente (GUJARATI; PORTER, 2014).

c. Intervalos de Confiança (IC)

Hair et al. (2014) ressaltam que ICs estreitos para  $\beta_0$  e  $\beta_1$  indicam estimativas precisas, aumentando a segurança na interpretação dos parâmetros e em projeções futuras.

Em cada seção deste relatório, apresentamos os resultados da regressão linear aplicada aos dados de termogravimetria, incluindo valores estimados de  $\beta_0$  e  $\beta_1$ , erros padrão, p-valores,  $R^2_{ajustado}$ , equações de reta e legendas de figuras. A fundamentação teórica de Gujarati e Porter (2014) e de Hair et al. (2014) embasa a interpretação dos indicadores, permitindo uma avaliação robusta da qualidade do ajuste sob diferentes rampas de aquecimento e atmosferas experimentais.

#### 5.4.1. Casca em Atmosfera de Ar

##### I. Rampa de $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

A caracterização termogravimétrica da casca de *Cordia dichotoma* em atmosfera de ar foi realizada utilizando uma rampa de aquecimento de  $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  de ambiente até  $900\text{ }^\circ\text{C}$ . O método consistiu em registrar a perda de massa ( $\Delta m$ ) ao longo do tempo (t) e ajustar uma regressão linear simples. O modelo obteve um  $R^2$  ajustado de 0,8609, indicando que 86,1% da variação na perda de massa é explicada pelo tempo de aquecimento. O coeficiente angular de  $-0,6818\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0020,  $p < 0,0001$ ) reflete uma diminuição constante da massa, sugerindo uma decomposição gradual dos componentes da casca, enquanto o intercepto de 97,5405% (erro padrão = 0,1977,  $p < 0,0001$ ) representa a massa remanescente inicial, atribuída, em parte, à umidade superficial.

$$\Delta_m = 97,5405 - 0,6818t \quad (2.)$$

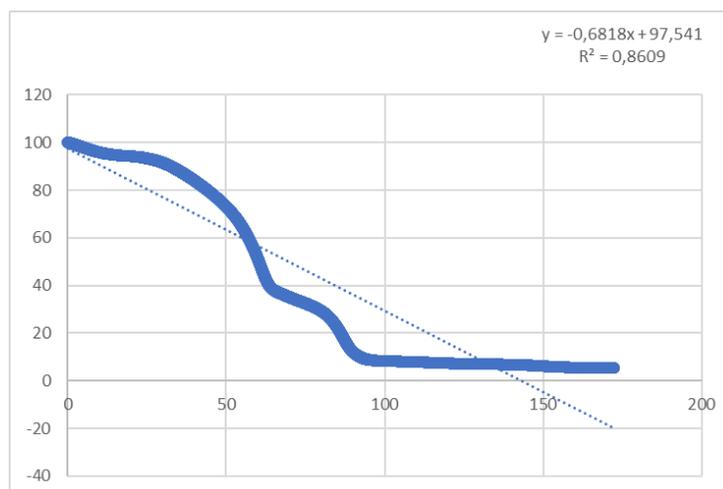
**Tabela 2-** Parâmetros da Regressão de casca em ar para  $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

| <b>Coefficiente</b>                      | <b>Estimativa</b> | <b>Erro padrão</b> | <b>p-valor</b> |
|--|-------------------|--------------------|----------------|
| <b>Intercepto (<math>\beta_0</math>)</b> | 97,5405           | 0,1977             | < 0,0001       |
| <b>Tempo (<math>\beta_1</math>)</b>      | -0,6818           | 0,0020             | < 0,0001       |

**$R^2$  ajustado = 0,8609; N = 18.994; IC 95 %**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 33-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca liofilizada em atmosfera de ar ( $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ).



Fonte: Resultados da pesquisa

## II. Rampa de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

Para a rampa de aquecimento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , o ajuste do modelo linear apresentou um  $R^2$  ajustado de 0,8735, o que significa que 87,35% da variação em  $\Delta m$  é explicada pelo tempo. A taxa de perda de massa foi mais acentuada, com um coeficiente angular de  $-1,4009\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0052,  $p < 0,0001$ ), indicando uma aceleração das reações de decomposição. O intercepto de 101,3783 % (erro padrão = 0,2606,  $p < 0,0001$ ) evidencia pequenas variações iniciais experimentais.

$$\Delta_m = 101,3783 - 1,4009 t \quad (3.)$$

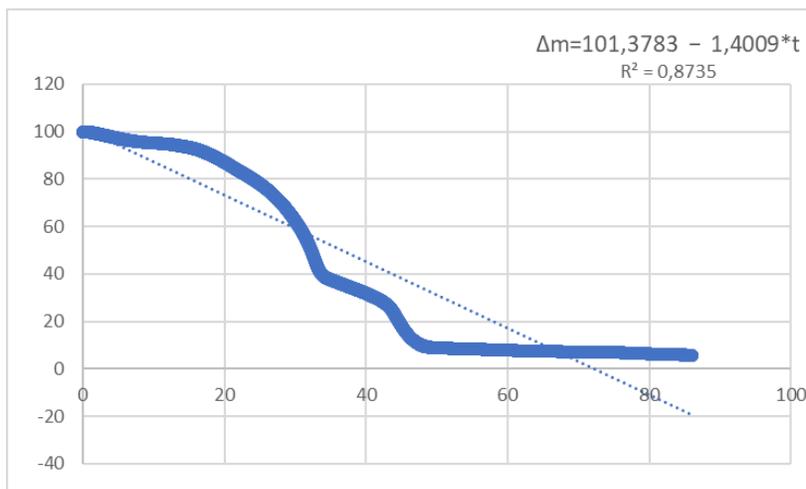
**Tabela 3-** Parâmetros da Regressão de casca em ar para  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

| <b>Coefficiente</b>                      | <b>Estimativa</b> | <b>Erro padrão</b> | <b>p-valor</b> |
|--|-------------------|--------------------|----------------|
| <b>Intercepto (<math>\beta_0</math>)</b> | 101,3783          | 0,2606             | < 0,0001       |
| <b>Tempo (<math>\beta_1</math>)</b>      | -1,4009           | 0,0052             | < 0,0001       |

**$R^2$  ajustado = 0,8735; N = 10.326; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 34-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em ar, com rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### III. Rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>

Na rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>, a regressão linear obteve um excelente ajuste com R<sup>2</sup> ajustado de 0,8790. O coeficiente angular de -2,1107 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0094, p < 0,0001) indica uma intensa reação de degradação logo nos primeiros minutos, enquanto o intercepto de 102,1655 % (erro padrão = 0,3127, p < 0,0001) reflete a remoção inicial de umidade residual e voláteis.

$$\Delta_m = 102,1655 - 2,1107 t \quad (4.)$$

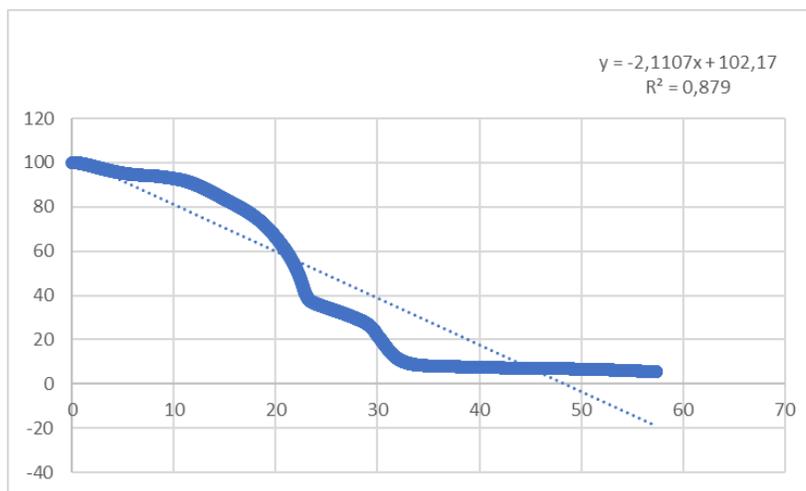
**Tabela 4:** Parâmetros da Regressão de casca em ar para 15 °C.min<sup>-1</sup>

| Coeficiente              | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 102,1655   | 0,3127      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -2,1107    | 0,0094      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,8790; N = 6.889; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 35-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em ar, utilizando rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### IV. Rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>

Com a rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>, o modelo obteve o melhor ajuste com um R<sup>2</sup> ajustado de 0,8872, indicando que 88,72% da variação em  $\Delta m$  é explicada pelo tempo de aquecimento. O coeficiente angular de -2,8280 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0140,  $p < 0,0001$ ) evidencia uma cinética extremamente rápida de perda de massa, enquanto o intercepto de 103,7776 % (erro padrão = 0,3491,  $p < 0,0001$ ) está associado aos fenômenos iniciais de expansão e liberação súbita de água ligada.

$$\Delta_m = 103,7776 - 2,8280 t \quad (5.)$$

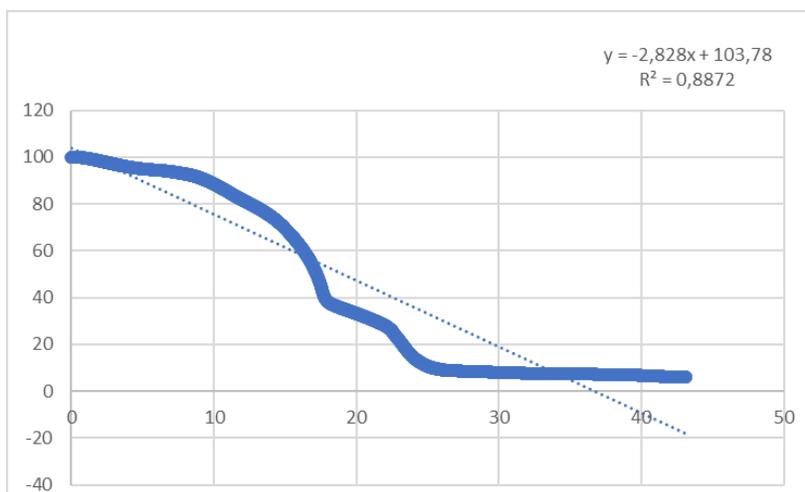
**Tabela 5-** Parâmetros da Regressão de casca em ar para 20 °C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 103,7776   | 0,3491      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -2,8280    | 0,0140      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,8872; N = 5.177; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 36-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em ar, utilizando rampa de  $20\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$



Fonte: Resultados da pesquisa

### *Análise Comparativa – Casca em Ar*

Comparativamente, observa-se que o ajuste do modelo melhora progressivamente com o aumento da velocidade de aquecimento, passando de  $R^2$  ajustado de 0,8609 ( $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) para 0,8872 ( $20\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Simultaneamente, a taxa média de perda de massa ( $|\beta_1|$ ) intensifica-se de  $0,6818\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$  para  $2,8280\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$ , sugerindo que rampas mais rápidas concentram a decomposição em eventos térmicos mais intensos. Os interceptos também aumentam discretamente, evidenciando uma liberação inicial mais pronunciada de voláteis e água ligada.

#### 5.4.2. Casca em Atmosfera de Nitrogênio

##### *I. Rampa de $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$*

A TGA da casca de *Cordia dichotoma* em atmosfera de nitrogênio foi executada sob uma rampa de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , de ambiente até  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Esse procedimento visa inibir reações de oxidação, enfatizando os processos de pirólise. Para essa condição, o modelo apresentou  $R^2$  ajustado de 0,8955, indicando que 89,55% da variação em  $\Delta m$  é explicada pelo tempo. O coeficiente angular de  $-0,6989\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0017,  $p < 0,0001$ ) sugere uma pirólise moderada, e o intercepto de  $104,0213\text{ }\%$  (erro padrão = 0,1730,  $p < 0,0001$ ) reflete a massa inicial remanescente.

$$\Delta_m = 104,0213 - 0,6989 t \quad (6.)$$

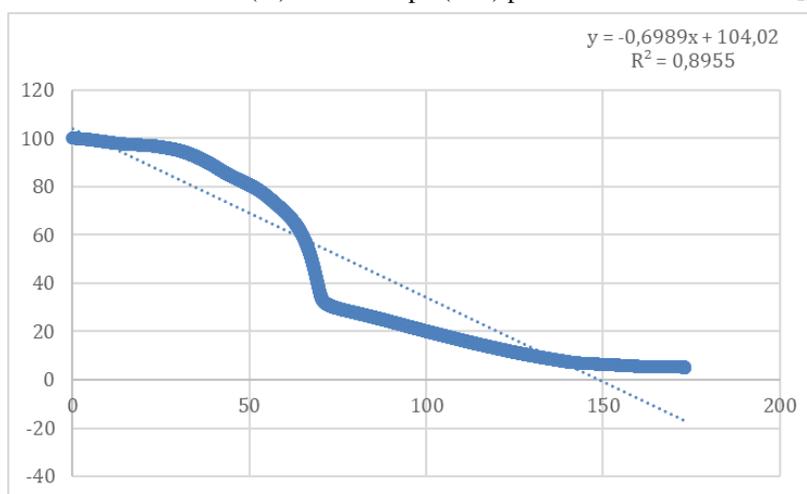
**Tabela 6-** Parâmetros da Regressão de casca em  $\text{N}_2$  para  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 104,0213   | 0,1730      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -0,6989    | 0,0017      | < 0,0001 |

**$R^2$  ajustado = 0,8955; N = 18.996; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 37-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca liofilizada em  $\text{N}_2$ , rampa de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$



Fonte: Resultados da pesquisa

## II. Rampa de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

Sob a rampa de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  em atmosfera de nitrogênio, o modelo de regressão obteve um  $R^2$  ajustado de 0,8966, o que indica um ajuste muito robusto. A taxa de perda de massa foi de  $-1,4382\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0048,  $p < 0,0001$ ), demonstrando uma aceleração dos processos de pirólise, enquanto o intercepto de 106,5044 % (erro padrão = 0,2393,  $p < 0,0001$ ) reflete variações experimentais iniciais.

$$\Delta_m = 106,5044 - 1,4382 t \quad (7.)$$

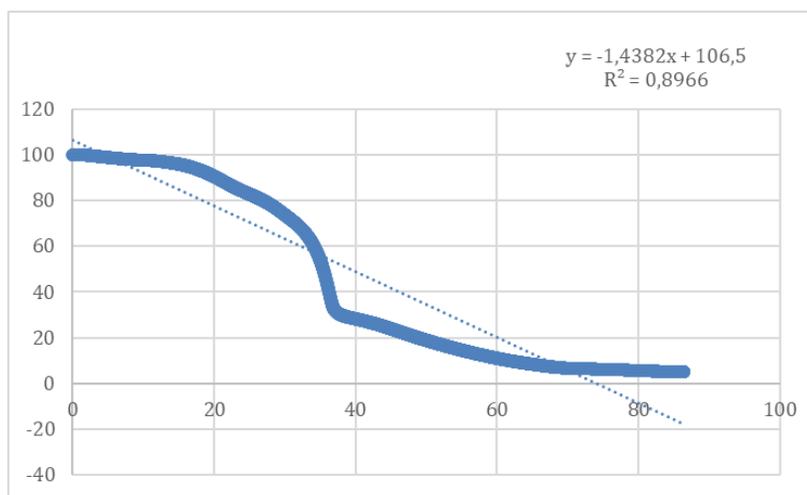
**Tabela 7-** Parâmetros da Regressão de casca em  $\text{N}_2$  para  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 106,5044   | 0,2393      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -1,4382    | 0,0048      | < 0,0001 |

**$R^2$  ajustado = 0,8966; N = 10.373; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 38:** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em  $\text{N}_2$ , rampa de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$



Fonte: Resultados da pesquisa

### III. Rampa de $15\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

Para a rampa de  $15\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  em atmosfera de nitrogênio, o modelo apresentou um  $R^2$  ajustado de 0,8882. O coeficiente angular de  $-1,9666\text{ }\% \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0084,  $p < 0,0001$ )

indica uma forte pirólise inicial, e o intercepto de 104,7653 % (erro padrão = 0,2792,  $p < 0,0001$ ) evidencia a remoção inicial de umidade e compostos voláteis.

$$\Delta_m = 104,7653 - 1,9666 t \quad (8.)$$

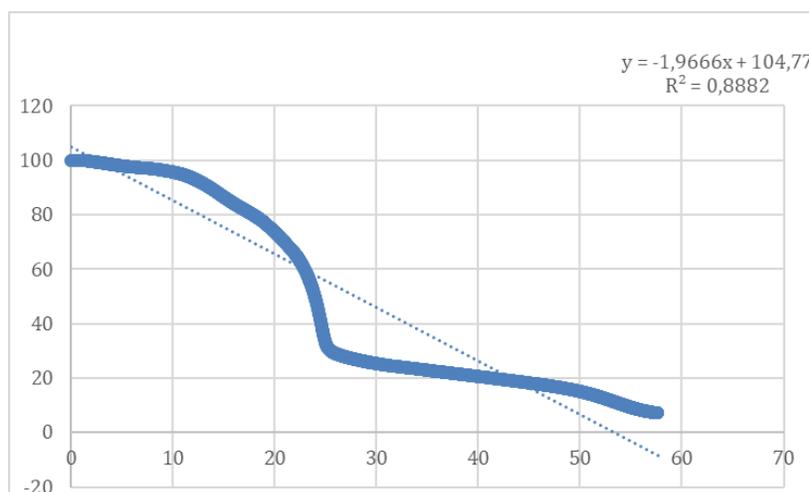
**Tabela 8-** Parâmetros da Regressão de casca em N<sub>2</sub> para 15°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 104,7653   | 0,2792      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -1,9666    | 0,0084      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,8882; N = 6.916; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 39-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em N<sub>2</sub>, rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>.



Fonte: Resultados da pesquisa

#### IV. Rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>

Na condição de 20 °C.min<sup>-1</sup> em atmosfera de nitrogênio, a regressão linear apresentou um R<sup>2</sup> ajustado de 0,8845, com 88,45% da variabilidade em  $\Delta m$  explicada pelo tempo. O coeficiente angular de  $-2,6046 \text{ \%} \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0131,  $p < 0,0001$ ) indica uma perda de massa concentrada em pulsos rápidos, enquanto o intercepto de 106,2203 % (erro padrão = 0,3261,  $p < 0,0001$ ) reflete a massa inicial remanescente.

$$\Delta_m = 106,2203 - 2,6046 t \quad (9.)$$

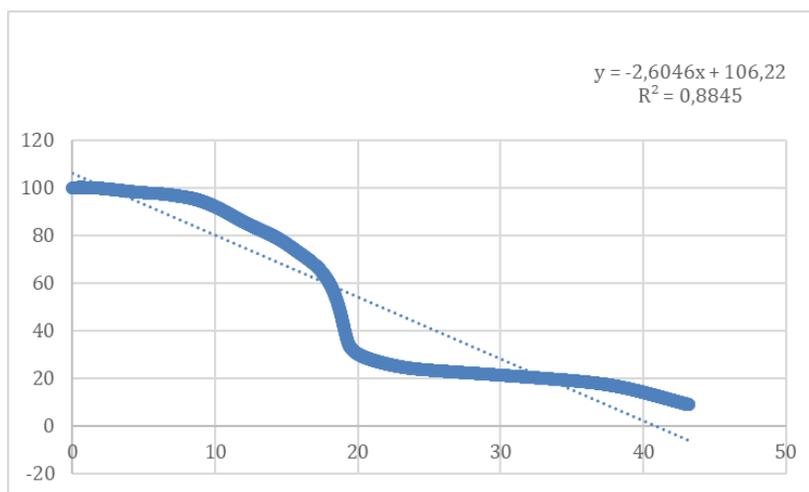
**Tabela 9-** Parâmetros da Regressão de casca em N<sub>2</sub> para 20°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 106,2203   | 0,3261      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -2,6046    | 0,0131      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,8845; N = 5.186; IC 95 %**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 40-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para casca em N<sub>2</sub>, rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### V. Análise Comparativa – Casca em N<sub>2</sub>

Comparando os resultados em nitrogênio, verifica-se que os modelos apresentam R<sup>2</sup> ajustados elevados, variando de 0,8845 a 0,8966. As taxas de perda aumentam de -0,6989 %.min<sup>-1</sup> (5 °C.min<sup>-1</sup>) para -2,6046 %.min<sup>-1</sup> (20 °C.min<sup>-1</sup>), demonstrando que a pirólise é intensificada em atmosferas inertes, concentrando as perdas de massa nos instantes iniciais.

### 5.4.3. Polpa em Atmosfera de Ar

#### I. Rampa de 5 °C.min<sup>-1</sup>

A TGA da polpa de *Cordia dichotoma* foi realizada em atmosfera de ar, utilizando uma rampa de aquecimento de 5 °C.min<sup>-1</sup> de ambiente até 900 °C. O modelo linear ajustado revelou um R<sup>2</sup> de 0,9269, significando que 92,69% da variação em  $\Delta m$  é explicada pelo tempo de aquecimento. O coeficiente angular de -0,6096 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0012, p < 0,0001) indica uma remoção gradual de água e voláteis, enquanto o intercepto de 94,0196 % (erro padrão = 0,1237, p < 0,0001) representa a massa inicial remanescente.

$$\Delta_m = 94,0196 - 0,6096 t \quad (10.)$$

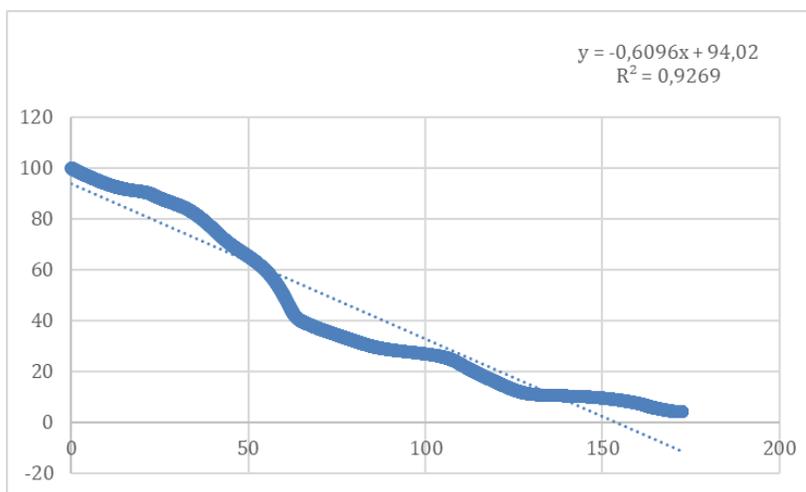
**Tabela 10-** Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 5°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 94,0196    | 0,1237      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -0,6096    | 0,0012      | < 0,0001 |

R<sup>2</sup> ajustado = 0,9269; N = 18.996; IC 95 %

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 41-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa liofilizada em atmosfera de ar (5 °C.min<sup>-1</sup>).



Fonte: Resultados da pesquisa

## II. Rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>

Para a polpa em ar utilizando uma rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>, o ajuste do modelo linear apresentou um R<sup>2</sup> de 0,9393, evidenciando que 93,93% da variação em  $\Delta_m$  é explicada pelo tempo de aquecimento. O coeficiente angular de -1,2264 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0031, p < 0,0001) sinaliza a aceleração dos processos de degradação térmica, enquanto o intercepto de 96,9569 % (erro padrão = 0,1527, p < 0,0001) representa as pequenas variações experimentais iniciais.

$$\Delta_m = 96,9569 - 1,2264 t \quad (11.)$$

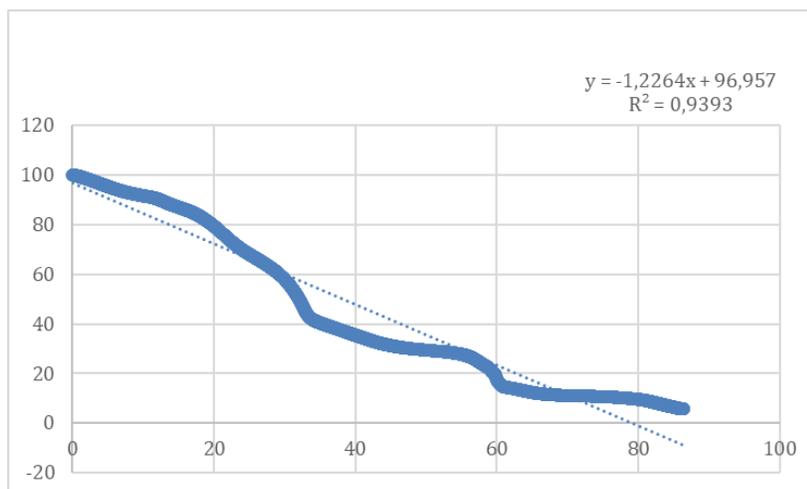
**Tabela 11-** Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 10°C.min<sup>-1</sup>

| <b>Coefficiente</b>                      | <b>Estimativa</b> | <b>Erro padrão</b> | <b>p-valor</b> |
|--|-------------------|--------------------|----------------|
| <b>Intercepto (<math>\beta_0</math>)</b> | 96,9569           | 0,1527             | < 0,0001       |
| <b>Tempo (<math>\beta_1</math>)</b>      | -1,2264           | 0,0031             | < 0,0001       |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,9393; N = 10.365; IC 95 %**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 42-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em ar, com rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

### III. Rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>

Utilizando uma rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>, o modelo aplicado à polpa em ar apresentou um R<sup>2</sup> ajustado de 0,9417, com 94,17% da variabilidade em  $\Delta_m$  explicada pelo tempo. A taxa média de perda foi de -1,8563 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0056, p < 0,0001), indicando uma rápida decomposição de açúcares e hemicelulose, enquanto o intercepto de 98,6488 % (erro padrão = 0,1845, p < 0,0001) denota a massa inicial remanescente.

$$\Delta_m = 98,6488 - 1,8563 t \quad (12.)$$

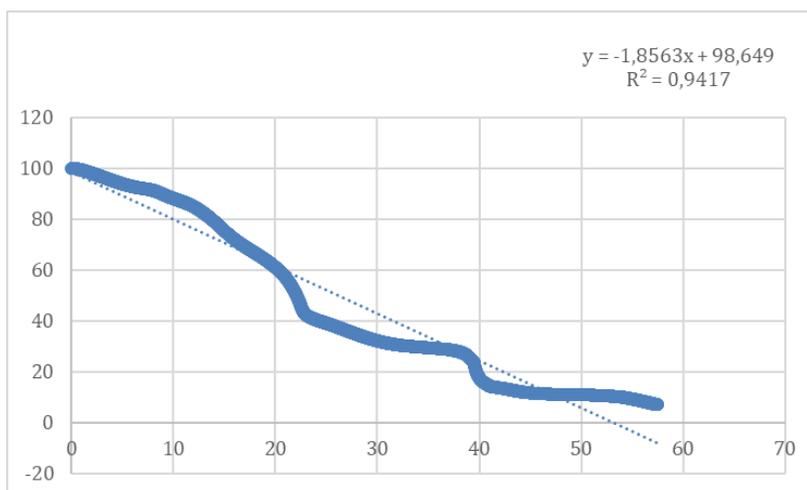
**Tabela 12-** Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 15°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 98,6488    | 0,1845      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -1,8563    | 0,0056      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,9417; N = 6.899; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 43-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em ar, rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### IV. Rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>

Para a polpa em ar submetida à rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>, o modelo apresentou o melhor ajuste com R<sup>2</sup> ajustado de 0,9447, evidenciando uma forte correlação entre a perda de massa e o tempo. A taxa média foi de -2,5245 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0085, p < 0,0001), demonstrando uma cinética muito rápida, e o intercepto de 101,3912 % (erro padrão = 0,2112, p < 0,0001) reflete a massa inicial experimental.

$$\Delta_m = 101,3912 - 2,5245 t \quad (13.)$$

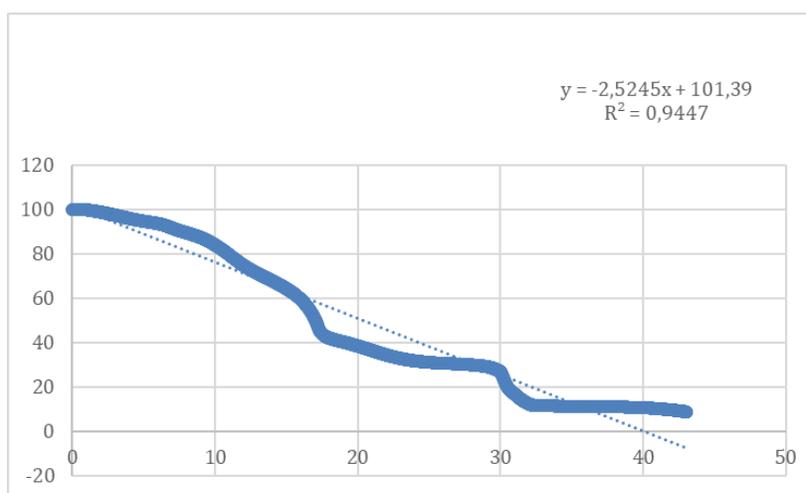
**Tabela 13-** Parâmetros da Regressão de polpa em ar para 20°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 101,3912   | 0,2112      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -2,5245    | 0,0085      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,9447; N = 5.168; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 44-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em ar, rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

## V. Análise Comparativa – Polpa em Ar

Observa-se que o ajuste dos modelos para a polpa em ar melhora progressivamente com o aumento da rampa, passando de  $R^2$  ajustado de 0,9269 ( $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) para 0,9447 ( $20\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Simultaneamente, a taxa média de perda ( $|\beta_1|$ ) intensifica-se de  $0,6096\text{ }\%\cdot\text{min}^{-1}$  para  $2,5245\text{ }\%\cdot\text{min}^{-1}$ , sugerindo uma volatilização mais rápida dos compostos orgânicos em condições de aquecimento acelerado.

### 5.4.4. Polpa em Atmosfera de Nitrogênio

#### I. Rampa de $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

A análise termogravimétrica da polpa de *Cordia dichotoma* em atmosfera de nitrogênio foi realizada com uma rampa de  $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , de ambiente até  $900\text{ }^\circ\text{C}$ . Para essa condição, o modelo linear apresentou um  $R^2$  ajustado de 0,9444, demonstrando que 94,44% da variação na perda de massa é explicada pelo tempo de aquecimento. O coeficiente angular de  $-0,6189\text{ }\%\cdot\text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0011,  $p < 0,0001$ ) indica uma remoção moderada de água e voláteis, enquanto o intercepto de  $99,3283\text{ }\%$  (erro padrão = 0,1088,  $p < 0,0001$ ) representa a massa remanescente inicial.

$$\Delta_m = 99,3283 - 0,6189 t \quad (14.)$$

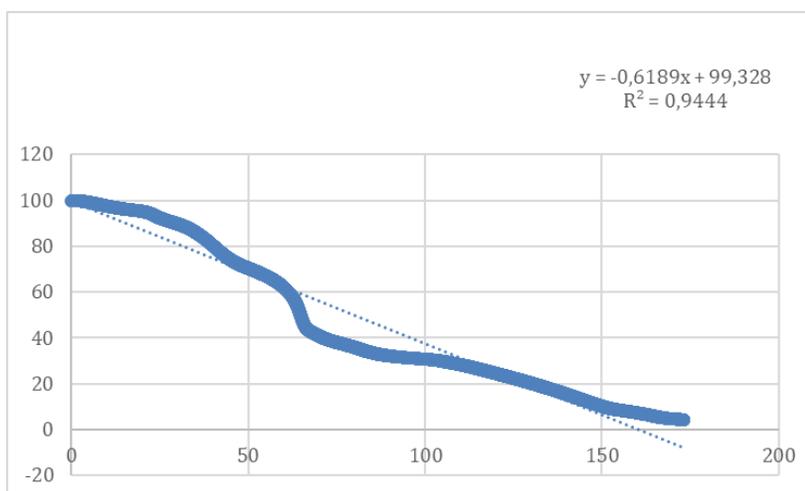
**Tabela 14-** Parâmetros da Regressão de polpa em  $\text{N}_2$  para  $5\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

| Coeficiente              | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 99,3283    | 0,1088      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -0,6189    | 0,0011      | < 0,0001 |

$R^2$  ajustado = 0,9444; N = 18.997; IC 95 %.

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 45-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa liofilizada em N<sub>2</sub> (5 °C.min<sup>-1</sup>).



Fonte: Resultados da pesquisa

## II. Rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>

Para a polpa em nitrogênio com rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>, o modelo de regressão apresentou um R<sup>2</sup> ajustado de 0,9312, indicando que 93,12% da variação em  $\Delta m$  é explicada pelo tempo. A taxa de perda de massa foi de -1,1791 %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0032,  $p < 0,0001$ ), enquanto o intercepto de 99,2754 % (erro padrão = 0,1565,  $p < 0,0001$ ) representa as condições iniciais experimentais.

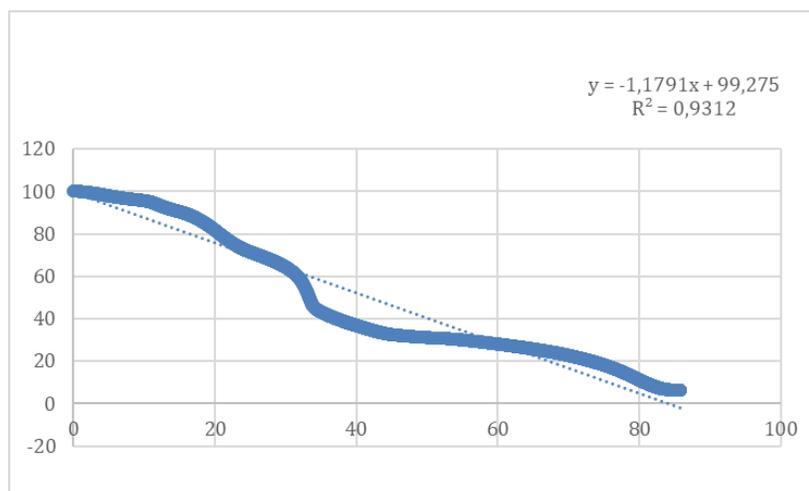
$$\Delta_m = 99,2754 - 1,1791 t \quad (15.)$$

**Tabela 15-** Parâmetros da Regressão de polpa em N<sub>2</sub> para 10°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 99,2754    | 0,1565      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -1,1791    | 0,0032      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,9312; N = 10.304; IC 95 %.**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 46-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em N<sub>2</sub>, rampa de 10 °C.min<sup>-1</sup>

Fonte: Resultados da pesquisa

### III. Rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>

Utilizando uma rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup> em atmosfera de nitrogênio, o modelo apresentou um  $R^2$  ajustado de 0,9237, com 92,37% da variação em  $\Delta m$  explicada pelo tempo. O coeficiente angular de  $-1,7499$  %.min<sup>-1</sup> (erro padrão = 0,0060,  $p < 0,0001$ ) indica uma pirólise intensa, e o intercepto de 100,1957 % (erro padrão = 0,2012,  $p < 0,0001$ ) reflete a massa inicial experimental.

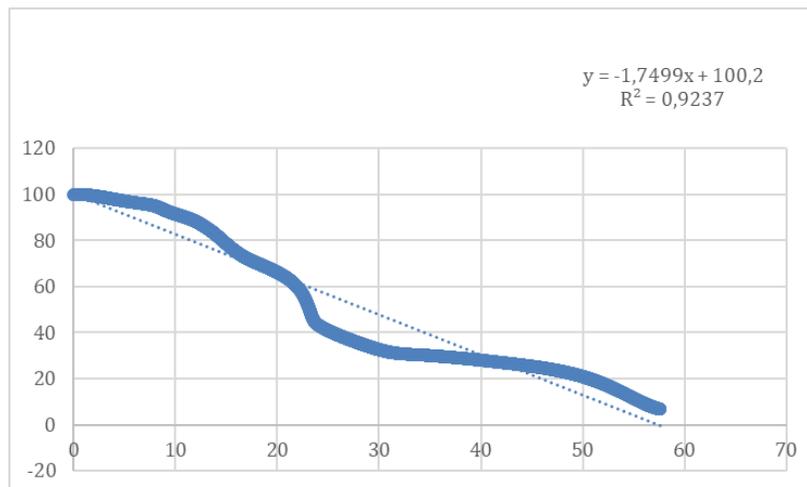
$$\Delta_m = 100,1957 - 1,7499 t \quad (16.)$$

**Tabela 16-** Parâmetros da Regressão de polpa em N<sub>2</sub> para 15°C.min<sup>-1</sup>

| Coeficiente              | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 100,1957   | 0,2012      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -1,7499    | 0,0060      | < 0,0001 |

**$R^2$  ajustado = 0,9237; N = 6.915; IC 95 %**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 47-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em N<sub>2</sub>, rampa de 15 °C.min<sup>-1</sup>

Fonte: Resultados da pesquisa

#### IV. Rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>

Para a polpa em nitrogênio submetida a uma rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>, o modelo apresentou um R<sup>2</sup> ajustado de 0,9144, o que indica que 91,44% da variação em  $\Delta m$  é explicada pelo tempo de aquecimento. A taxa de perda foi de  $-2,2765 \text{ \%} \cdot \text{min}^{-1}$  (erro padrão = 0,0097,  $p < 0,0001$ ), denotando uma rápida decomposição, enquanto o intercepto de 100,3302 % (erro padrão = 0,2410,  $p < 0,0001$ ) representa as condições iniciais.

$$\Delta_m = 100,3302 - 2,2765 t \quad (17.)$$

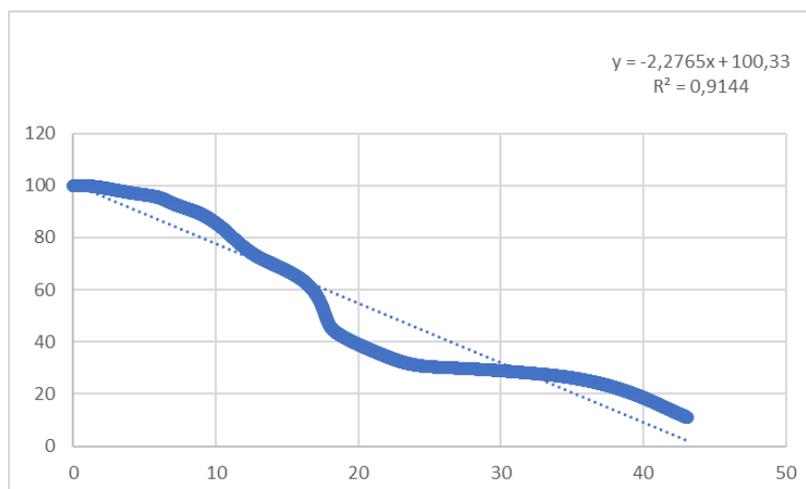
**Tabela 17-** Parâmetros da Regressão de polpa em N<sub>2</sub> para 20°C.min<sup>-1</sup>

| Coefficiente             | Estimativa | Erro padrão | p-valor  |
|--------------------------|------------|-------------|----------|
| Intercepto ( $\beta_0$ ) | 100,3302   | 0,2410      | < 0,0001 |
| Tempo ( $\beta_1$ )      | -2,2765    | 0,0097      | < 0,0001 |

**R<sup>2</sup> ajustado = 0,9144; N = 5.172; IC 95 %**

Fonte: Dados da pesquisa

**Figura 48-** Perda de massa (%) versus tempo (min) para polpa em N<sub>2</sub>, rampa de 20 °C.min<sup>-1</sup>



Fonte: Resultados da pesquisa

#### V. Análise Comparativa – Polpa em N<sub>2</sub>

A análise comparativa dos modelos para a polpa em nitrogênio mostra que o R<sup>2</sup> ajustado decresce ligeiramente com o aumento da rampa, enquanto a taxa média de perda ( $|\beta_1|$ ) aumenta de 0,6189 %.min<sup>-1</sup> (5 °C.min<sup>-1</sup>) para 2,2765 %.min<sup>-1</sup> (20 °C.min<sup>-1</sup>). Isso evidencia que, sob atmosfera inerte, a pirólise ocorre de forma intensa em rampas rápidas, embora com uma cinética ligeiramente mais complexa.

##### 5.4.5. Análise comparativa entre Regressões

A caracterização termogravimétrica de casca e polpa de *Cordia dichotoma*, realizada em atmosferas de ar e nitrogênio, revelou variações significativas na cinética de perda de massa em função da rampa de aquecimento. De maneira geral, o ajuste dos modelos lineares melhorou com o aumento da velocidade de aquecimento, evidenciado pelo crescimento do R<sup>2</sup> ajustado e a

redução do erro padrão, independentemente da matriz ou da atmosfera. Entretanto, as diferenças entre casca e polpa, bem como entre as atmosferas, foram marcantes. Na atmosfera de ar, a casca apresentou  $R^2$  ajustados de 0,8609 a 0,8872 e taxas de perda de  $-0,6818 \%. \text{min}^{-1}$  a  $-2,8280 \%. \text{min}^{-1}$ , enquanto em nitrogênio os modelos foram ainda mais robustos ( $R^2$  de 0,8845 a 0,8966) com taxas ligeiramente diferentes. Para a polpa, em ar os  $R^2$  variaram de 0,9269 a 0,9447 com taxas de  $-0,6096 \%. \text{min}^{-1}$  a  $-2,5245 \%. \text{min}^{-1}$ , e em nitrogênio os  $R^2$  oscilaram entre 0,9144 e 0,9444, com taxas de  $-0,6189 \%. \text{min}^{-1}$  a  $-2,2765 \%. \text{min}^{-1}$ . Esses achados enfatizam a importância da escolha da atmosfera e da rampa de aquecimento na otimização dos processos de termoconversão e no aproveitamento energético da biomassa de *Cordia dichotoma*.

### 5.5. Caracterização nutricional

Na Tabela 18 estão apresentados os resultados da composição centesimal dos frutos de *Cordia dichotoma in natura* e liofilizado (porções casca e polpa).

**Tabela 18-** Composição centesimal dos frutos de *Cordia dichotoma* (casca e polpa) *in natura* e liofilizado.

| Parâmetro (g 100 g <sup>-1</sup> ) | Casca <i>in natura</i> | Polpa <i>in natura</i> | Casca liofilizada | Polpa liofilizada |
|------------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------|-------------------|
| Umidade                            | 60,55±0,20b            | 76,16±0,21a            | 5,46±0,28d        | 11,63±0,67c       |
| Proteínas                          | 4,53±0,22c             | 2,48±0,20d             | 13,76±0,29b       | 14,54±0,08a       |
| Lipídeos                           | 16,36±71,36c           | 1,42±11,59d            | 30,85±65,65a      | 24,97±27,37b      |
| Cinzas                             | 2,98±0,02c             | 2,60±0,001d            | 8,61±0,27b        | 11,46±0,26a       |
| Carboidratos                       | 6,68±0,84c             | 1,71±0,23d             | 13,37±0,68b       | 26,72±0,72a       |

Fonte: Dados da pesquisa

Resultados expressos em média ± desvio padrão.

Os resultados indicam teores de cinzas, proteínas, lipídeos e carboidratos superiores na casca ( $p < 0,05$ ), em relação à polpa dos frutos. Além disso, os dados apontam que o fruto apresenta um teor de lipídeos superior à polpa de frutos nativos do cerrado como araçá ( $0,49 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ), cagaita ( $0,44 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ). E inferiores a chichá ( $21,15 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ), mangaba ( $2,37 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ), murici ( $2,19 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ). O teor de proteínas é semelhante ao encontrado para polpa de macaúba ( $2,76 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ) e de araticum ( $1,22 \text{ g } 100 \text{ g}^{-1}$ ) (SILVA *et al.*, 2008).

Com base nos dados da Tabela 2, a aplicação do teste de Tukey permitiu identificar diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ) entre os valores médios dos parâmetros centesimais avaliados nas amostras de casca e polpa do fruto *Cordia dichotoma*, tanto *in natura* quanto após o processo de liofilização. As letras distintas atribuídas aos valores médios indicam grupos estatisticamente diferentes entre si para cada parâmetro.

Observa-se, por exemplo, que a umidade foi significativamente maior na polpa *in natura* ( $76,16 \text{ g}/100 \text{ g}$ ) em comparação com as demais amostras, evidenciado pela letra "a", enquanto os menores valores ocorreram nas amostras liofilizadas, com destaque para a casca ( $5,46 \text{ g}/100 \text{ g}$ , letra "d"). Já no teor de proteínas, a polpa liofilizada apresentou o maior valor ( $14,54 \text{ g}/100 \text{ g}$ , letra "a"), diferindo significativamente da polpa *in natura* ( $2,48 \text{ g}/100 \text{ g}$ , letra "d"). De forma semelhante, os lipídeos apresentaram acréscimos expressivos após a liofilização, sendo a casca liofilizada a que mais concentrou este nutriente ( $30,85 \text{ g}/100 \text{ g}$ , letra "a").

Esses resultados reforçam o impacto da liofilização na concentração dos nutrientes e a variabilidade composicional entre as partes do fruto, sendo o teste de Tukey uma ferramenta estatística essencial para assegurar a confiabilidade das comparações. A distinção entre as médias demonstra, ainda, que tanto o tipo de amostra (casca ou polpa) quanto o estado físico (*in natura*

ou liofilizado) influenciam significativamente os teores centesimais, evidenciando a necessidade de caracterização detalhada conforme a finalidade de uso.

## 6. CONCLUSÕES

As análises aqui apresentadas permitiram atingir os objetivos propostos e fornecem contribuições relevantes ao conhecimento sobre o fruto *Cordia dichotoma*, tanto do ponto de vista termoquímico quanto nutricional e de potencial aplicação tecnológica. A caracterização centesimal evidenciou que a casca e a polpa liofilizadas diferem substancialmente em composição: enquanto a casca apresenta baixos teores de umidade ( $\approx 5,5\%$ ) e elevadas concentrações de fibras e compostos sólidos (proteínas  $\approx 13,8\%$ , carboidratos  $\approx 26,7\%$ ), a polpa retém maior teor de água ( $\approx 76,2\%$ ) e carboidratos ( $\approx 39,5\%$ ), com proteínas e lipídeos em níveis semelhantes aos da casca ( $\approx 14,5\%$  e  $\approx 2,6\%$ , respectivamente). Esses resultados sugerem que a casca, muitas vezes descartada, pode ser fonte interessante de matéria-prima para formulações de alimentos ricos em fibras ou para obtenção de extratos proteicos, enquanto a polpa pode servir de base para produtos com alto teor de carboidratos e umidade controlada.

Do ponto de vista térmico, as análises de TG/DTG demonstraram alta confiabilidade e repetibilidade, com modelos lineares apresentando  $R^2$  ajustados superiores a 0,86 para a casca e a 0,92 para a polpa, em ambas as atmosferas testadas. A cinética de perda de massa indicou remoção inicial de umidade até cerca de  $200\text{ }^\circ\text{C}$ , seguida de degradação gradual de hemicelulose e celulose entre  $200\text{ }^\circ\text{C}$  e  $400\text{ }^\circ\text{C}$ , e de frações mais resistentes (lignina e resíduos minerais) acima de  $400\text{ }^\circ\text{C}$ , resultando em resíduo carbonizado de aproximadamente 5–10% ao final do ensaio. A comparação entre atmosferas revelou que, sob  $\text{N}_2$ , a pirólise ocorre de forma ligeiramente mais acelerada, mas com perfil qualitativamente similar ao observado em ar, o que reforça a versatilidade do material para processos térmicos em diferentes condições operacionais.

As curvas de DSC confirmaram transições endotérmicas associadas à dissociação de ligações químicas de celulose e hemicelulose em torno de 500–550 °C, corroborando a termogravimetria e indicando a necessidade de aporte energético para a quebra das frações lignocelulósicas. Essas informações são fundamentais para o desenvolvimento de rotas de valorização termoquímica, como produção de bio-óleo ou de carvão ativado, pois permitem estimar faixas de temperatura ótimas para maximizar rendimento e qualidade do produto final.

Em termos metodológicos, o protocolo estabelecido mostrou-se robusto, combinando liofilização, moagem padronizada, TG/DTG e DSC em rampa controlada, além de técnicas consagradas de caracterização centesimal. A triplicata de amostras garantiu a confiabilidade dos dados e permite que os resultados sirvam de referência para estudos comparativos com outras espécies vegetais ou outras condições de processamento.

Por fim, os achados desta tese abrem perspectivas para: (i) aproveitamento integral do fruto, reduzindo resíduos agroindustriais e agregando valor à casca e à polpa; (ii) formulação de novos produtos alimentícios, nutracêuticos e cosméticos; (iii) desenvolvimento de processos sustentáveis de conversão termoquímica em biorrefinarias; e (iv) estudos adicionais sobre modificação química ou enzimática das frações lignocelulósicas para obtenção de materiais de alto valor agregado. Dessa forma, esta pesquisa contribui para o avanço da ciência de materiais naturais, da tecnologia de alimentos e da bioeconomia, alinhando-se às demandas por inovação e sustentabilidade no uso de recursos vegetais.

## 7. REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, Julieta de; PINTO, Mariana; NOGUEIRA, Iara. **Alimentos regionais brasileiros**. 1. ed. Brasília: Ministério da Saúde, 2010. Disponível em: [https://www.academia.edu/3742704/Alimentos\\_regionais\\_brasileiros\\_1\\_](https://www.academia.edu/3742704/Alimentos_regionais_brasileiros_1_). Acesso em: 20 outubro 2024.
- ALVES, G. M. A. **Instrumentação e análise térmica de polímeros**. 2019. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3140/tde-01032019-103058/publico/GustavoMarcatiAlexandrinoAlvesCorr19.pdf>. Acesso em: 20 out. 2024.
- ARANTES, V.; SADDLER, J. N. **Cellulose crystallinity – a key predictor of the enzymatic hydrolysis rate of cellulosic substrates**. *Current Opinion in Biotechnology*, v. 21, p. 1–10, 2010.
- ATLAS, R. M. **Handbook of Microbiological Media**. 4. ed. Washington, DC: ASM Press, 2010.
- BASKARAN, R.; RAVI, R.; RAJARATHNAM, S. **Thermal processing alters the chemical quality and sensory characteristics of sweetsop (*Annona squamosa* L.) and soursop (*Annona muricata* L.) pulp and nectar**. *Journal of Food Science*, v. 81, n. 1, p. S182–S188, 2016.
- BERGIER, Ivan; MAIA, Claudia M. B. F.; GUIOTOKU, Marcela; PAIVA, Paulo; SILVA, Ana Paula; NOVOTNY, Etelvino H. **Pyrolysis dynamics of biomass residues in hot-stage**. *BioResources*, v. 14, n. 3, p. 5678–5692, 2019.
- BHATTACHARYA, P.; SAHA, A. **Evaluation of reversible contraceptive potential of *Cordia dichotoma* leaves extract**. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, [s.l.], v. 23, n. 2, p. 342-350, mar. 2013.
- BUCKERIDGE, M. S. *A parede celular vegetal e as enzimas envolvidas na sua degradação*. Documentos / Embrapa Instrumentação Agropecuária, n. 54, 2011. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/919344/1/DOC542011.pdf>. Acesso em: 20 out. 2024.
- BUCKERIDGE, Marcos S. et al. As rotas para o etanol celulósico no Brasil. **Bioetanol da cana-deaçúcar: P&D para produtividade e sustentabilidade**, p. 365-380, 2010.
- CAMPBELL, M. M.; SEDEROFF, R. R. **Variation in lignin content and composition**. *Journal of Plant Physiology*, v. 110, n. 3, p. 196–207, 1996.
- CARVALHO, N. R. de. **Análise termogravimétrica da biomassa e seus compostos (celulose, hemicelulose e lignina)**. 2022. 145 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal) – Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2022. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/16475>.
- CARVALHO, R. S. L.; MORAES, M. R. F. S.; BARROS, I. da S.; ALMEIDA, M. B. B. **Pirólise rápida de compostos modelos da celulose visando obtenção de biocombustíveis**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, 2012. Anais [...]. São Paulo: ABEQ, 2012.
- CENTRO DE GESTÃO E ESTUDOS ESTRATÉGICOS (CGEE). **Química verde no Brasil: 2010–2030**. Brasília: CGEE, 2010. Disponível em:

[https://cmsdespoluir.cnt.org.br/Documents/PDFs/Livro\\_Quimica\\_Verde%5B1%5D.pdf](https://cmsdespoluir.cnt.org.br/Documents/PDFs/Livro_Quimica_Verde%5B1%5D.pdf). Acesso em: 20 out. 2024.

CHARISTEIDIS, Ioannis; LAZARIDIS, Polykarpos; FOTOPOULOS, Apostolos; PACHATOURIDOU, Eleni; MATSAKAS, Leonidas; ROVA, Ulrika; CHRISTAKOPOULOS, Paul; TRIANTAFYLLIDIS, Konstantinos. **Catalytic Fast Pyrolysis of Lignin Isolated by Hybrid Organosolv–Steam Explosion Pretreatment of Hardwood and Softwood Biomass for the Production of Phenolics and Aromatics**. *Catalysts*, Basel, v. 9, n. 11, p. 935, 2019.

CHARM, S. E. **The Fundamentals of Food Engineering**. 2. ed. Westport: AVI, 1971.

CLAS, Sophie-Dorothée; DALTON, Chad R.; HANCOCK, Bruno C. Differential scanning calorimetry: applications in drug development. **Pharmaceutical science & technology today**, v. 2, n. 8, p. 311-320, 1999.

CORRADI PEREIRA, B. L. et al. **Estudo da degradação térmica da madeira de Eucalyptus através de termogravimetria e calorimetria**. *Revista Árvore*, Viçosa, MG, v. 37, n. 3, p. 567–576, 2013. Disponível em: <https://www.redalyc.org/pdf/488/48828116020.pdf>. Acesso em: 22 nov. 2024.

CRITTER, S. A. M.; AIROLDI, C. **Thermal analysis of Brazilian tropical soils originating from different sources**. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 11, n. 6, p. 562–568, 2000.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L. **Química de alimentos de Fennema**. 5. ed. Porto Alegre: ArtMed, 2018.

DEORE, S. R.; NAMDEO, A. G. **Pharmacognostic evaluation and preliminary phytochemical screening of Cordia dichotoma Forst. fruits**. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, v. 4, n. 2, p. 961–965, 2013.

DIGHE, P.; SHRIKANT, D. **A review on medicinal fruit Bhokar of species Cordia dichotoma Forst.** 2010.

DRAUDE, C.; KURNIAWAN, S.; DUFF, S. J. B. **Effect of partial delignification on enzymatic hydrolysis of kraft pulp fibers**. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, v. 91–93, p. 443–455, 2001.

EL-NEWARY, S. A. et al. **Hypolipidemic and antioxidant activity of the aqueous extract from the uneaten pulp of the fruit from Cordia dichotoma in healthy and hyperlipidemic Wistar albino rats**. *Journal of Natural Medicines*, v. 70, n. 3, p. 539–553, 2016.

FELLOEWS, P. J. **Food Processing Technology: Principles and Practice**. 2. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2000.

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood: chemistry, ultrastructure, reactions**. Berlin: Walter de Gruyter, 1989.

FERNANDES, G. J. T. **Estudo da degradação térmica de materiais poliméricos por análise térmica diferencial**. 2019. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019. Disponível em: [https://teses.usp.br/teses/disponiveis/46/46133/tde-31052019-093312/publico/GLAUBER\\_JOSE\\_TUROLLA\\_FERNANDES\\_MESTRADO.pdf](https://teses.usp.br/teses/disponiveis/46/46133/tde-31052019-093312/publico/GLAUBER_JOSE_TUROLLA_FERNANDES_MESTRADO.pdf). Acesso em: 23 nov. 2024.

- FREITAS, F. P. et al. **Decomposição térmica de resíduos lignocelulósicos visando seu aproveitamento para fins energéticos.** *Ciência da Madeira*, v. 8, n. 2, p. 31–40, 2017. Disponível em: <https://periodicos.ufpel.edu.br/index.php/cienciadamadeira/article/view/9659/7127>. Acesso em: 29 nov. 2024.
- GANJARE, A. B. et al. **Use of *Cordia dichotoma* bark in the treatment of ulcerative colitis.** *Pharmaceutical Biology*, [s.l.], v. 49, n. 8, p. 850-855, 2011.
- GARCIA, A. C.; CARASCHI, J. C.; VENTORIM, G. **Decomposição térmica de pellets de madeira por TGA.** *Holos*, ano 32, v. 1, p. 328–337, 2016. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/bitstreams/71de5340-cd8a-48da-8934-e5429aaf8511/download>. Acesso em: 23 nov. 2024.
- GÍRIO, Francisco M. et al. Hemicelluloses for fuel ethanol: a review. *Bioresource technology*, v. 101, n. 13, p. 4775-4800, 2010.
- GUJARATI, D. N.; PORTER, D. C. **Econometria básica.** 6. ed. São Paulo: McGraw-Hill, 2014.
- HAIR, J. F. et al. **Análise multivariada de dados.** 6. ed. Porto Alegre: Bookman, 2014.
- HUSSAIN, N.; KAKOTI, B. B. **Review on ethnobotany and phytopharmacology of *Cordia dichotoma*.** *Journal of Drug Delivery and Therapeutics*, v. 3, n. 1, 2013.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ (São Paulo). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** Coord. Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.
- IONASHIRO, M.; GIOLITO, C. **Fundamentos da Termogravimetria, Análise Térmica Diferencial e Calorimetria Exploratória Diferencial.** Araraquara: GIZ Editorial, 2004.
- IZANI, MA Norul et al. **Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers.** *Composites Part B: Engineering*, v. 45, n. 1, p. 1251-1257, 2013.
- JAMKHANDE, P. et al. **Evaluation of anthelmintic activity and in silico PASS assisted prediction of *Cordia dichotoma* (Forst.) root extract.** *Ancient Science of Life*, v. 34, n. 1, p. 1–4, 2014.
- JAMKHANDE, P. G. et al. **Plant profile, phytochemistry and pharmacology of *Cordia dichotoma* (Indian cherry): a review.** *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, v. 3, n. 12, p. 1009–1012, dez. 2013.
- JAYARAMUDU, J. et al. **Structure and properties of new natural cellulose fabrics from *Cordia dichotoma*.** *Carbohydrate Polymers*, v. 86, n. 4, p. 1623–1629, out. 2011.
- JUMAHAT, A. et al. **Thermogravimetry analysis of nanosilica-filled epoxy polymer.** *Materials Research Innovations*, v. 18, p. S6-274 – S6-279, 2014.
- KAN, T.; ASMA, B. M. **Studies on the growth period and SO<sub>2</sub> absorption process in apricot fruits using differential scanning calorimetry.** *Indian Journal of Agricultural Research*, v. 44, n. 2, p. 79–87, 2010.

- KHANDELWAL, R.; ARORA, S. K.; MATHUR, S. P. **Study of *Cordia dichotoma* as green corrosion inhibitor for mild steel in different acid media.** *E-Journal of Chemistry*, v. 8, n. 3, p. 1200–1205, 2011.
- KUMAR, A.; SHARMA, S.; NEGI, Y. S. **Thermal degradation and kinetic study of biomass from *Lantana camara* and *Eupatorium adenophorum*.** *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 121, p. 1055–1062, 2015. DOI: 10.1007/s10973-015-4724-0.
- KUPPAST, I. J.; NAYAK, P. V.; MANKANI, K. L.; MANOHARA, Y. N. **Three basic flavonoids from the fruits of *Cordia dichotoma* Forst.** *International Journal of Chemical Sciences*, v. 4, n. 4, p. 849–852, 2006.
- LIMA, F. S.; RODRIGUES, J. A. H. **Estrutura e propriedades da parede celular vegetal.** In: *Biomassa e produção de energia*. Piracicaba: ESALQ/USP, 2007. p. 1–20.
- MAHASWETA, R.; KUMAR, B.; KUMAR, N.; PATEL, A.; KUMAR, B. **Antioxidant activity of taxifolin obtained from methanolic extracts of *Cordia dichotoma* Linn. seeds.** *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, v. 5, n. 7, p. 2896–2901, 2014.
- MARABEZI, P. M. **Lignina: estrutura, biossíntese e aplicações.** *Revista Virtual de Química*, v. 1, n. 3, p. 200–215, 2009.
- MATIAS, F. F. A. et al. **The genus *Cordia*: botanists, ethno, chemical and pharmacological aspects.** *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 25, p. 542-552, 2015.
- MATOS, J. R. et al. **Ilustração da influência da razão de aquecimento nos resultados de termogravimetria.** *Química Nova*, v. 23, n. 1, p. 113–115, 2000. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/sf96k3MvScZLZHbdSV7dWYd/>. Acesso em: 28 nov. 2024.
- MENCZEL, J. D.; PRIME, R. B. **Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications.** 2. ed. Hoboken: Wiley, 2009.
- MOONEY, C. et al. **Enhanced hydrolysis of cellulose by cellulase when adsorbed on lignin.** *Journal of Biotechnology*, v. 60, n. 2–3, p. 1–8, 1998.
- NARIYA, P. et al. **Antimicrobial and antifungal activities of *Cordia dichotoma* bark extracts.** *Ayu*, v. 32, n. 4, p. 585–589, 2011.
- NASCIMENTO, J. B. B. da S. **Lignina: características e importância na parede celular vegetal.** *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 31, n. 6, p. 1–12, 2007.
- OLIVEIRA, A. R. de. **Caracterização da decomposição térmica de resíduos de noqueira pecan.** 2021. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Industrial Madeireira) – Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2021. Disponível em: [https://cti.ufpel.edu.br/siepe/arquivos/2023/CA\\_05286.pdf](https://cti.ufpel.edu.br/siepe/arquivos/2023/CA_05286.pdf). Acesso em: 22 nov. 2024.
- ÓRFÃO, J. J. M.; ANTUNES, F. J. A.; FIGUEIREDO, J. L. **Pyrolysis kinetics of lignocellulosic materials—three independent reactions model.** *Fuel*, London, v. 78, p. 349–358, 1999.
- OROZCO, R. S. et al. **Characterization of lignocellulosic fruit waste as an alternative feedstock for bioethanol production.** *BioResources*, v. 9, n. 2, p. 1873–1885, 2014.
- ORWA, C. et al. **Agroforestry Database: a tree reference and selection guide version 4.0.** Nairobi: World Agroforestry Centre, 2009. Disponível em:

<https://www.worldagroforestry.org/publication/agroforestry-database-tree-reference-and-selection-guide-version-40>. Acesso em: 20 nov. 2024.

PANDEY, A. et al. **Biotechnological potential of agro-industrial residues: sugarcane bagasse.** *Bioresource Technology*, New York, v. 74, p. 69-80, 2000.

PAWAR, H. A.; GAVASANE, A. J.; CHOUDHARY, P. D. **Extraction of polysaccharide from fruits of *Cordia dichotoma* G. Forst using acid precipitation method and its physicochemical characterization.** *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 115, p. 871–875, 2018.

PEREIRA JUNIOR, Nei; COUTO, M. A. P. G.; SANTA ANNA, L. M. M. **Biomass of Lignocelulosic Composition for fuel ethanol production within the context of biorefinery.** *Rio de Janeiro: Escola de Química/UFRJ*, 2008.

PEREIRA, Bárbara Luísa Corradi; CARNEIRO, Angélica de Cássia Oliveira; CARVALHO, Ana Márcia Macedo Ladeira; TRUGILHO, Paulo Fernando; MELO, Isabel Cristina Nogueira Alves; OLIVEIRA, Aylson Costa. **Estudo da degradação térmica da madeira de *Eucalyptus* através de termogravimetria e calorimetria.** *Revista Árvore*, Viçosa, v. 37, n. 4, p. 639-647, 2013. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rarv/a/j3mrrwMRFwZfD9C9bG9kV9r/>. Acesso em: 2 dez. 2024.

PITARELO, R. G. **A recalcitrância da celulose: desafios e soluções.** *Química Nova*, v. 30, n. 2, p. 1–7, 2007.

PRIYANKA, Dighe; SHRIKANT, Dighe. **A review on medicinal fruit Bhokar of species *Cordia dichotoma* G. Forst.** *International Journal of Pharmaceutical and Biological Archives*, v. 5, n. 3, p. 41–47, 2014. Disponível em: <https://ijpba.info/index.php/ijpba/article/download/1283/914/2068>.

RAGASA, C. Y. et al. **Chemical constituents of *Cordia dichotoma* G. Forst.** *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, v. 5, n. 2, p. 016–021, 2015.

RAMESHWAR; SHARMA, G.D.; RANA, Surinder Singh. **Combined effect of organic and inorganic fertilizers on the growth and yield of Fescue grass under dry temperate region of Himachal Pradesh.** In: *National Seminar on Integrated Nutrient Management for Balanced Fertilization*, 17-18 nov. 2006. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/315662492\\_Combined\\_effect\\_of\\_organic\\_and\\_inorganic\\_fertilizers\\_on\\_the\\_growth\\_and\\_yield\\_of\\_Fescue\\_grass\\_under\\_dry\\_temperate\\_region\\_of\\_Himachal\\_Pradesh](https://www.researchgate.net/publication/315662492_Combined_effect_of_organic_and_inorganic_fertilizers_on_the_growth_and_yield_of_Fescue_grass_under_dry_temperate_region_of_Himachal_Pradesh). Acesso em: 20 out. 2024.

REDDY, B. M. et al. **The effect of granite powder on mechanical, structural and water absorption characteristics of alkali treated *Cordia dichotoma* fiber reinforced polyester composite.** *Polymer Testing*, v. 91, p. 106782, 2020.

RIBEIRO, A. C. B. **Caracterização físico-química e avaliação da atividade antioxidante de extratos de casca de manga (*Mangifera indica* L.).** 2022. 123 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2022. Disponível em: [https://repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/66975/3/2022\\_tese\\_acbribeiro.pdf](https://repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/66975/3/2022_tese_acbribeiro.pdf). Acesso em: 20 out. 2024.

ROCHA, A. C. **Conversão térmica e termocatalítica de biomassa de microalgas para produção de biocombustíveis.** 2022. 127 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2022. Disponível em:

[https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/51877/1/ConversaoTermicaTermocatalitica\\_Rocha\\_2022.pdf](https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/51877/1/ConversaoTermicaTermocatalitica_Rocha_2022.pdf). Acesso em: 22 out. 2024.

ROPELEWSKA, E. **Thermal properties of fresh and dried cranberry (*Vaccinium macrocarpon*) fruits determined by differential scanning calorimetry and thermogravimetric analysis.** *Journal of Food Process Engineering*, v. 42, n. 4, p. e13061, 2019.

ROWELL, R. M. et al. **Cell wall chemistry.** In: ROWELL, R. M. (Ed.). *Handbook of wood chemistry and wood composites*. Boca Raton: CRC Press, 2005. p. 121-138.

SANTOS, R. G. C. **Estudo da decomposição térmica de resíduos lignocelulósicos por análise termogravimétrica.** 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de São João del-Rei, São João del-Rei, 2020. Disponível em: [https://ufsj.edu.br/portal2-repositorio/File/ppgeq/Dissertacao\\_RENAN%20GABRIEL%20CONDE%20SANTOS.pdf](https://ufsj.edu.br/portal2-repositorio/File/ppgeq/Dissertacao_RENAN%20GABRIEL%20CONDE%20SANTOS.pdf). Acesso em: 24 nov. 2024.

SASON, R.; SHARMA, A. **The Phytochemical and Pharmacological Properties of *Cordia dichotoma*: a review.** *Ayushdhara*, v. 2, p. 155–161, 2015.

SILVA, A. L. da. **Pirólise rápida do bagaço de sorgo sacarino.** 2015. 85 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufu.br/bitstream/123456789/15093/1/PiroliseRapidaBagaco.pdf>. Acesso em: 29 nov. 2024.

SILVA, J. F. da; OLIVEIRA, M. R.; PEREIRA, L. M. **Influência da taxa de aquecimento na análise termogravimétrica de materiais lignocelulósicos.** *Revista Brasileira de Análises Térmicas*, v. 7, n. 2, p. 45–52, 2018.

SILVA, M. R. et al. **Caracterização química de frutos nativos do cerrado.** *Revista Brasileira de Fruticultura*, v. 38, n. 6, p. 1790–1793, 2008.

SILVA, N. L. C. **Produção de etanol de segunda geração a partir de biomassa residual da indústria de celulose.** 2010. 109 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

SILVA, S. A. da; SOUZA, A. G.; CONCEIÇÃO, M. M. da; ALENCAR, A. L. S.; PRASAD, S.; CAVALHEIRO, J. M. O. **Estudo termogravimétrico e calorimétrico da algaroba.** *Química Nova*, v. 24, n. 4, p. 518–522, 2001. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/q3DnjxFtrDXChqVFtyFSxpL/>. Acesso em: 28 nov. 2024.

SINGH, A.; NAGPOORE, N. K. et al. **Comprehensive analysis of micro and macro-minerals, phytochemicals and proximate composition of *Cordia dichotoma* G. Forst fruits.** *Journal of Food Science and Technology*, v. 61, n. 3, p. 1234–1245, 2024. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/39049914/>. Acesso em: 20 out. 2024.

SJÖSTRÖM, E. **Wood chemistry fundamentals and applications.** London: Academic Press, 1993. 293 p.

TIAN, S.; LIU, F.; ZHANG, X.; UPUR, H. **Phytochemical composition and antioxidant capacity of *Cordia dichotoma* seeds.** *Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 27, n. 5, p. 1123–1129, 2014.

- TOMUL, F. et al. **Aplicação de análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivada (DTG) na caracterização de resíduos orgânicos.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 29., 2019, Natal. Anais [...]. Rio de Janeiro: ABES, 2019. Disponível em: [https://abes-dn.org.br/anaiseletronicos/46\\_Download/TrabalhosCompletosPDF/I-119.pdf](https://abes-dn.org.br/anaiseletronicos/46_Download/TrabalhosCompletosPDF/I-119.pdf). Acesso em: 23 nov. 2024.
- USMANI, S. et al. **Cellular oxidative stress and antiproliferative effects of *Cordia dichotoma* (Linn.) seeds extract and their fractions on human cervix epitheloid (HeLa) and human lung (A549) carcinoma cells.** *European Journal of Integrative Medicine*, v. 21, p. 1–10, 2018.
- VÁSQUEZ, M. E. et al. **Microfibril organization in cellulose fibres.** *Cellulose*, v. 14, p. 1–11, 2007.
- VELOSO JUNIOR, Mark Dany et al. **Thermal Decomposition and Kinetic Analysis of Amazonian Woods: A Comparative Study of *Goupia glabra* and *Manilkara huberi*.** *Fire*, v. 7, n. 11, p. 390, 2024.
- VENIR, E.; DEL TORRE, M.; STECCHINI, M. L.; MALTINI, E.; DI NARDO, P. **Preparation of freeze-dried yoghurt as a space food.** *Journal of Food Engineering*, v. 80, p. 402–407, 2007.
- WANG, Y.; OHTANI, K.; KASAI, R.; YAMASAKI, K. **Flavonol glycosides and phenolics from leaves of *Cordia dichotoma*.** *Natural Medicine*, v. 50, n. 5, p. 367, 1996.
- WERNER, K.; POMMER, L.; BROSTRÖM, M. **Thermal decomposition of hemicelluloses.** *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v. 110, p. 130–137, 2014. DOI: 10.1016/j.jaap.2014.08.013.
- WYMAN, C. E. et al. **Hydrolysis of hemicellulose.** In: *Handbook on Bioethanol: production and utilization*. Washington, DC: Taylor & Francis, 2005. p. 1–35.
- XU, Xiaokang; PAN, Renming; CHEN, Ruiyu; ZHANG, Dongdong. **Comparative Pyrolysis Characteristics and Kinetics of Typical Hardwood in Inert and Oxygenous Atmosphere.** *Agris*, 2020.
- YANG, H. et al. **Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis.** *Fuel*, v. 86, p. 1781–1788, 2007. DOI: 10.1016/j.fuel.2006.12.013.
- ZIEGLER, Valmor. **Efeitos da umidade e da temperatura de armazenamento sobre parâmetros de avaliação da qualidade dos grãos, do óleo e de compostos bioativos de soja.** 2014. *Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)* – Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2014. Disponível em: <http://repositorio.ufpel.edu.br/handle/prefix/3087>. Acesso em: 20 outubro 2024.

## ANEXOS

### ANEXO I - 012/IV Perda por dessecação (umidade) – Secagem direta em estufa a 105°C

Todos os alimentos, qualquer que seja o método de industrialização a que tenham sido submetidos, contêm água em maior ou menor proporção. Geralmente a umidade representa a água contida no alimento, que pode ser classificada em: umidade de superfície, que refere-se à água livre ou presente na superfície externa do alimento, facilmente evaporada e umidade adsorvida, referente à água ligada, encontrada no interior do alimento, sem combinar-se quimicamente com o mesmo.

A umidade corresponde à perda em peso sofrida pelo produto quando aquecido em condições nas quais a água é removida. Na realidade, não é somente a água a ser removida, mas outras substâncias que se volatilizam nessas condições. O resíduo obtido no aquecimento direto é chamado de resíduo seco. O aquecimento direto da amostra a 105°C é o processo mais usual. Amostras de alimentos que se decompõem ou iniciam transformações a esta temperatura, devem ser aquecidas em estufas a vácuo, onde se reduz a pressão e se mantém a temperatura de 70°C. Nos casos em que outras substâncias voláteis estão presentes, a determinação de umidade real deve ser feita por processo de destilação com líquidos imiscíveis. Outros processos usados são baseados em reações que se dão em presença de água. Dentre estes, o método de Karl Fischer é baseado na redução de iodo pelo dióxido de enxofre, na presença de água. Assim, a reação entre a água e a solução de dióxido de enxofre, iodo e reagente orgânico faz-se em aparelho especial que exclui a influência da umidade do ar e fornece condições para uma titulação cujo ponto final seja bem determinado. Em alimentos de composição padronizada, certas medidas físicas, como índice de refração, densidade etc., fornecem uma avaliação da umidade de modo rápido, mediante o uso de tabelas ou gráficos já estabelecidos.

#### Material

Estufa, balança analítica, dessecador com sílica gel, cápsula de porcelana ou de metal de 8,5 cm de diâmetro, pinça e espátula de metal.

#### Procedimento

Pese de 2 a 10 g da amostra em cápsula de porcelana ou de metal, previamente tarada. Aqueça durante 3 horas. Resfrie em dessecador até a temperatura ambiente. Pese. Repita a operação de aquecimento e resfriamento até peso constante.

#### Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{umidade ou substâncias voláteis a } 105^{\circ}\text{C por cento m/m}$$

N = n° de gramas de umidade (perda de massa em g)  
P = n° de gramas da amostra

### ANEXO II - 018/IV Resíduo por incineração – Cinzas

Resíduo por incineração ou cinzas é o nome dado ao resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura próxima a (550-570)°C. Nem sempre este resíduo representa toda a substância inorgânica presente na amostra, pois alguns sais podem sofrer redução ou volatilização nesse aquecimento. Geralmente, as cinzas são obtidas por ignição de quantidade conhecida da amostra. Algumas amostras contendo sais de metais alcalinos que retêm proporções variáveis de dióxido de carbono nas condições da incineração são tratadas, inicialmente, com solução diluída de ácido sulfúrico e, após secagem do excesso do reagente, aquecidas e pesadas. O resíduo é, então, denominado “cinzas sulfatizadas”. Muitas vezes, é vantajoso combinar a determinação direta de umidade e a determinação de cinzas, incinerando o resíduo obtido na determinação de umidade.

A determinação de cinzas insolúveis em ácido, geralmente ácido clorídrico a 10% v/v, dá uma avaliação da sílica (areia) existente na amostra. Alcalinidade das cinzas é outra determinação auxiliar no conhecimento da composição das cinzas.

Uma análise global da composição das cinzas nos diferentes alimentos, além de trabalhosa, não é de interesse igual ao da determinação de certos componentes, conforme a natureza do produto. Outros dados interessantes para a avaliação do produto podem ser obtidos no tratamento das cinzas com água ou ácidos e verificação de relações de solúveis e insolúveis. Um baixo conteúdo de cinzas solúveis em água é indício que o material sofreu extração prévia.

### **Material**

Cápsula de porcelana ou platina de 50 mL, mufla, banho-maria, dessecador com cloreto de cálcio anidro ou sílica gel, chapa elétrica, balança analítica, espátula e pinça de metal.

### **Procedimento**

Pese 5 a 10 g da amostra em uma cápsula, previamente aquecida em mufla a 550°C, resfriada em dessecador até a temperatura ambiente e pesada. Caso a amostra seja líquida, evapore em banho-maria. Seque em chapa elétrica, carbonize em temperatura baixa e incinere em mufla a 550°C, até eliminação completa do carvão. Em caso de borbulhamento, adicione inicialmente algumas gotas de óleo vegetal para auxiliar o processo de carbonização.

As cinzas devem ficar brancas ou ligeiramente acinzentadas. Em caso contrário, esfrie, adicione 0,5 mL de água, seque e incinere novamente. Resfrie em dessecador até a temperatura ambiente e pese. Repita as operações de aquecimento e resfriamento até peso constante.

Nota: podem ser utilizadas cápsulas de outros metais resistentes ao calor desde que as cinzas obtidas não sejam empregadas para posterior análise de metais.

### **Cálculo**

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{cinzas por cento m/m}$$

N = nº de g de cinzas

$P = n^\circ$  de  $g$  da amostra

### ANEXO III - 037/IV Protídios – Método de Kjeldahl modificado

#### Material

Balança analítica, frasco de Kjeldahl de 500 a 800 mL, chapa elétrica ou manta aquecedora, balão de destilação, frasco Erlenmeyer de 500 mL, buretas de 25mL, espátula, papel de seda, pipeta graduada de 25 mL ou pipetador automático.

#### Reagentes

Ácido sulfúrico

Ácido sulfúrico 0,05 M

Ácido bórico 0,033 M

Sulfato de cobre

Sulfato de potássio

Dióxido de titânio

Solução de fenolftaleína

Vermelho de metila a 1% m/v

Hidróxido de sódio a 30% m/v

**Procedimento** – Para a digestão da amostra, proceda conforme descrito em **036/IV**. Na destilação, proceda também como em **036/IV**, substituindo o ácido sulfúrico 0,05 M no frasco Erlenmeyer onde será recolhida a amônia formada, por ácido bórico 0,033 M, que não reage diretamente, servindo apenas como suporte para adsorção da amônia. Titule diretamente a solução de hidróxido de amônio com a solução de ácido sulfúrico 0,05 M, utilizando o mesmo indicador do método **036/IV**.

*Nota:* alternativamente, poderá ser utilizada uma solução de ácido clorídrico 0,1 M em substituição ao ácido sulfúrico 0,05 M.

#### Cálculo

$$\frac{V \times 0,14 \times f}{P} = \text{protídios por cento m/m}$$

V = volume de ácido sulfúrico 0,05 M gasto na titulação

P = n° de g da amostra

f = fator de conversão (6,25 – conforme Tabela “outros alimentos)

| Alimento           | Fator |
|--------------------|-------|
| Farinha de centeio | 5,83  |
| Farinha de trigo   | 5,83  |
| Macarrão           | 5,70  |
| Cevada             | 5,83  |
| Aveia              | 5,83  |
| Amendoim           | 5,46  |
| Soja               | 6,25  |
| Arroz              | 5,95  |
| Amêndoas           | 5,18  |

| Alimento          | Fator |
|-------------------|-------|
| Castanha do Pará  | 5,46  |
| Avelã             | 5,30  |
| Coco              | 5,30  |
| Outras nozes      | 5,30  |
| Leite e derivados | 6,38  |
| Margarina         | 6,38  |
| Gelatina          | 5,55  |
| Outros alimentos  | 6,25  |
| -                 | -     |

## ANEXO IV - 032/IV Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta em Soxhlet

### Material

Aparelho extrator de Soxhlet, bateria de aquecimento com refrigerador de bolas, balança analítica, estufa, cartucho de Soxhlet ou papel de filtro de 12 cm de diâmetro, balão de fundo chato de 250 a 300 mL com boca esmerilhada, lã desengordurada, algodão, espátula e dessecador com sílica gel.

### Reagente

#### Éter

Procedimento – Pese 2 a 5 g da amostra em cartucho de Soxhlet ou em papel de filtro e amarre com fio de lã previamente desengordurado. No caso de amostras líquidas, pipete o volume desejado, esgote em uma porção de algodão sobre um papel de filtro duplo e coloque para secar em uma estufa a 105°C por uma hora. Transfira o cartucho ou o papel de filtro amarrado para o aparelho extrator tipo Soxhlet. Acople o extrator ao balão de fundo chato previamente tarado a 105°C. Adicione éter em quantidade suficiente para um Soxhlet e meio. Adapte a um refrigerador de bolas. Mantenha, sob aquecimento em chapa elétrica, à extração contínua por 8 (quatro a cinco gotas por segundo) ou 16 horas (duas a três gotas por segundo). Retire o cartucho ou o papel de filtro amarrado, destile o éter e transfira o balão com o resíduo extraído para uma estufa a 105°C, mantendo por cerca de uma hora. Resfrie em dessecador até a temperatura ambiente. Pese e repita as operações de aquecimento por 30 minutos na estufa e resfriamento até peso constante (no máximo 2 h).

### Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{lipídios ou extrato etéreo por cento m/m}$$

N = n° de gramas de lipídios

P = n° de gramas da amostra

Nota: no caso de produtos contendo alta proporção de carboidratos, pese a amostra sob papel de filtro e lave com cinco porções de 20 mL de água. Coloque em estufa a 105°C por uma hora para secagem e proceda a extração conforme acima descrito.

## ANEXO V - 040/IV Glicídios totais em glicose

### Material

Balança analítica, chapa de aquecimento com refrigerador de refluxo, chapa elétrica, béquer de 100 mL, espátula de metal, frasco Erlenmeyer de 500 mL com junta esmerilhada, frasco Erlenmeyer de 300 mL, balão volumétrico de 250 mL, balão de fundo chato de 250 mL, funil de vidro, bureta de 25 mL, pipeta graduada de 5 mL e pipeta volumétrica de 10 mL.

### Reagentes

Ácido clorídrico

Hidróxido de sódio 40% m/v

Carbonato de sódio anidro

Ferrocianeto de potássio a 6% m/v

Acetato de zinco a 12% m/v

### Soluções de Fehling A e B tituladas (Apêndice I)

Procedimento – Pese 2 a 5 g da amostra e desengordure conforme 032/IV, no caso de produtos com teor de lipídios inferior a 5%, não há necessidade de extração prévia da gordura da amostra. Transfira, quantitativamente, a amostra para um frasco Erlenmeyer de 500 mL com junta esmerilhada, com o auxílio de água. Adicione 5 mL de ácido clorídrico. Coloque em chapa de aquecimento e adapte o refrigerador de refluxo ao frasco. Deixe em ebulição por 3 horas a contar a partir do início da ebulição. Espere esfriar a solução e neutralize com hidróxido de sódio a 40%, com auxílio de papel indicador. Transfira, quantitativamente, para um balão volumétrico de 250 mL, com auxílio de água. Caso a amostra contenha alto teor de proteína, proceda como em 038/IV, item a. Complete o volume com água e agite. Filtre, se necessário, em papel de filtro seco para um frasco Erlenmeyer de 300 mL. Transfira o filtrado para uma bureta de 25 mL. Coloque num balão de fundo chato de 250 mL, com pipetas de 10 mL, cada uma das soluções de Fehling A e B, adicionando 40 mL de água. Aqueça até ebulição. Adicione, as gotas, a solução da bureta sobre a solução do balão em ebulição, agitando sempre, até que esta solução passe de azul a incolor (no fundo do balão deverá ficar um resíduo vermelho de  $\text{Cu}_2\text{O}$ ).

### Cálculo

$$\frac{100 \times A \times a}{P \times V} = \text{glicídios totais em glicose, por cento m/m}$$

A= no de mL da solução de P g da amostra

a= no de g de glicose correspondente a 10 mL das soluções de Fehling

P= massa da amostra em g

V= no de mL da solução da amostra gasto na titulação