

QUÍMICA E BIOQUÍMICA:

fundamentos e aplicações



CLEISEANO EMANUEL DA SILVA PANIAGUA
(Organizador)

QUÍMICA E BIOQUÍMICA:

fundamentos e aplicações



CLEISEANO EMANUEL DA SILVA PANIAGUA
(Organizador)

Editora chefeProf^a Dr^a Antonella Carvalho de Oliveira**Editora executiva**

Natalia Oliveira

Assistente editorial

Flávia Roberta Barão

Bibliotecária

Janaina Ramos

Projeto gráfico

Camila Alves de Cremo

2024 by Atena Editora

Ellen Andressa Kubisty

Copyright © Atena Editora

Luiza Alves Batista

Copyright do texto © 2024 Os autores

Nataly Evilin Gayde

Copyright da edição © 2024 Atena

Thamires Camili Gayde

Editora

Imagens da capa

iStock

Direitos para esta edição cedidos à Atena Editora pelos autores.

Edição de arte

Luiza Alves Batista

Open access publication by Atena

Editora



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição Creative Commons. Atribuição-Não-Comercial-NãoDerivativos 4.0 Internacional (CC BY-NC-ND 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores, inclusive não representam necessariamente a posição oficial da Atena Editora. Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Todos os manuscritos foram previamente submetidos à avaliação cega pelos pares, membros do Conselho Editorial desta Editora, tendo sido aprovados para a publicação com base em critérios de neutralidade e imparcialidade acadêmica.

A Atena Editora é comprometida em garantir a integridade editorial em todas as etapas do processo de publicação, evitando plágio, dados ou resultados fraudulentos e impedindo que interesses financeiros comprometam os padrões éticos da publicação. Situações suspeitas de má conduta científica serão investigadas sob o mais alto padrão de rigor acadêmico e ético.

Conselho Editorial**Ciências Exatas e da Terra e Engenharias**

Prof. Dr. Adélio Alcino Sampaio Castro Machado – Universidade do Porto

Prof^a Dr^a Alana Maria Cerqueira de Oliveira – Instituto Federal do AcreProf^a Dr^a Ana Grasielle Dionísio Corrêa – Universidade Presbiteriana MackenzieProf^a Dr^a Ana Paula Florêncio Aires – Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro

Prof. Dr. Carlos Eduardo Sanches de Andrade – Universidade Federal de Goiás

Prof^a Dr^a Carmen Lúcia Voigt – Universidade Norte do Paraná

- Prof. Dr. Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás
Prof. Dr. Douglas Gonçalves da Silva – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof^a Dr^a Érica de Melo Azevedo – Instituto Federal do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Prof. Dr. Fabrício Moraes de Almeida – Universidade Federal de Rondônia
Prof^a Dr^a Glécilla Colombelli de Souza Nunes – Universidade Estadual de Maringá
Prof^a Dr^a Iara Margolis Ribeiro – Universidade Federal de Pernambuco
Prof^a Dra. Jéssica Verger Nardeli – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho
Prof. Dr. Juliano Bitencourt Campos – Universidade do Extremo Sul Catarinense
Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas – Universidade Federal de Campina Grande
Prof^a Dr^a Luciana do Nascimento Mendes – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Marcelo Marques – Universidade Estadual de Maringá
Prof. Dr. Marco Aurélio Kistemann Junior – Universidade Federal de Juiz de Fora
Prof^a Dr^a Maria José de Holanda Leite – Universidade Federal de Alagoas
Prof. Dr. Miguel Adriano Inácio – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
Prof. Dr. Milson dos Santos Barbosa – Universidade Tiradentes
Prof^a Dr^a Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Prof^a Dr^a Neiva Maria de Almeida – Universidade Federal da Paraíba
Prof. Dr. Nilzo Ivo Ladwig – Universidade do Extremo Sul Catarinense
Prof^a Dr^a Priscila Tessmer Scaglioni – Universidade Federal de Pelotas
Prof^a Dr Ramiro Picoli Nippes – Universidade Estadual de Maringá
Prof^a Dr^a Regina Célia da Silva Barros Allil – Universidade Federal do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Sidney Gonçalo de Lima – Universidade Federal do Piauí
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista

Química e bioquímica: fundamentos e aplicações

Diagramação: Camila Alves de Cremo
Correção: Maiara Ferreira
Indexação: Amanda Kelly da Costa Veiga
Revisão: Os autores
Organizador: Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)	
Q6	Química e bioquímica: fundamentos e aplicações / Organizador Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua. - Ponta Grossa - PR: Atena, 2024. Formato: PDF Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader Modo de acesso: World Wide Web Inclui bibliografia ISBN 978-65-258-2128-3 DOI: https://doi.org/10.22533/at.ed.283232812 1. Química. 2. Bioquímica. I. Paniagua, Cleiseano Emanuel da Silva (Organizador). II. Título.
	CDD 540

Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos – CRB-8/9166

DECLARAÇÃO DOS AUTORES

Os autores desta obra: 1. Atestam não possuir qualquer interesse comercial que constitua um conflito de interesses em relação ao artigo científico publicado; 2. Declaram que participaram ativamente da construção dos respectivos manuscritos, preferencialmente na: a) Concepção do estudo, e/ou aquisição de dados, e/ou análise e interpretação de dados; b) Elaboração do artigo ou revisão com vistas a tornar o material intelectualmente relevante; c) Aprovação final do manuscrito para submissão; 3. Certificam que os artigos científicos publicados estão completamente isentos de dados e/ou resultados fraudulentos; 4. Confirmam a citação e a referência correta de todos os dados e de interpretações de dados de outras pesquisas; 5. Reconhecem terem informado todas as fontes de financiamento recebidas para a consecução da pesquisa; 6. Autorizam a edição da obra, que incluem os registros de ficha catalográfica, ISBN, DOI e demais indexadores, projeto visual e criação de capa, diagramação de miolo, assim como lançamento e divulgação da mesma conforme critérios da Atena Editora.

DECLARAÇÃO DA EDITORA

A Atena Editora declara, para os devidos fins de direito, que: 1. A presente publicação constitui apenas transferência temporária dos direitos autorais, direito sobre a publicação, inclusive não constitui responsabilidade solidária na criação dos manuscritos publicados, nos termos previstos na Lei sobre direitos autorais (Lei 9610/98), no art. 184 do Código Penal e no art. 927 do Código Civil; 2. Autoriza e incentiva os autores a assinarem contratos com repositórios institucionais, com fins exclusivos de divulgação da obra, desde que com o devido reconhecimento de autoria e edição e sem qualquer finalidade comercial; 3. Todos os e-book são *open access*, *desta forma* não os comercializa em seu site, sites parceiros, plataformas de e-commerce, ou qualquer outro meio virtual ou físico, portanto, está isenta de repasses de direitos autorais aos autores; 4. Todos os membros do conselho editorial são doutores e vinculados a instituições de ensino superior públicas, conforme recomendação da CAPES para obtenção do Qualis livro; 5. Não cede, comercializa ou autoriza a utilização dos nomes e e-mails dos autores, bem como nenhum outro dado dos mesmos, para qualquer finalidade que não o escopo da divulgação desta obra.

O e-book: “Química e bioquímica: fundamentos e aplicações” é composto por oito capítulos de livros que apresentam trabalhos voltados para as temáticas: ensino de química, produtos para higiene pessoal/cosméticos e farmacológicos, técnica analítica como ferramenta de prospecção na saúde e utilização de bioadsorventes em tratamento de efluentes têxteis.

O primeiro capítulo apresenta uma estratégia pedagógica de aprendizagem baseada em projetos a partir de atividades práticas integrando as áreas de Química e Biologia, o que possibilitou melhorias no processo de aprendizagem dos alunos e seu melhor preparo para o ingresso no ensino superior. O capítulo 2 propôs a utilização de uma Tabela periódica que associa o nome de elementos químicos a modalidades esportivas dos jogos olímpicos de Tóquio. Os resultados apontaram que muitos alunos nunca tiveram contato com os conteúdos relacionados ao estudo da Tabela periódica, possibilitando um aprendizado dentro de um contexto no qual os alunos se encontram inseridos. Já o terceiro capítulo investigou o desenvolvimento do ensino de química em Portugal, no período compreendido entre 2000 a 2018. A partir da análise de artigos, pôde-se concluir que o país ocupa a quarta posição no continente europeu, a sétima colocação a nível mundial e a segunda posição ao considerar o tamanho da população.

O capítulo 4 analisou as propriedades físico-químicas de sabonetes líquidos produzidos a partir de diferentes óleos vegetais. Os resultados obtidos sugerem a necessidade de novos testes, com o intuito de otimizar os processos empregados e análises com maior detalhamento. O quinto capítulo realizou uma revisão da literatura (1985-atual) em relação a produção de hidrogel de celulose bacteriana com propriedades para uso ambiental e farmacológico, sendo demonstrado resultados eficientes, eficazes e com segurança em relação a tratamentos farmacêuticos. O capítulo 6 investigou a aplicação de microcápsulas biodegradáveis na liberação de flavonoides, de forma controlada, no organismo humano. Os resultados apontaram que as microcápsulas de apigenina e queracetina reduziram a viabilidade celular, a quantidade e diversidade de células em cultura e a não citotoxicidade para os astrócitos.

O capítulo 7 analisou a composição de cálculos biliares *ex vivo* por intermédio da técnica de Ressonância Magnética Nuclear de sólidos de ^{13}C (RMNs). Os resultados apontaram que a forma polimórfica seria do colesterol monoidratado cristalino como principal constituinte do cálculo biliar. Por fim, o oitavo capítulo avaliou a capacidade de reaproveitamento de dois resíduos lignocelulosícios para a remediação ambiental dos corantes azul Sidercron e amarelo Novacron. Os resultados apontaram uma eficiência de remoção de 99 e 97%, respectivamente. Ao se empregar os corantes em banhos de tingimento,

APRESENTAÇÃO

o primeiro apresentou uma remoção acima de 90%, enquanto o outro foi inferior a 81%.

Nesta perspectiva, a Atena Editora vem trabalhando de forma a estimular e incentivar cada vez mais pesquisadores do Brasil e de outros países, a publicarem seus trabalhos com garantia de qualidade e excelência em forma de livros, capítulos de livros e artigos científicos.

Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

CAPÍTULO 1	1
METODOLOGIAS ATIVAS DE APRENDIZAGEM NO ENSINO DA QUÍMICA PARA O NOVO ENSINO MÉDIO	
Jemima Gonçalves Pinto da Fonseca	
Mikaelly Santos Rodrigues	
Sielane Ribeiro Maciel	
Lucelle Dantas de Araújo	
Valdeque Rosas Stone Filho	
Clichennier Rodrigues da Silva	
Elizete Gomes Fonseca Furtunato	
Maria Rosenira Nobre da Cunha	
Mauro Frank Lima de Lima	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328121	
CAPÍTULO 2	15
TABELA PERIÓDICA OLÍMPICA: UMA FERRAMENTA INTERDISCIPLINAR	
Queli Aparecida Rodrigues de Almeida	
Luiz Diego Silva Rocha	
Bruna Leite da Silva	
Caio Marlon da Silva de Almeida	
Caroline Oliveira de Souza	
Keven Pimentel Delgiudice Gomes	
Marvin Massal Soares	
Rebecca da Silva Costa	
Ygor Velloso Tavares	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328122	
CAPÍTULO 3	26
CHEMISTRY EDUCATION IN PORTUGAL: THE EMERGING PICTURE FROM THE PAPERS PUBLISHED IN THE <i>JOURNAL OF CHEMICAL EDUCATION</i>	
Célia M. C. Faustino	
Isabel A. C. Ribeiro	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328123	
CAPÍTULO 4	37
ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE SABONETES LÍQUIDOS, PRODUZIDOS À PARTIR DE DIFERENTES ÓLEOS VEGETAIS E CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS	
Pâmela Regina Aurélio da Silva	
Marcos Roberto da Rosa	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328124	
CAPÍTULO 5	52
O POTENCIAL DO USO DE HIDROGEL DE CELULOSE BACTERIANA NA ADSORÇÃO E LIBERAÇÃO DE FÁRMACOS: UMA REVISÃO BIBLIOMÉTRICA	
Ariane Maria da Silva Santos	
Albert Santos Silva	
Érico Rego Dias	

Josy Anteveli Osajima Furtini Hernane da Silva Barud Edson Cavalcanti Silva-Filho	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328125	
CAPÍTULO 6	68
MICROENCAPSULATED AND NANOENCAPSULATED FLAVONOIDS AGAINST GLIOBLASTOMA CELLS	
Lisieux de Santana Julião Bruna Mafra de Faria Luciana Ferreira Romão Soniza Vieira Alves-Leon Jorge Marcondes de Souza Vivaldo Moura Neto Juarez Vicente Edwin Elard Garcia Rojas João Vicente Latorraca Suzana Guimarães Leitão Mário Geraldo de Carvalho	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328126	
CAPÍTULO 7	83
RMN DE SÓLIDOS DE ^{13}C COMO TÉCNICA DE PROSPECÇÃO DE DEPÓSITOS BILIARES <i>EX VIVO</i>	
Leandro Bandeira Borré Rosane Aguiar da Silva San Gil Anderson Thiago Vasconcelos Veiga José Alberto Portela Bonapace	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328127	
CAPÍTULO 8	93
ESTUDO DA VIABILIDADE DO APROVEITAMENTO DE REJEITOS LIGNOCELULÓSICOS DA FIAÇÃO DE ALGODÃO COMO ADSORVENTES PARA O TRATAMENTO DE EFLUENTES TÊXTEIS	
Ivonete Oliveira Barcellos Tauana Gebhardt Júlia Cassaniga Feller Jurgen Andreaus	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.2832328128	
SOBRE O ORGANIZADOR	112
ÍNDICE REMISSIVO	113

CAPÍTULO 1

METODOLOGIAS ATIVAS DE APRENDIZAGEM NO ENSINO DA QUÍMICA PARA O NOVO ENSINO MÉDIO

Data de aceite: 22/12/2023

Jemima Gonçalves Pinto da Fonseca

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Rio Preto da Eva – Amazonas

<http://lattes.cnpq.br/6763768795270650>

Mikaely Santos Rodrigues

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Manaus – Amazonas

<http://lattes.cnpq.br/9018468635179911>

Sielane Ribeiro Maciel

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Humaitá – Amazonas

Lucelle Dantas de Araújo

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Autazes – Amazonas

<https://lattes.cnpq.br/1516156967042218>

Valdeque Rosas Stone Filho

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Autazes – Amazonas

Clichenner Rodrigues da Silva

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Autazes – Amazonas

<https://lattes.cnpq.br/9678080154155762>

Elizete Gomes Fonseca Furtunato

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Rio Preto da Eva – Amazonas

Maria Rosenira Nobre da Cunha

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Rio Preto da Eva – Amazonas

Mauro Frank Lima de Lima

Secretaria de Estado de Educação e
Qualidade de Ensino do Amazonas

Manaus – Amazonas

<https://lattes.cnpq.br/5168402348917749>

RESUMO: Com a reforma do Ensino Médio, proposta pela Lei nº 137.415/2017, as metodologias ativas vem ganhando espaço como forma de potencializar o processo de ensino-aprendizagem a partir do estímulo a autonomia e independência dos estudantes. Nesse novo modelo, há o rompimento das técnicas tradicionais de ensino, caracterizada por práticas passivas e com pouca interação, para dar lugar a uma aprendizagem significativa, baseada em uma postura ativa do discente. Dentre as várias práticas pedagógicas utilizadas pela nova abordagem, destaca-se a

aprendizagem baseada em projetos, que se caracteriza pela resolução de uma situação ou problema de forma ativa, estimulando o trabalho em equipe e a autonomia por meio de pesquisas e atividades práticas, sendo estas as responsáveis pelo desenvolvimento e o desempenho do aluno. Partindo dessa premissa, foi desenvolvido nas Escolas Estaduais Maria Emilia Martins Mestrinho de Medeiros Raposo, localizada em Autazes/Amazonas em 2022 e na Escola Raimundo Paz, localizada em Rio Preto da Eva/Amazonas em 2023, um projeto de aulas práticas na área de Ciências da Natureza e suas Tecnologias, integrando as disciplinas de Química e Biologia, a fim de facilitar a aprendizagem dos conteúdos ministrados para o Novo Ensino Médio. Os materiais utilizados foram de baixo custo, contemplando a realidade local do município e de cada escola. Os resultados obtidos demonstraram que a aprendizagem baseada em projetos é uma estratégia pedagógica efetiva mesmo em escolas públicas com menor recurso para aulas práticas, facilitando o entendimento das disciplinas e capacitando os alunos para o ingresso no ensino superior.

PALAVRAS-CHAVE: Novo Ensino Médio; Metodologia ativa, Aprendizagem baseada em projetos; Química; Biologia.

ACTIVE LEARNING METHODOLOGIES IN CHEMISTRY TEACHING FOR NEW HIGH SCHOOL

ABSTRACT: With the reform of high school, proposed by Law No. 137,415/2017, active methodologies have been gaining ground as a way of enhancing the teaching-learning process by encouraging students' autonomy and independence. In this new model, there is a break with traditional teaching techniques, characterized by passive practices and little interaction, to give way to meaningful learning, based on an active stance on the part of the student. Among the various pedagogical practices used by the new approach, project-based learning stands out, which is characterized by actively resolving a situation or problem, encouraging teamwork and autonomy through research and practical activities, being responsible for the student's development and performance. From this premise, it was developed in the State Schools, Maria Emilia Martins Mestrinho de Medeiros Raposo, located in the city of Autazes/Amazonas, in 2022 and Raimundo Paz School, located in Rio Preto da Eva/Amazonas in 2023, a project of practical classes in the area of Natural Sciences and Technologies, integrating the subjects of Chemistry and Biology, in order to facilitate the learning of the contents taught for the New High School. The materials used were low cost, considering the local reality of the city and each school. The results obtained demonstrated that project-based learning is an effective pedagogical strategy even in public schools with fewer resources for practical classes, facilitating the understanding of subjects and enabling students to enter higher education.

KEYWORDS: New high school; Active methodology; Project-based learning; Chemistry; Biology.

1 | INTRODUÇÃO

O marco inicial que regulamentou a gestão democrática nas escolas, promovendo uma reforma educacional, foi a Lei de Diretrizes e Bases da Educação Nacional (LDBEN)

de nº 9394 de dezembro de 1996. Desde sua implementação, vários outros instrumentos educacionais foram elaborados a fim de garantir a equidade de aprendizagem através do ensino dos conteúdos básicos para todos os alunos do território nacional, como a Base Nacional Comum Curricular (BNCC), que definiu o conjunto de aprendizagens essenciais que todos os alunos devem desenvolver ao longo das etapas e modalidades da Educação Básica, integrando disciplinas correlatas (PAIVA et al., 2016).

A Lei nº 13.415/2017 alterou a LDBEN e criou o Novo Ensino Médio (NEM), com uma nova organização curricular, mais flexível, que contempla a BNCC e oferta diferentes possibilidades de escolhas aos estudantes, com foco nas áreas de conhecimento e na formação técnica e profissional. Aliado a esses fatores e com o avanço da tecnologia nos últimos anos, novas abordagens pedagógicas de ensino tem sido adotadas, focando na autonomia do discente e na aprendizagem significativa, como as Metodologias Ativas de Aprendizagem (MA). Em síntese, elas se baseiam mais no desenvolvimento de habilidades do que na simples transmissão de conhecimento (MACEDO et al., 2018).

Dentre as MA, Batista e Cunha (2021) ressaltam que a aprendizagem baseada em problemas, do inglês Project Based Learning (PBL), auxilia os alunos a assimilarem os conteúdos através de um trabalho coletivo de uma temática específica, habilitando-os a investigar, refletir e criar soluções, tendo como o docente o mediador na aprendizagem. Também a aprendizagem baseada em projetos, que possui fundamentos da PBL, tem como característica uma abordagem prática, facilitando a compreensão da natureza da ciência e dos seus conceitos e auxiliando no desenvolvimento do pensamento científico e no diagnóstico de concepções não científicas.

Para alunos portadores de necessidades especiais, as metodologias ativas, incluindo a aprendizagem baseada em projetos, aumenta a plasticidade cerebral ou neuroplasticidade, que é a capacidade das células nervosas de se reconfigurarem ou reorganizarem, estabelecendo novas conexões, como respostas adaptativas a um novo estímulo, em função de novas situações, experiências e contextos de vida apresentados, seja no campo social ou biológico (PAVÃO; PAVÃO, 2021).

Em virtudes dessas premissas, a fim de melhorar a qualidade do ensino de Química e Biologia para as séries do Ensino Médio, auxiliar os alunos a identificar situações ou problemas propondo soluções sustentáveis, promover a educação inclusiva dos alunos com necessidades especiais, estimular o trabalho em equipe, possibilitar a descoberta de novas aptidões e capacitar os alunos para o ingresso no ensino superior, durante os anos letivos de 2022 e 2023, nas Escolas Estaduais, Maria Emília Martins Mestrinho de Medeiros Raposo, no município de Autazes/Amazonas e Escola Raimundo Paz, na cidade de Rio Preto da Eva/Amazonas, foi desenvolvido um projeto para a realização de práticas laboratoriais dos objetos de conhecimento abordados nos planos de ensino das disciplinas de Química e Biologia no Novo Ensino Médio e Educação de Jovens e Adulto-EJA, utilizando os materiais disponíveis nas escolas e nos municípios, contemplando a realidade local de instituições

2 | LOCAL DE TRABALHO

2.1 AUTAZES

Com uma área de 7.652,852 km² e uma população estimada em 41.564 pessoas, segundo censo do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) de 2021, o nome Autazes é derivado da junção dos nomes dos rios Autaz-Açú e Autaz-Mirim que irrigam seu território. O município situa-se entre diversos rios, destacando os rios Preto e Pantaleão, que tem como características principais, as águas escuras e um lago com 20 km² de área (figura 01). O peixe mais cobiçado é o Tucunaré, símbolo da pesca esportiva no Brasil. A etnia indígena local predominante, conhecida desde meados do século XVIII são os Muras, que abriga 14 áreas, localizadas, principalmente, na parte Norte do município, na região do rio Mutuca. Há registros na região de sítios arqueológicos no lago Sampaio, na fazenda Vista Alegre e no igarapé do Japiim. Do ponto de vista econômico, a cidade é famosa pela produção do leite de gado, do queijo coalho, queijo manteiga, iogurtes e o cultivo do cupuaçu e guaraná, além de sediar a maior festa bovina da Amazônia Ocidental, o Festival do Leite (FILHO et al., 2020).



Figura 01: Imagem de satélite do município de Autazes. Coordenadas: 3°36'48"S 59°05'40"W.

Fonte: Google Earth, 2023.

A escola estadual escolhida para o projeto, Maria Emilia Mestrinho de Medeiros Raposo (figura 02), está situada na região urbana do município de Autazes. Abrange as seguintes modalidades: EJA médio, Ensino Médio Regular, NEM, Mediação Tecnológica Médio e Ensino Fundamental. Possui 2521 alunos matriculados e uma infraestrutura com

Laboratório de Ciências com poucas vidrarias e reagentes disponíveis.



Figura 02: Imagem de satélite da escola Maria Emilia em Autazes. Coordenadas: 3°35'01"S
59°07'44"W.

Fonte: Google Earth, 2023.

2.2 RIO PRETO DA EVA

Integrando a região metropolitana de Manaus, distante apenas 85 quilômetros da capital Amazonense, com uma área de 5.815,622 km² e população de 24.936 pessoas, segundo censo realizado em 2022 pelo IBGE, a história da cidade de Rio Preto da Eva está intrinsecamente ligada a Manaus. Sendo um dos municípios mais recentes criados no Amazonas, o nome é oriundo das águas escuras do rio que banha a cidade, desembocando no Paraná da Eva (figura 03). A colônia que foi elevada a município pela segunda vez em 1981 é caracterizada pela produção agrícola, destacando os cultivos de laranja e farinha de mandioca, além da produção de grama. Famosa pelas festividades e pelo turismo, a cidade comemora em fevereiro o carnaval “Eva, me leva”, em 31 de março o aniversário do município e na primeira quinzena de agosto a Festa da Laranja (FILHO et al., 2020).



Figura 03: Imagem de satélite do município de Rio Preto da Eva. Coordenadas: 2°42'05"S 59°42'10"W.

Fonte: Google Earth, 2023.

A escola estadual escolhida para o projeto, Raimundo Paz (figura 04), também está situada na região urbana do município de Rio Preto da Eva. Abrange as modalidades: Ensino Fundamental II (7º- 9º anos), NEM e EJA Médio. Possui 583 alunos matriculados e não tem infraestrutura com Laboratório de Ciências.



Figura 04: Imagem de satélite do município de Rio Preto da Eva. Coordenadas: 2°41'51"S 59°41'59"W.

Fonte: Google Earth, 2023.

3 | METODOLOGIA

Roteiros de aulas práticas foram disponibilizados aos alunos e treinamento para a elaboração de relatório técnico de aula experimental foi dado com base nas normas

da ABNT NBR 10719. Após as aulas experimentais, foi realizado em outubro de 2022 e junho de 2023, uma culminância nas escolas para a apresentação de todos os trabalhos realizados.

Prática 01: Densidade de diferentes substâncias e sua relação com sistemas homogêneos e heterogêneos.

Série: 1^a NEM/ 9º Ciclo EJA. Componente curricular: Química.

Objetos de conhecimento abordados: substâncias puras e misturas, sistemas homogêneos e heterogêneos e densidade de diferentes substâncias.

Material e reagentes: água, etanol, gelo, óleo de cozinha, isopor, corantes naturais (extrato de repolhos roxo e hortelã) utilizando água como solvente por aquecimento, bêckeres, provetas, ovo, NaCl, vela, pó de serra e pregos.

Após cada procedimento, os grupos anotaram e discutiram os resultados observados e responderam as seguintes perguntas: O que concluiu a respeito da densidade dos componentes de cada sistema? Classifique o sistema como mistura homogênea ou heterogênea. Quantas fases foram observadas? Caso tenha formado um sistema heterogêneo, qual a substância é a mais densa? Enumere por ordem crescente a densidade de todos os componentes do sistema. Na escola Maria Emília foi utilizada uma proveta de 50 mL para medição. Na escola Raimundo Paz utilizou-se copos medidores de plástico.

Procedimento A: Foi medido 50 mL de água e adicionado em um erlenmeyer (Maria Emília) ou copo de vidro (Raimundo Paz). Após isso, 50 mL de etanol foi colocado em outro. Acrescentou-se um pedaço de gelo em cada bêcker e os resultados foram observados. No procedimento B, foi adicionado em um bêcker ou copo de vidro 25 mL de água e o corante natural de extrato de hortelã e em seguida acrescentou-se lentamente óleo pelas paredes da vidraria na mesma quantidade.

Por cima do óleo, foi adicionado lentamente 25 mL de etanol. No procedimento C foi acrescentado 50 mL de água, corante, pregos e pó de serra. No procedimento D foi medido 50 mL de água e acrescentado algumas gotas de vela derretida. No procedimento E foi realizado o experimento do ovo na água salgada em um sistema supersaturado e na presença da água pura. No procedimento F foi adicionado 50 mL de água e uma bolinha de isopor.

Prática 02: Determinação de amido nos alimentos

Série: 3^a NEM/ 11º Ciclo EJA. Componentes curriculares: Química e Biologia

Objetos de conhecimento abordado: Biomoléculas, prevenção da diabetes. Na escola Maria Emilia foram utilizados placas de Petri e vidros de relógio e na escola Raimundo Paz utilizou-se copinhos de plástico de cafezinho para o procedimento. No lugar da pipeta Pasteur, na escola Raimundo Paz foi utilizado conta gotas previamente lavado e seco.

Nesse experimento, foi realizado um teste qualitativo para a determinação da presença de amido em alimentos, pela reação da substância com o iodo. Cada grupo

separou uma amostra dos seguintes alimentos: bolacha de água e sal, sal, arroz, maçã, rodelas de batata, alface, farinha de mandioca, ovo cozido e rodelas de tomate. Cada amostra foi colocada em um vidro de relógio ou placa Petri e com auxílio de uma pipeta Pasteur, gotas de iodo em solução a 5% foram adicionados. Os resultados foram observados e anotados para posterior apresentação e elaboração do relatório.

Prática 03: Bioplástico de batata

Série: 3^a NEM/ 11º Ciclo EJA. Componentes curriculares: Química e Biologia

Objetos de conhecimento abordado: polímeros, bioplásticos, sustentabilidade. Utilizando materiais como panelas, fogareiro, glicerina líquida, vinagre e rodelas de batatas, foi produzido um bioplástico vegetal biodegradável pelo aquecimento do amido dissolvido em água, com a presença de glicerina líquida e o vinagre.

Prática 04: Determinação de acidez da água da chuva dos municípios de Autazes e Rio Preto da Eva.

Série: 1^a NEM/ 9º Ciclo EJA.

Foram coletadas amostras de água da chuva utilizando recipientes de plástico previamente lavados e secos, dos seguintes bairros do município de Autazes: Mutirão, Jair Tupinambá, Centro, Waldomiro Sampaio e Cidade Nova nos meses de março e abril de 2022.

Na cidade de Rio Preto da Eva, a coleta foi realizada nos bairros: Centro, Morada do Sol, Ramal Baixo Rio e Carlos Braga nos meses de março e abril de 2023. Para a preparação do extrato, três folhas de repolho roxo foram batidas em liquidificador com 250 mL de água mineral. O suco foi coado para a retirada do bagaço e o extrato foi acondicionado em local refrigerado para uso. Os tubos de ensaio de vidro (escola Maria Emília) e de plástico (escola Raimundo Paz) previamente lavados e secos, foram enumerados para a construção da escala de pH padrão. Utilizando uma pipeta Pasteur (Maria Emília) e contas gotas previamente lavado (Raimundo Paz), transferiu-se 2 medidas cheias das seguintes substâncias em cada tubo, na respectiva ordem: soda cáustica, água sanitária, sabão em pó, bicarbonato de sódio, sal amoníaco, solução de açúcar, leite, detergente, vinagre e suco de limão natural concentrado. Em cada tubo, foi adicionado cerca 1 medida cheia de suco de repolho roxo e observada e anotada as mudanças de coloração. Essa escala padrão foi comparada com a literatura, para os alunos verificarem que estavam fazendo os procedimentos corretos. Em seguida, os alunos pipetaram a mesma quantidade (2 medidas cheias) de água da chuva nos tubos limpos, em triplicatas para cada bairro e adicionaram o extrato de repolho roxo. Após constatarem a mudança de cor, as amostras de água coletadas foram comparadas com a escala padrão que cada grupo construiu e foi atribuído um valor aproximado de pH para cada amostra analisada.

4 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na prática 01, os alunos observaram em uma situação real a diferença entre sistemas homogêneos e heterogêneos. O conceito de densidade, antes restrito apenas a aplicação da equação $d = m/v$, ficou claro a partir da observação de líquidos imiscíveis e da adição de diferentes substâncias em um mesmo sistema (figura 05), bem como no experimento do ovo que “flutua na água salgada”, com o aumento da densidade da água pela adição do cloreto de sódio.



Figura 05: Fotos da aula prática 01. (A) Raimundo Paz com alunos do EJA, (B) e (C) Maria Emília com alunos do NEM.

Fonte: Elaborada pelos autores.

Na prática 02, na escola Maria Emília, as amostras de arroz, bolacha de água e sal, batata, farinha de mandioca e goma de tapioca apresentaram uma coloração azul-arroxeado intensa, indicando a formação de um complexo com o iodo. Na escola Raimundo Paz, também foi observado na granola, flocão, aveia e algumas frutas como na banana e maçã (figura 06).



Figura 06: Fotos da aula prática 02. (A) e (B) Maria Emília com alunos do NEM no laboratório de ciências da escola, (C) e (D) Raimundo Paz com alunos do EJA na I Mostra de Ciências – culminância da escola.

Fonte: Elaborada pelos autores.

O amido é um polissacarídeo produzido em grande quantidade nos vegetais, e é constituído por dois outros polissacarídeos estruturalmente diferentes: amilose e amilopectina, moléculas de alto peso molecular. O complexo de coloração azul intensa é resultado da oclusão (aprisionamento) do iodo nas cadeias lineares da amilose, enquanto que na amilopectina por não apresentar estrutura helicoidal, devido à presença das ramificações, possui uma menor interação com o iodo, e a coloração menos intensa (LOUREIRO et al., 2019). Nessa aula, também foi abordado sobre a diabetes, os tipos, as causas e formas de prevenção. Os alunos observaram que a alimentação é muito importante na prevenção de doenças e como a ingestão de alimentos ricos em amido, que pela ação de enzimas forma glicose no organismo, contribui para o aumento da hiperglicemia em pacientes diabéticos.

Na prática 03, foi obtido um bioplástico proveniente da batata pela reação do amido (polímero da glicose) com a água em aquecimento, que juntamente com o vinagre auxilia na quebra das ramificações da amilopectina, o que torna mais difícil a interação de suas moléculas. Essa quebra possibilita a formação de amilose – moléculas lineares, que possibilitam melhor obtenção do bioplástico (LAROTONDA, 2002). A adição da glicerina torna o plástico mais flexível, servindo como uma espécie de lubrificante entre as grandes moléculas. Dentro dessa prática, também foi abordado a diferença entre o plástico proveniente do petróleo e os plásticos de origem vegetal, sobretudo em relação ao tempo de decomposição na natureza, o que fez os alunos refletirem na importância da fabricação de produtos ambientalmente sustentáveis.

Na prática 04 Foram analisadas cerca de 60 amostras de água da chuva do município de Autazes e 20 amostras no município de Rio Preto da Eva.

Todas as amostras analisadas apresentaram a mesma coloração. Com base na escala apresentada na literatura (figuras 07 e 08) utilizada como referência para o estudo, os alunos verificaram que as amostras de água apresentaram uma coloração roxa mais clara, parecida com lilás, muito similar a coloração da solução de açúcar, que possui o pH bem próximo do neutro, variando entre 5,5 a 6,5, isso porque a sacarose quando dissolvida em água não é capaz de alterar a quantidade de íons H^+ e OH^- de uma solução. Dessa forma puderam observar que tanto no município de Autazes quanto no de Rio Preto da Eva, provavelmente a leve acidez da água da chuva é proveniente de processos biogeoquímicos naturais e não de ações antrópicas (figuras 09 e 10).



Figura 07: Escala de pH do indicador ácido-base repolho roxo.

FONTE: Saber atualizado, 2022.

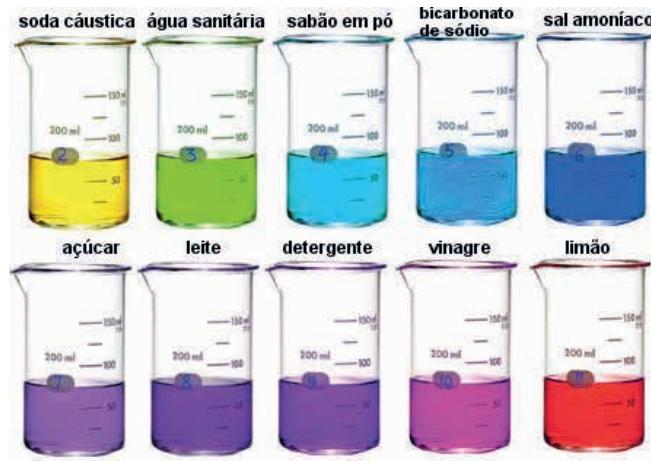


Figura 08: Escala de pH do indicador ácido-base repolho roxo

FONTE: Manual da Química, 2022.



Figura 09: Fotos da aula prática 04. (A) e (B) Maria Emilia com alunos do NEM no laboratório de ciências da escola.

Fonte: Elaborada pelos autores..

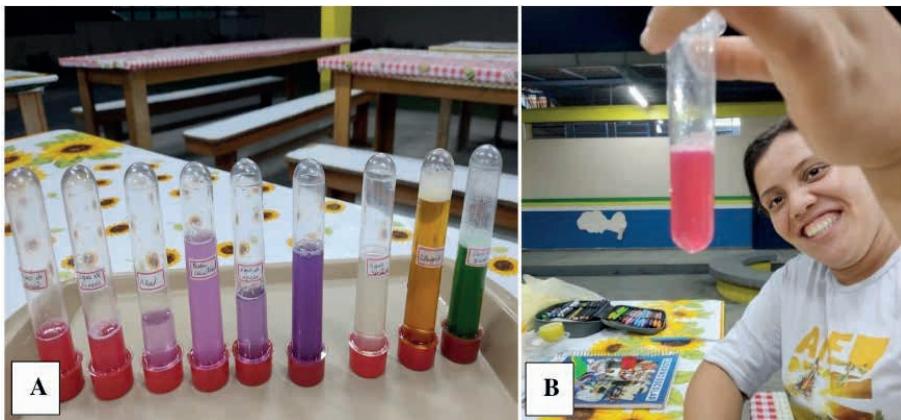


Figura 10: Fotos da aula prática 04. (A) e (B) Escola Raimundo Paz, experimento com alunos do EJA juntamente com aluna com deficiência auditiva.

Fonte: Elaborada pelos autores.

5 | CONSIDERAÇÕES FINAIS

As metodologias ativas, sobretudo as embasadas na aprendizagem por projetos, auxiliam os alunos a desenvolver uma mente científica, autônoma, voltada a pesquisa, a resolução de problemas e a reflexão sobre temáticas pertinentes, como a sustentabilidade e o desenvolvimento de produtos e processos menos impactantes.

Embora as escolas públicas, em sua maioria, possuam recursos e estruturas limitadas para a realização de aulas práticas, há a possibilidade de realização de experimentos utilizando materiais alternativos, de acordo com os recursos locais disponíveis.

As metodologias baseadas na aprendizagem por projetos auxiliam os alunos com necessidades educativas especiais a terem domínio do conteúdo abordado, garantindo a

inclusão, diminuindo o abismo da segregação e do preconceito nas escolas.

REFERÊNCIAS

BATISTA, L.M., DA CUNHA, V.M.P. (2021). O uso das metodologias ativas para melhoria nas práticas de ensino e aprendizagem. **Revista Docent Discunt** 02(01), 60-70. <https://doi.org/10.19141/docentdiscunt.v2.n1.p> 60-70.

FILHO, B.T.; PAIVA, E do N.; PINTO, R.P.; FONSECA, J.V.F.; LEMOS, M.; MONTEIRO, A.M.; SILVA, L.P.; MAROTE, M. **Amazonas Educativo**

FONARO, A. Águas de chuva: conceitos e breve histórico. Há chuva ácida no Brasil? **Revista USP**, São Paulo, , n.70, p. 78-87, junho/agosto 2006.

GOOGLE EARTH PRO. U.S. NGA, GEBCO. Imagens Landsat/Copernicus [2022] Disponível em <https://www.google.com.br/earth/about/versions/>. Acesso em 08 nov. 2023.

IBGE – INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA . Censo Brasileiro de 2022. Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/cidades-e-estados/am/autazes.html>. Acesso em: 08 nov. 2023.

LAROTONDA, F.D.S. “**Desenvolvimento de biofilmes a partir da fécula de mandioca**”. 2002. 77f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2002.

LOPEZ, S.; ROSSO, S. **Ciências da Natureza**. 1 ed. São Paulo: Moderna, 2020.

LOUREIRO, A.C., SÁ, G.K.S., NOGUEIRA, M.D., COMAPA, S.S., SANTOS, M.B., PEREIRA, M.M., SOUZA, L.Q.A. (2019). Estudo em alimentos cotidianos: Pesquisa de polissacarídeos através da reação com iodo. **Brazilian Journal of Development**, 5(11), 24243-24253. <http://doi.org/10.34117/bjdv5n11-111>.

MACEDO, K.D.da S., ACOSTA, B.S., SILVA, E.B., SOUZA, N.S., BECK, C.L.C., DA SILVA, K.K.D. (2018). Metodologias ativas de aprendizagem: caminhos possíveis para inovação no ensino em saúde. **Escola Anna Nery** 22(3), 05-09.

<http://doi.org/10.1590/2177-9465-ean-2017-0435>.

MANUAL DA QUÍMICA. São Paulo [2022]. Disponível em <https://www.manualdaquimica.com/experimentos-quimica/indicador-acido-base-com-repolho-roxo.htm>. Acesso em 31 jun. 2022.

PAIVA, M.R.F., PARENTE, J. R. F., BRANDÃO, I. R., QUEIROZ, A.H.B. (2016). Metodologias ativas de ensino-aprendizagem: revisão integrativa. **Revista Sanare**, 15(2), 145-153.

PAVÃO, A.C.O.; PAVÃO, S. M de O. (Orgs.). **Metodologias Ativas na Educação Especial/Inclusiva**. Santa Maria, RS: FACOS-UFSM, 2021. ISBN: 978-65-5773-028-7.

SABER ATUALIZADO. Belo Horizonte [2022]. Disponível e https://www.saberatualizado.com.br/p/blog-page_22.html. Acesso em 31 jun. 2022.

SILVA, J. D. Da.; SILVA, A. S. S.; PACHECO, R. V. A.; BORGES, E. C. L. Estudo da eficácia do extrato de repolho roxo como indicador ácido-base. **Enciclopédia Biosfera**, Goiânia, n. 07,2009.

TEIXEIRA, C.A.M. **O tema da chuva ácida como estratégia para o ensino de ácidos e bases**. 2016. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciado em Química), Instituto de Química, Universidade Federal de Brasília, Distrito Federal, 2016.

CAPÍTULO 2

TABELA PERIÓDICA OLÍMPICA: UMA FERRAMENTA INTERDISCIPLINAR

Data de aceite: 22/12/2023

Queli Aparecida Rodrigues de Almeida

IFRJ - Doutora em Química – Professora do IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Luiz Diego Silva Rocha

UFRJ – Doutor em Química – Professor do consórcio CEDERJ

Bruna Leite da Silva

IFRJ – Licenciada em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Caio Marlon da Silva de Almeida

IFRJ – Licenciado em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Caroline Oliveira de Souza

IFRJ – Licenciada em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Keven Pimentel Delgiudice Gomes

IFRJ – Licenciado em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Marvin Massal Soares

IFRJ – Licenciado em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Rebecca da Silva Costa

IFRJ – Licenciada em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

Ygor Velloso Tavares

IFRJ – Licenciado em Química IFRJ – *Campus Duque de Caxias*

RESUMO: A Tabela Periódica é de extrema importância para o Ensino de Química, sendo uma poderosa ferramenta que disponibiliza uma extensa gama de informações, sendo ensinada majoritariamente de forma teórica em grande parte das escolas dos Ensinos Fundamental e Médio. Neste trabalho foi desenvolvida uma Tabela Periódica temática, fazendo alusão de alguns elementos químicos inseridos na prática dos esportes que estiveram presentes na Olimpíada de Tóquio. Cento de cinquenta alunos participaram de uma explanação expositiva sobre a Tabela Periódica Olímpica e 82 destes responderam a um questionário autoral, que possibilitou avaliar a eficiência e eficácia da Tabela gerada, e o tipo de interação de alunos dotados de perfis diversos com o produto. Os resultados demonstram que a maioria dos alunos estavam inclinados a aprender o que era até então desconhecido, o que favorece o ensino de antemão. Chamou a atenção dos alunos o ineditismo da Tabela, assim

como os conteúdos relacionados, muito mais que a arte envolvida; mesmo de discentes que já eram envolvidos com algum esporte. O questionário também possibilitou concluir que mesmo em um momento diminuto de conhecimento é possível angariar saberes em esferas outrora inimagináveis: melhora na qualidade de vida alimentícia; aumento da criticidade e possivelmente a pesquisa no decorrer de outras atividades, como assistir aos Jogos Olímpicos e quaisquer outros eventos corriqueiramente cotidianos. O presente trabalho disseminou a Química como ciência inserida no contexto real da vida cotidiana dos alunos, respeitando suas vivências e peculiaridade sociocultural de cada um. Este trabalho procura estimular os professores para que prossigam buscando alternativas de êxito educacional, desde atualizações em formação continuada, até estratégias pedagógico-científicas, como se enquadra o presente projeto.

PALAVRAS-CHAVE: Ensino de Química, Interdisciplinaridade, Tabela Periódica Olímpica

INTRODUÇÃO

A Química é uma disciplina inserida obrigatoriamente nos programas curriculares do Ensino Fundamental a partir do 9º ano e no Ensino Médio. A aprendizagem do seu conteúdo programático é de fundamental importância, pois proporciona aos alunos a compreensão das transformações químicas que ocorrem no mundo de forma ampla, possibilitando a tomada de decisões e a interação com o mundo enquanto indivíduo e cidadão (MACEDO et al., 2010). Independente ao nível de ensino é recorrente a dificuldade de um grande contingente dos discentes em assimilar conceitos químicos, por simplesmente não perceberem a significância do que estão estudando, como também não vislumbrarem qualquer associação com suas atividades; não justificando a necessidade de estudo (MIRANDA, COSTA, 2007).

A Tabela Periódica é o alicerce do Ensino de Química, que tange o seu conhecimento pedagógico e científico. Esta poderosa ferramenta disponibiliza uma gama tão rica de informações, que é considerada a enciclopédia mais concisa já formulada pelo ser humano (LIMA, BARBOSA, FILGUEIRAS, 2019), sendo ensinada majoritariamente de forma teórica em grande parte das escolas dos Ensinos Fundamental e Médio. A forma de abordagem e a teoria estudada é algo tão complexo e desconexo da realidade dos educandos, que eles apenas a memorizam forçadamente (TRASSI e COLS, 2001).

A inovação metodológica no Ensino de Química é atrativa, pois além de afirmar o conhecimento teórico, aproxima o aluno ao seu cotidiano, o que muitas vezes é negligenciado. Além de tornar a Química menos abstrata, atividades com esta tônica possuem caráter construtivista, aguçando a criticidade no aluno e o tornando ativo no processo ensino-aprendizagem (ROSA, SILVA e GALVAN, 2013). Quando o aluno se sente valorizado ao construir seu próprio desenvolvimento educacional, sua capacidade cognitiva aumenta significativamente, e o êxito pedagógico se torna muito mais propenso a ocorrer; cabendo ao professor mediar as melhores estratégias que serão adotas visando esta

finalidade (GIORDAN, 1999).

JUSTIFICATIVA

Os alunos trazem consigo um pensamento estigmatizado a respeito da química, disseminando a ideia de que a mesma é de difícil assimilação, sendo atribuído seu entendimento apenas para mentes brilhantes e indivíduos muito inteligentes. É papel do docente, a extinção deste paradigma, cativando e melhorando as autoestimas de seus alunos, além de ministrar os conceitos químicos alinhados a seus cotidianos (CLEMENTINA, 2011).

A atuação do professor deve se pautar nos anseios de seus alunos. Como o docente se depara com variados perfis em sala de aula, é interessante que haja adequação dos modos de abordagem dos temas. Em outras palavras, é preciso que a eloquência que naturalmente é inerente ao professor vá de encontro ao tipo de audiência que o profissional tem nas mãos; em termos de linguagem e expressividade. É possível falar de Química agradavelmente, independente da peculiaridade dos alunos (SOUZA, SANTOS e JÚNIOR, 2011).

Há uma premissa de que alunos com o perfil esportista muito dificilmente terão interesse em canalizar atenções para uma aula tradicional de Química, devido a diversos fatores, tais como a inquietude que o dinamismo esportivo trás consigo e pela distância entre conteúdo e realidade. Este panorama reflete-se também na literatura, onde relatos associando a ciência ao esporte, principalmente no âmbito do Ensino de Química, sempre foram diminutos.

Como a Tabela Periódica contém informações de suma importância que subsidiam inúmeros temas subsequentes, se faz necessário utilizar seu potencial como base de fundamentação teórica aliada ao universo dos esportes olímpicos.

OBJETIVO

Desenvolver uma Tabela Periódica temática, fazendo alusão de alguns elementos químicos inseridos na prática dos esportes que estiveram presentes na Olimpíada de Tóquio, em 2020/2021, bioquimicamente e ambientalmente, a fim de abrir precedentes para sua utilização interdisciplinar, aumentando a acessibilidade da Química para alunos praticantes de atividades esportivas e aos apreciadores que possuem contato remoto com os esportes via mídias jornalísticas.

METODOLOGIA

Com o intuito de associar os elementos químicos com todos os esportes olímpicos

atuais (contemplados nas Olimpíadas de Tóquio – 2020/2021), a pesquisa na literatura foi encaminhada para duas frentes: inserção do elemento no ambiente de determinada prática esportiva ou em termos nutricionais e bioquímicos, onde uma dieta rica naquele elemento propiciaria aos praticantes da atividade desportiva em questão, um ganho natural de desempenho e/ou prevenção de lesões.

Após a confecção da Tabela Periódica Olímpica, a mesma seguiu para a participação na VI SEMAC (Semana de Arte e Cultura), ocorrida no Campus Duque de Caxias do IFRJ em 2019. No referido evento, houve apresentação da Tabela para alunos locais e de outras Instituições de Ensino públicas do Município de Duque de Caxias – RJ. Um contingente de 150 alunos, com faixa etária compreendida entre 14 e 25 anos, participou interativamente e em pequenos grupos de uma explicação expositiva sobre a Tabela Periódica Olímpica; onde 82 destes responderam a um questionário elaborado pelos autores, que possibilitou avaliar a eficiência e eficácia da Tabela gerada, e o tipo de interação de alunos dotados de perfis diversos com o produto.

O questionário múltipla escolha foi escolhido por delimitar apenas respostas fechadas, favorecendo o tratamento estatístico dos dados e a análise qualitativa dos parâmetros avaliados, que serão discutidos a seguir. De acordo com Portela (2004, p. 2) esse um tipo de pesquisa que “não se preocupa com representatividade numérica, mas, sim, com o aprofundamento da compreensão de um grupo social, de uma organização, etc”.

O questionário foi contemplado com as seguintes perguntas e respectivas respostas:

1) Na exposição “A química no esporte”, o que te fez ir até a apresentação da Tabela Periódica Olímpica?

- a) Conhecer a Tabela
- b) Saber sobre algum elemento
- c) Saber sobre esportes
- d) Curiosidade geral

2) A apresentação da Tabela foi interessante?

- a) Sim
- b) Não
- c) Um pouco

3) O que você viu que não conhecia?

- a) Algum elemento
- b) Algum esporte
- c) Ambos

4) Você já sabia o que foi exposto sobre o esporte que mais gosta?

- a) Sim
- b) Não

5) O que mais te surpreendeu?

- a) Associações entre química e elementos que você não imaginava
- b) A confecção da Tabela e seu tamanho
- c) Os desenhos

6) Você gostaria que as aulas de Química tivessem mais proximidade com o seu cotidiano?

- a) Sim
- b) Não

7) O que mais vai ficar na sua memória após assistir a apresentação?

- a) Que a Química está em tudo
- b) A bioquímica nutricional que existe por trás de cada esporte
- c) A composição química das coisas que compõe o ambiente esportivo

8) O que essa apresentação irá ajudar na sua vida?

- a) Me alimentar melhor para um benefício esportivo e qualidade de vida em geral
- b) Assistir as Olimpíadas com outros olhos, sempre pensando em Química
- c) Tentar aprender Química em outras situações do cotidiano
- d) Todas as anteriores

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Ao se deparar com a Tabela, seria importante o aluno associar o elemento químico com seu esporte correspondente instintivamente. Para isso, foram criados desenhos onde a sigla do elemento estivesse inserida no contexto do esporte, utilizando como base os pictogramas (desenhos representativos) oficiais de todos os esportes das Olimpíadas Tóquio-2020 (COB, 2019). Os elementos impossibilitados de serem associados esportivamente foram disponibilizados na Tabela com os anéis olímpicos para padronização da arte. A disposição dos esportes com os seus respectivos elementos na Tabela, assim como cores classificatórias; respeitaram a tradicional organização estrutural da Tabela Periódica. Atendendo a necessidade do evento para o qual foi destinada em termos de espaço físico, a Tabela foi impressa no formato de banner com dimensões de 3 metros de largura (Figura 1). Vale ressaltar que o tamanho está diretamente relacionado ao impacto para com os alunos. Contudo, é possível utilizar a Tabela Periódica Olímpica em medidas variadas, a critério do docente que irá aplica-la, respeitando sempre a observação dos

detalhes que implicou na sua confecção. Os alunos participantes do questionário ganharam uma versão de bolso da Tabela como recordação.

A originalidade da ideia resultou em associações de macro e micronutrientes (K, Ca, Mo, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, B, Si, P, I) com karatê, basquete, badminton, atletismo, judô, hipismo, tênis, handebol, taekwondo, boxe, vôlei, rúgbi e luta livre respectivamente, trazendo por Au, Ag e Sn, presentes na confecção das medalhas; e H, Li, Be, Na, Mg, Ti, Fe, Co, W, Pb, Sb, Br, Ar, Se, Cl, F, O, N, S, C inseridos, na ordem que segue, no ambiente das práticas esportivas de canoagem, ciclismo, tiro esportivo, maratona aquática, escalada, esgrima, golfe, skate, halterofilismo, basebol, surf, salto ornamental, hóquei sobre grama, polo aquático, natação, nado artístico, futebol, remo e tiro com arco. A inclusão também se faz presente neste trabalho através das próteses de Pt, que auxiliam deficientes físicos nos esportes e os fazem ter uma melhor qualidade de vida (MCARDLE et al., 2003). A figura 2 evidencia exemplos da configuração da arte final de alguns “elementos esportivos” com maior detalhamento.



Figura 1: Tabela confeccionada em formato de banner e apresentada pelos integrantes do PIBID

Fonte: Os autores



Figura 2: Elementos químicos associados a esportes olímpicos

Fonte: Os autores

A análise das respostas contidas no questionário possibilitou avaliar parâmetros importantes, como a expectativa prévia dos alunos, suas percepções sobre a Tabela e a

contribuição que a ferramenta produziu na vida pessoal e acadêmica dos discentes após o contato com a mesma no evento.

Na primeira pergunta, foi avaliada a motivação dos alunos para conhecerem a Tabela Periódica Olímpica, que se encontrava em uma sala que continha temas expositivos sobre a Química no esporte. A figura 3 evidencia que a maioria dos alunos não possuía interesse antecipado em algum elemento químico ou esporte específico. O indicativo provável é que a curiosidade geral tem explicação principal sobre a inovação do trabalho, o que pode ser um importante ponto de partida para aguçar o interesse dos alunos a desbravarem o desconhecido.

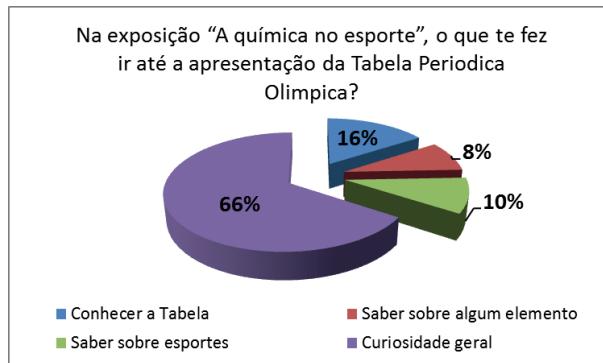


Figura 3: Gráfico percentual com as respostas da primeira pergunta do questionário

Fonte: os autores

O conjunto das perguntas 2 a 5, revelam a percepção dos alunos com relação à Tabela observada. A figura 4 relata que a grande maioria gostou do que presenciou. A heterogeneidade na bagagem de vida dos alunos foi comprovada, com um percentual similar de alunos definindo que não conheciam todos os elementos químicos nem todos os esportes olímpicos, incluindo aqueles que já gostavam de algum e consequentemente, se inteiravam mais sobre ele.

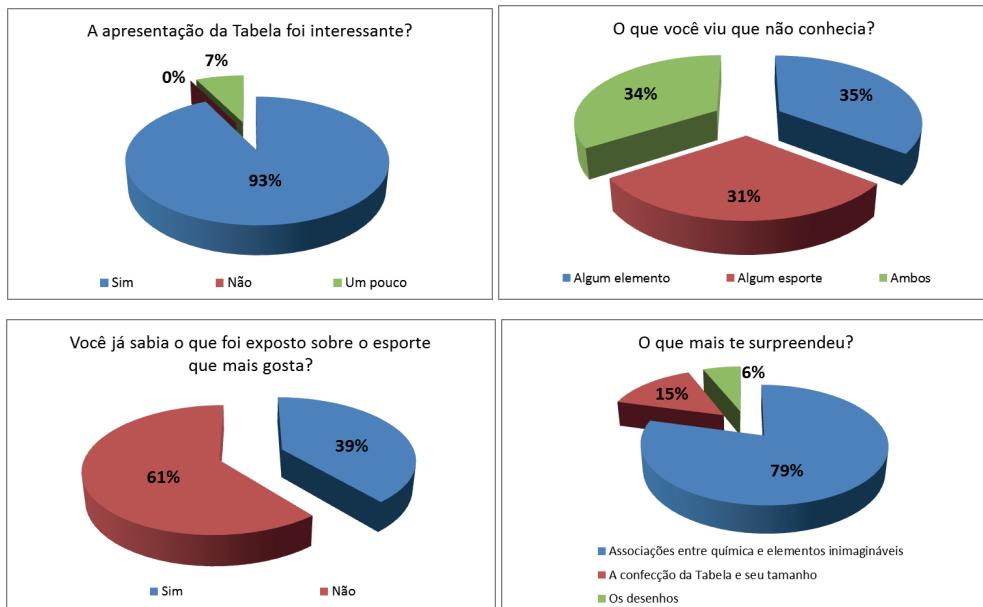


Figura 4: Gráficos percentuais com as respostas da segunda a quinta pergunta do questionário

Fonte: os autores

As características de cada aluno devem ser consideradas pelo professor ao ministrar qualquer conteúdo de uma disciplina. Mesmo sendo acordado de que o conhecimento deve ser agregador e chegar totalitariamente a todos, é senso comum que a individualização na abordagem do ensino aproxima professores e alunos. Afetividade e confiança mútuos são aliados psicológicos extremamente favoráveis ao processo ensino-aprendizagem.

Esse desafio, em meio às dificuldades impostas pelo sistema educacional, é recompensador quando o resultado é satisfatório no sentido de cativar os alunos e fazer com que estes busquem conhecimento progressivamente a medida os interesses são acrescidos. Neste contexto, o professor deve estimular os alunos a transgredirem suas zonas de conforto. É possível perceber que este objetivo foi alcançado nas respostas da pergunta 6, que norteiam a fixação dos alunos para o conteúdo da Tabela, na associação entre Química e desportos. O *design* geral, que também poderia despertar interesse, ficou claramente em segundo plano; fomentando que, os desempenhos pedagógicos e educacionais foram protagonistas.

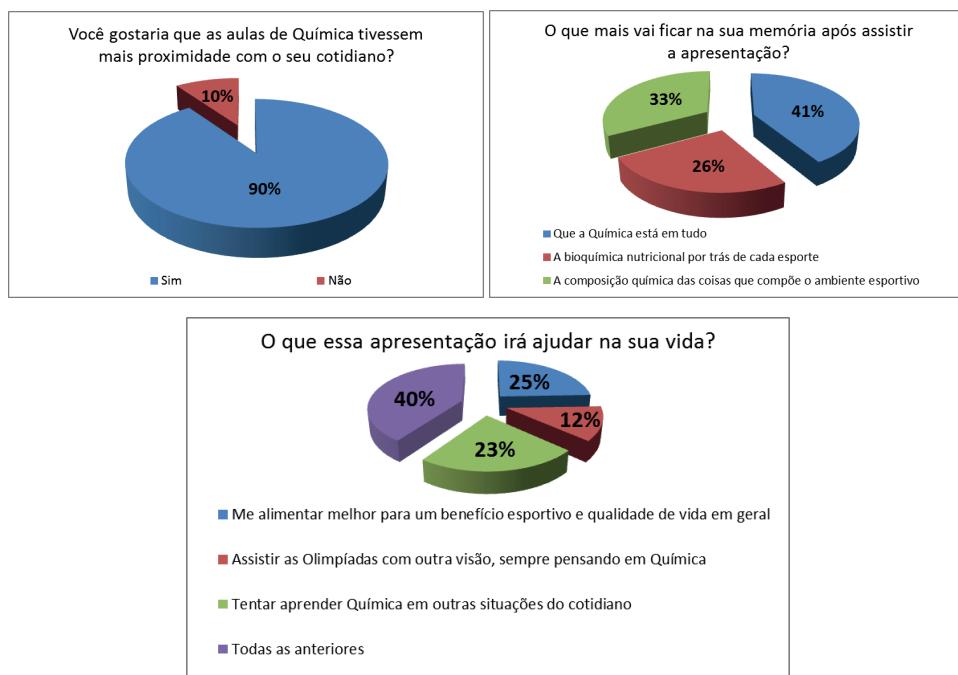
O trabalho de um educador, independente do segmento para o qual exerce sua docência, pode ser comparado ao de um agricultor: ambos plantam sementes, aguardam germinar e colhem seus respectivos frutos. A semente do professor são as aulas; enquanto as germinações e os frutos são relativos ao desenvolvimento do futuro discente. Quando o professor consegue ensinar o proposto conteúdo programático com um aprendizado efetivo e, em adendo, promove aguçar no aluno o hábito no gosto pelo estudo; é passível

a interpretação de que o pleno êxito foi obtido.

As perguntas descritas na figura 5 se propõem em relacionar a forma com que os alunos saíram da experiência com a Tabela Periódica Olímpica e como este momento de aprendizado impactará na vida pessoal e acadêmica deles.

A ambição dos alunos em atrelar conhecimento com suas práticas diárias é notória, salientando que existe predisposição em aprender. Mesmo com grupos significativos canalizando atenções mediante interesses pessoais, o que é absolutamente natural, a maioria decidiu responder na sétima pergunta com o pressuposto da ciência relatada neste capítulo: “A Química está em tudo”. Essa consciência é fundamentalmente importante no entendimento da Química.

A oitava e última pergunta do questionário permite uma avaliação visionária que transcende os limites de uma sala de aula e sobressai o fato de que lecionar forma cidadãos. Esse processo, quando executado com maestria e com cada um fazendo a sua parte; é benéfico a todos os participantes. A maioria dos alunos entendeu que mesmo um momento diminuto de conhecimento poderia acarretar ganhos em esferas outrora inimagináveis: melhora na qualidade de vida alimentícia; aumento da criticidade e possivelmente a pesquisa no decorrer de outras atividades, como assistir aos Jogos Olímpicos e quaisquer outros eventos corriqueiramente cotidianos.



CONCLUSÕES

O trabalho contribuiu para que alunos e até mesmos os docentes envolvidos com o mesmo pudessem atribuir associações incomuns e surpreendentes, sedimentando e ampliando o conhecimento da comunidade acadêmica em geral acerca do tema.

A originalidade na confecção da Tabela Periódica Olímpica forneceu confiança para os autores do trabalho a utilizarem, sendo executado este passo satisfatoriamente. O produto gerado, a Tabela Periódica Olímpica, possibilita a aplicação em uma gama extensa de disciplinas e temas didáticos, onde a interdisciplinaridade se faz presente e torna a aprendizagem agregadora entre diversas ciências e o cotidiano, criando um mundo de novas possibilidades de lecionar para o professor e cognitiva para qualquer aluno.

A aplicação desta Tabela ocorreu em momento oportuno, aproveitando o Ano Internacional da Tabela Periódica (2019), comemorado no ano vigente e as Olimpíadas de Tóquio no ano subsequente. O questionário se mostrou, primeiramente, um facilitador para um entendimento de como o aluno antevê a relação entre química e esporte, considerando muitas vezes seus ricos conhecimentos prévios, porém ávidas expectativas. Transcorrendo a pesquisa de opinião, os questionamentos propostos delinearam os pesquisadores a observar como a experiência foi desenvolvida com os alunos mediante o olhar discente. É digno de nota mencionar o prazer e a satisfação produzida aos alunos no contato com a exposição participativa com a Tabela, além de realçarem o ineditismo do trabalho como um todo, com destaque para o intuito principal do trabalho, que era a interdisciplinaridade conteudista. A fase derradeira do questionário evidenciou que a Tabela Periódica Olímpica cativou e germinou o interesse pela aplicação da Química no cotidiano através da perspicácia das múltiplas relacionalidades da ciência e beneficiando até mesmo a alimentação de alunos voluntariamente.

O presente trabalho disseminou a Química como ciência inserida no contexto real da vida cotidiana dos alunos, respeitando suas vivências e peculiaridade sociocultural de cada um; os tirando das suas zonas de conforto com uma abordagem diferente, contudo indo de encontro a um tema popular, que pudesse satisfazer mais facilmente. Portanto, é possível que os professores prossigam buscando alternativas de êxito educacional, desde atualizações em formação continuada, até estratégias pedagógico-científicas, como se enquadra este trabalho. Este foco objetiva o progresso e desenvolvimento plenos de todos os envolvidos no processo ensino-aprendizagem, visando qualificar cada vez mais o Ensino de Química em todo o território nacional.

REFERÊNCIAS

CLEMENTINA, Carla Marli. A Importância do ensino de química no cotidiano dos alunos do Colégio Estadual São Carlos do Ivaí de São Carlos do Ivaí – PR. Monografia (Licenciatura em Química no Programa Especial de Formações de Docentes) – Faculdade Integrada da Grande Fortaleza – FGF, São Carlos do Ivaí-PR, 2011.

COB. Pictogramas Oficiais dos Jogos Olímpicos de Tóquio-2020. Comitê Olímpico do Brasil, Rio de Janeiro, 2019.

GIORDAN, M. O Papel da Experimentação no Ensino de Ciências. *Química Nova na Escola*, n.10, 1999.

LIMA, G.M.; BARBOSA, L.C.A.; FILGUEIRAS, C.A.L. Origens e consequências da Tabela Periódica, a mais concisa enciclopédia criada pelo ser humano. *Química Nova*, 42, 10, 1125-1145, 2019.

MACÉDO, G. M. E; OLIVEIRA, M. P; SILVA, A.L; LIMA, R. M. A utilização do laboratório no ensino de química: facilitador do ensino – aprendizagem na escola estadual professor Edgar Tito em Teresina, Piauí. 2010.

MCARDLE, W. D; KATCH, F. LKATCH, V. L. *Fisiologia do exercício: energia, nutrição e desempenho humano*. 5 Ed. Guanabara koogan. 2003.

MIRANDA, D. G. P; COSTA, N. S. *Professor de Química: Formação, competências/habilidades e posturas*. 2007.

PORTELA, Gílrene Lima. Abordagens teórico-metodológicas: Pesquisa quantitativa ou qualitativa? Eis a questão. Projeto de Pesquisa no ensino de Letras para o Curso de Formação de Professores da UEFS.

ROSA, M. F. da; SILVA, P. S. da; GALVAN, F. de B. Ciência Forense no Ensino de Química por Meio da Experimentação. *Química Nova na Escola*, n. 0, p. 1-9. São Paulo, 2013.

SOUZA, G. P. V. de A.; SANTOS, E. A. dos; JÚNIOR, A. A. de S. *Química para o Ensino de Ciências*. Natal - RN: EDUFRN (Editora da UFRN), 2º ed, 2011.

TRASSI, R.C.M.; CASTELLANI, A.M.; GONÇALVES, J.E. e TOLEDO, E.A. Tabela periódica interativa: um estímulo à compreensão. *Acta Scientiarum*, v. 23, n. 6, p. 1335-1339, 2001.

CHEMISTRY EDUCATION IN PORTUGAL: THE EMERGING PICTURE FROM THE PAPERS PUBLISHED IN THE JOURNAL OF CHEMICAL EDUCATION

Data de aceite: 22/12/2023

Célia M. C. Faustino

iMed.ULisboa – Research Institute
for Medicines, Faculty of Pharmacy,
Universidade de Lisboa, Av. Prof. Gama
Pinto 1649-003 Lisbon, Portugal

Isabel A. C. Ribeiro

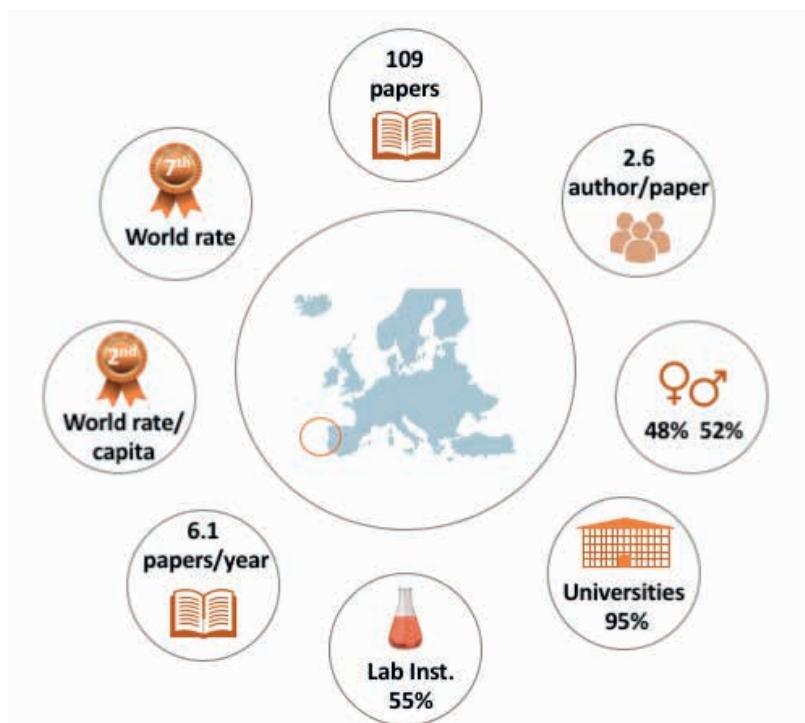
iMed.ULisboa – Research Institute
for Medicines, Faculty of Pharmacy,
Universidade de Lisboa, Av. Prof. Gama
Pinto 1649-003 Lisbon, Portugal

ABSTRACT: Several challenges and opportunities face chemistry education in the 21st century with the growing role of new technologies and the globalization perspective. Manuscripts describing original and innovative strategies, either in the classroom or in the laboratory setting, are required and publishing in a top-tier journal, like the *Journal of Chemical Education* (JCE), is crucial to reach a large audience. This paper focuses on the development of chemistry education in Portugal in the 21st century through a content analysis of the papers published in JCE from 2000 to 2018 by authors with Portuguese affiliation. Regarding contributions to JCE papers by country in the same period, Portugal ranks

fourth among European countries and seventh worldwide corresponding to second in rank when considering country population (papers/million people). Papers involving laboratory experiments and other hands-on learning activities represent more than 50% of the published Portuguese authored manuscripts which covered a large audience, mainly at the undergraduate level, revealing an increased effort in laboratory instruction. Considering gender equality, the global number of men and women contributing to Portuguese affiliated publications in JCE is very similar (52% *versus* 48%, respectively) although there is only one woman in the top 5 most prolific authors. Overall, results reveal the constant and increasing effort of Portuguese affiliated authors to publish in JCE contributing to the recognition of chemistry education relevance.

KEYWORDS: General Public; Curriculum; Interdisciplinary/ Multidisciplinary; Communication/ Writing; Professional Development; Standards National/ State

GRAPHICAL ABSTRACT



INTRODUCTION

Major challenges facing chemistry education in the 21st century concern the paradigm shift from faculty-centered teaching to student-centered learning as well as implementation and/or consolidation of research-based teaching practice.^{1,2} On the other hand, new technologies are at the center of chemistry education in the new millennium, from chemistry education research resources available at the Web to chemistry applications (Chem Apps) for tablets and smartphones. These technologies go far beyond simple information delivery, being powerful tools that can provide significant enhancement of conceptual understanding in Chemistry.³ Additionally, the globalization context and the international interchange student programs brought the need for changing perspectives in the Chemistry curriculum,¹ both at the high-school and at the university level.

Dissemination of research in chemistry education plays a major role in the advance of the field.⁴⁻⁶ The main peer-reviewed journals specifically publishing in chemistry education (Table 1) are not indexed in the ISI/Web of Science (WoS), and those that are, have rather low impact factors (IF).⁷ Alternative Scopus/SCImago journal rank (SJR) indicators⁸ and other metrics like h-index^{7,8} are also low for most of them (Table 1), which may partially result from the slow pace of publication in the area.^{4,9,10} Additionally, several indexed

science education research journals, some with higher IF values, are available that also publish chemistry education research, such as *Journal of Research in Science Teaching* (USA, IF=3.179) and *International Journal of Science Education* (UK, IF=1.240).⁷ Serving the Iberoamerican community, *Educacion Química* (Table 1) is an alternative option and the only one listed that accepts papers written in Portuguese or Spanish apart from English.

Journal (Country)	Publisher (frequency, date)	IF ^a	SJR, h-index ^b
Australian Journal of Education in Chemistry (AUS)	Royal Australian Chemical Institute (quarterly, since 1978)	n/a	n/a
Biochemistry and Molecular Biology Education (USA)	John Wiley & Sons (bimonthly, since 1972)	0.627	0.370, h-30
Chemical Engineering Education (USA)	American Society for Engineering Education (quarterly, since 1962)	n/a	0.137, h-22
Chemistry Education Research and Practice (UK)	Royal Society of Chemistry (quarterly, since 2000)	1.941	0.631, h-31
Educación Química (MEX)	Faculty of Chemistry of the National Autonomous University of Mexico, hosted by Elsevier (quarterly, since 1989)	n/a	0.209, h-6
Education for Chemical Engineers (UK)	Institution of Chemical Engineers, hosted by Elsevier (quarterly, since 2006)	n/a	0.273, h-14
Education in Chemistry (UK)	Royal Society of Chemistry (bimonthly, since 1964)	n/a	0.106, h-5
Journal of Chemical Education (USA)	American Chemical Society (monthly, since 1924)	1.419	0.466, h-65
The Chemical Educator (USA)	chemededucator.org; online only (bimonthly, since 1996)	n/a	n/a
World Journal of Chemical Education (USA)	Science and Education Publishing (bimonthly, since 2013)	n/a	n/a

^aIF, 2016 impact factor (2-Year) according to 2017 Journal Citation Reports.⁷ ^bSJR, SCImago journal ranking, and h-index according to 2017 SCImago journal rankings;⁸ n/a, not available.

Table 1. Major Chemistry Education Journals (in Alphabetical Order) and Journal Metrics

Among the chemistry education journals, *Journal of Chemical Education* (JCE) and *Chemistry Education Research and Practice* are considered the top-tiered journals that primarily serve the chemistry education community.¹¹ Additionally, JCE publishes laboratory experiments and classroom activities that although not formerly considered chemistry education research, provide valuable tools for teachers and chemical educators.^{12,13} Although Portuguese authors writing chemistry education papers in their native language often publish in *Boletim da Sociedade Portuguesa de Química*, a quarterly magazine of the Portuguese Chemical Society, publishing in an internationally recognized top-tier journal like JCE is an appealing challenge and can also add a contribution in terms of academic progression.^{4,9} Requirements for successful publication in JCE mainly reside in “scholarship, novelty, pedagogy, and presentation” according to JCE authors guidelines.¹⁴

This paper concerns the development of chemistry education in Portugal in the 21st century through a content analysis of the papers published in JCE from 2000 to 2018 by authors with Portuguese affiliation.

METHODS

A refined search of the manuscripts published in JCE (*Publication Name*) between 2000 and 2018 (*Timespan*) was performed in the WoS database (Clarivate Analytics).¹⁵ Several filters were selected, namely *Countries/Regions*, *Publication Years*, *Document Types*, *Organizations-Enhanced*, *Authors* and again *Countries/Regions* to obtain Portuguese collaborations with foreign institutions.

A complementary search was conducted in the American Chemical Society (ACS) publications webpage¹⁶ using the advanced search option with the keyword *Portugal* in the abstract and restricting the search to JCE (*Content Type*), selecting publications between 2000 and 2018 (*Publication Date*). All papers by authors with Portuguese affiliation published between 2000 and 2018 in JCE, up to April 2018, were downloaded and analyzed concerning the authors' institution(s), number of authors per paper, number of papers published per year, type of manuscript, and JCE keywords regarding audience, domain, pedagogy and topics. For JCE keywords, a paper may be classified under more than one category and the frequency of occurrences was summed. A total of 109 papers were analyzed, information was tabulated and checked independently.

RESULTS AND DISCUSSION

Among the 7545 papers published in JCE between 2000 and 2018, the major part is from the United States of America (USA), corresponding to 5055 (67.0%) papers, according to the WoS database¹⁵. Papers from authors with Portuguese affiliation in the same period amount to 109 (1.4%), representing 8.8% of the European papers published in JCE with Portugal ranking 4th in the European countries with more publications in JCE, and ranking 7th worldwide (Figure 1).

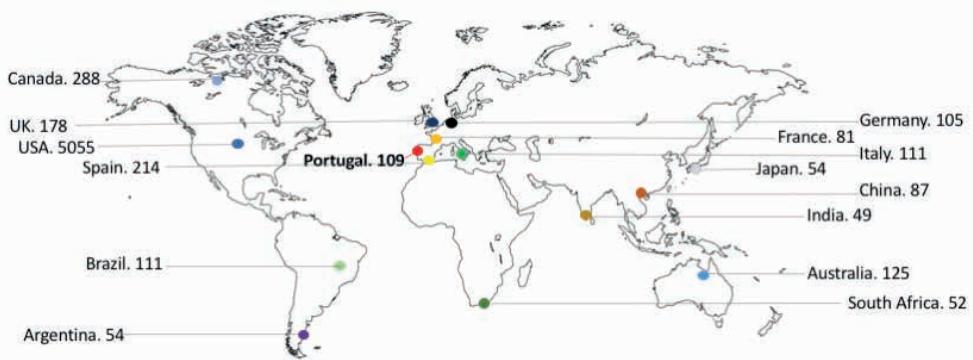


Figure 1. Major countries contributing to papers in JCE between 2000–2018.¹⁵

Portugal is a small country in southern Europe and when comparing the number of publications in JCE in this period regarding the population density of countries (e.g. papers/million people in 2017) Portugal rises to 2nd place in the world ranking, after the USA that remains first.¹⁷ Portuguese authors seem to consider JCE an appealing and high visibility journal regardless of impact factor and have continued to dedicate part of their efforts in producing chemical education work to share with the educational and scientific community. This is rather interesting considering the global importance that impact factors have gained in the last years. Moreover, Portuguese authors published regularly in JCE since 2000 (Figure 2), contributing with a mean number of 6.1 papers per year. According to the number of Portuguese authored papers published in JCE since 2000, a slight increase has been observed from the first decade (50 papers) to the second decade (59 papers since 2010) which is likely to rise up to 2020.

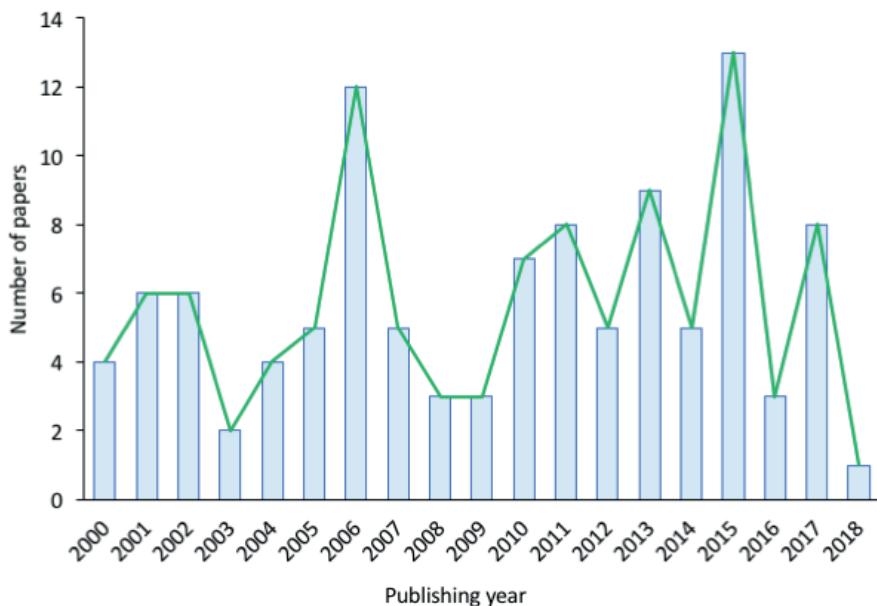


Figure 2. Portuguese authored papers published per year in JCE from 2000 to 2018.

The scope of most of the published work of Portuguese affiliated authors corresponds to experimental chemistry activities which is certainly one of the main interesting ways to learn chemistry. Actually, the present decade showed a huge increase in the number of papers reporting chemistry laboratory activities. From the 31 papers describing laboratory experiments, 29 were published between 2010 and 2018, representing more than 47% of the published Portuguese authored papers in that period. Furthermore, in 60 of the 109 published papers, corresponding to 55% of publications, hands-on learning/manipulatives appeared in the JCE keyword search as their main goal. This is hardly a surprise since experimentation is at the heart of Chemistry and chemistry education. The chemistry laboratory is a unique learning environment that contributes to enhancing cognitive growth and promotes positive attitudes such as team work, cooperation, and communication skills.¹⁸ Engaging students in laboratory as well as classroom activities linked to real-life and that lead to dissemination of results (papers, posters, oral presentations, etc.) enhances students' motivation and can contribute to improvement of the learning process.^{19,20} Furthermore, an effort has been made to introduce modern instrumentation and new methodologies in the educational laboratory setting.^{21,22}

The papers by Portuguese affiliated authors covered a large audience, mainly at the undergraduate level, with 47 papers (43%), 28 papers (26%) and 21 papers (19%) intended to upper-division, second-year, and first-year undergraduate students, respectively. Another

17 papers (16%) were dedicated to high school/introductory chemistry. Most papers focused mainly in laboratory instruction and most were in the Physical Chemistry, Analytical Chemistry or Organic Chemistry areas, although other domains were also covered (Table 2). On the other hand, only one paper concerned Inorganic Chemistry. A huge number of topics were covered by the 109 papers, with green chemistry (11%) being the most frequent one, followed by synthesis (8%) and chemical equilibrium (7%).

Domain	Papers	% of 109
Laboratory Instruction	39	35.8
Physical Chemistry	23	21.1
Analytical Chemistry	20	18.3
Organic Chemistry	18	16.5
Interdisciplinary/Multidisciplinary	13	11.9
Biochemistry	10	9.2
Chemical Engineering	6	5.5
History/Philosophy	6	5.5

Table 2. Main Domains of Portuguese Authored Papers Published in JCE (2000–2018)

Considering the Portuguese educational program in Chemistry, it is in universities and polytechnic institutes that experimental settings for chemistry learning are more frequent. This reality is therefore in accordance with the audience covered in the 109 publications mentioned. Unfortunately, at the high school level the learning of chemistry through experimentation is generally not frequent. Thus, contributions to the Portuguese authored publications came from 22 institutions (Figure 3), including 14 universities, among them only two private ones (*Universidade Católica do Porto* and *Universidade Lusófona de Humanidades e Tecnologias*) 5 polytechnic institutes, one secondary school (*Escola Secundária de Penacova, Coimbra*) and one public hospital (*Instituto Português de Oncologia (IPO)*, Porto). From those, 9 institutions contributed with only one paper.

The fact that most publications are affiliated in universities is related to the importance of experimental activities included into the learning methodologies of these institutions and also to the high and intense publishing activities of their professors and researchers.

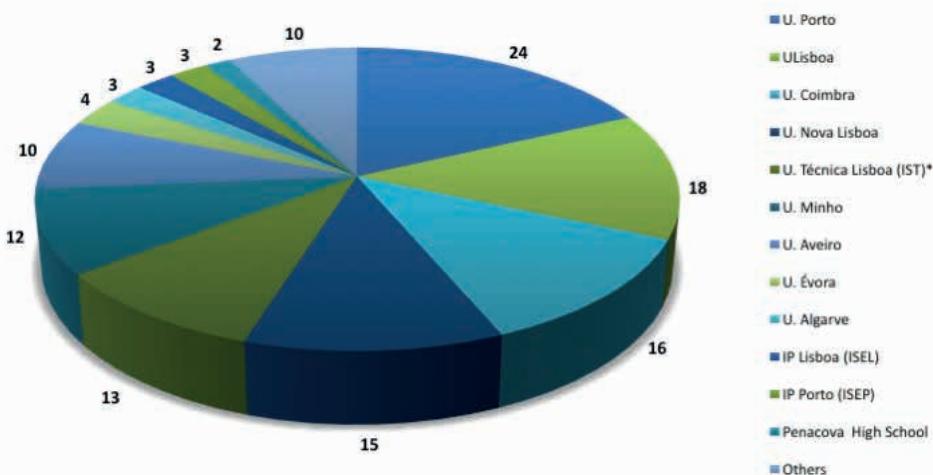


Figure 3. Portuguese authored papers published since 2000 in JCE by institution. Others represent institutions that contributed with only one paper (*U. Açores, U. Beira Interior, U. Católica Porto, U. Lusófona de Humanidades e Tecnologias, U. Trás-os-Montes e Alto Douro, Instituto Português de Oncologia do Porto* and the polytechnic institutes (IP) from Castelo Branco, Coimbra, and Setúbal).

*IST, *Instituto Superior Técnico* (U. Técnica Lisboa), merged with ULisboa in July 2013. The data presented includes papers shared between different institutions.

Among the 109 publications, 95.4% of the papers came from public universities, and in 68.8% of the papers, authors were all from the same institution, which may reflect the endogamy of Portuguese universities. Only 12 papers (11%) involved international collaborations while national collaborations contributed to 22 papers (20%) from the 109 papers published, with a mean number of 2.6 authors per paper. Among the twelve papers involving international collaborations, five were with Scotland (University of St. Andrews), two with Spain (*Universidad de Valencia* and *Universidad de Extremadura*), one with England (Oxford University), one with Brazil (*Universidade Federal de Santa Catarina*), one with the United States (University of Miami), one with Sweden (Lund University) and one with France (*Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris*).

From the 190 authors with Portuguese affiliation responsible for publications in JCE since 2000, 78.4% published only once while 15.3% published twice. The top 5 most prolific authors were João C. M. Paiva (*Universidade do Porto*) with 12 papers, Víctor M. S. Gil (*Universidade de Coimbra*) with 10 papers, Carlos A. M. Afonso (*Universidade de Lisboa*) and Michael J. Smith (*Universidade do Minho*), both with 7 papers, M. Gabriela T. C. Ribeiro and Adélio A. S. C. Machado (*Universidade do Porto*) both with 5 papers. Although there is only a female author in the top five Portuguese affiliated authors, the global number of men and women with Portuguese affiliation that have published in JCE is very similar, being of 51.6% and 48.4%, respectively. In Portugal the number of women graduating in recent years has been increasing as well as the number of women in science, technology,

engineering and mathematics (STEM) areas, a tendency that contrasts with other countries signing the Organization for Economic Co-operation and Development (OECD) convention.²³ Portuguese female share of graduate from bachelor's programs represents 60.2% while female share of graduates in science, mathematics and computing represent 56.9%, according to OECD data from 2014.²³ It is worth mentioning that only around 20% of university students worldwide enrolling in STEM areas are women.²³

Overall, it is gratifying to notice that authors from Portuguese institutions regularly publish their chemical education work in JCE since the pressure to publish scientific work in high impact factor journals is an inevitable reality and time to invest in pedagogic publications is sometimes scarce.^{5,9} Researching and writing a paper in chemical education is a major effort but it is also a rewarding investment that may potentially contribute to increase the low annual publication rate and low IF in the field,^{13,24,25} leading to a wider recognition of chemical education relevance in the academic community.

CONCLUSION

The analysis of the papers published in JCE during 2000–2018 by authors with Portuguese affiliation showed that contributions from Portugal are included in the top five and top ten European and Worldwide country ranking, respectively, regarding the total number of papers published in the same period. Hands-on learning instruction represents 55% of the publications, concerning as major domains Physical, Analytical, and Organic Chemistry, which shows a clear trend towards laboratory instruction. However, the present review is limited to JCE and further analysis of other chemistry education journals may confirm and/or identify other trends. The majority of papers involved research aiming at the undergraduate level conducted in the higher education context mainly by academics from Portuguese public universities. The top 5 most prolific authors were all academics from Portuguese public universities. Further collaborations among different institutions could add diversity of perspectives and improve representative results.

AUTHOR INFORMATION

Corresponding Authors

*E-mail: cfaustino@ff.ulisboa.pt; iribeiro@ff.ulisboa.pt.

Notes

The authors declare no competing financial interest.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge Professor Doctor Carlos Afonso for his valuable suggestions and fruitful discussions in the preparation of this manuscript.

REFERENCES

- (1) *Chemistry Education: Best Practices, Opportunities and Trends*. García-Martínez, J., Serrano-Torregrosa, E., Eds.; Wiley-VCH: Weinheim, 2015.
- (2) Childs, P. E. Improving Chemical Education: Turning Research into Effective Practice. *Chem. Educ. Res. Pract.* **2009**, *10* (3), 189–203; DOI: 10.1039/B914496J.
- (3) *Relevant Chemistry Education From Theory to Practice*. Eilks, I., Hofstein, A., Eds.; Sense Publishers: Rotterdam, 2015. DOI: 10.1007/978-94-6300-175-5.
- (4) Towns, M. H.; Kraft, A. The 2010 Rankings of Chemical Education and Science Education Journals by Faculty Engaged in Chemical Education Research. *J. Chem. Educ.* **2012**, *89* (1), 16–20; DOI: 10.1021/ed100929g.
- (5) Towns, M. H. New Guidelines for Chemistry Education Research Manuscripts and Future Directions of the Field. *J. Chem. Educ.* **2013**, *90* (9), 1107–1108; DOI: 10.1021/ed400476f.
- (6) Taber, K. S. Advancing Chemistry Education as a Field. *Chem. Educ. Res. Pract.* **2015**, *16* (1), 6–8. DOI: 10.1039/C4RP90014F.
- (7) Journal Citation Reports 2016, Science and Social Sciences Edition, Thomson Reuters, 2017 [Online]. <https://clarivate.com/products/journal-citation-reports/> (accessed Apr 2018).
- (8) SCImago Journal Rank (SJR) 2017 [Online]. <https://www.scimagojr.com/journalrank.php> (accessed Apr 2018).
- (9) Pienta, N. J. Measuring Productivity in College-Level Chemistry Education Scholarship. *J. Chem. Educ.* **2004**, *81* (4), 579–583; DOI: 10.1021/ed081p579.
- (10) Craig, A. F.; Koch, D. L.; Buffington, A.; Grove, N. Narrowing the Gap? Revisiting Publication Rates in Chemistry Education. *J. Chem. Educ.* **2012**, *89* (12), 1606–1608; DOI: 10.1021/ed3003995.
- (11) Lancaster, S. Need to Know. *Nat. Rev. Chem.* **2017**, *1* (1), 0006; DOI: 10.1038/s41570-016-0006.
- (12) Pienta, N. J.; Towns, M. H. Measuring Value and Real Impact. *J. Chem. Educ.* **2017**, *94* (5), 539–540; DOI: 10.1021/acs.jchemed.7b00266.
- (13) Rodriguez, J.-M. G.; Bain, K.; Moon, A.; Mack, M. R.; DeKorver, B. K.; Towns, M. H. The Citation Index of Chemistry Education Research in the *Journal of Chemical Education* from 2008 to 2016: A Closer Look at the Impact Factor. *J. Chem. Educ.* **2017**, *94* (5), 558–562; DOI: 10.1021/acs.jchemed.7b00062.
- (14) Author Guidelines for the *Journal of Chemical Education* (Revised February 2018). ACS Publications [Online]. https://pubs.acs.org/paragonplus/submission/jceda8/jceda8_authguide.pdf (accessed Apr 2018).
- (15) Web of Science [v.5.28] [Online]. <http://wcs.webofknowledge.com> (accessed Apr 2018).
- (16) ACS Publications Homepage <https://pubs.acs.org/journal/jceda8>

- (17) *World Population Prospects: The 2017 Revision, Key Findings and Advance Tables*. (Working Paper No. ESA/P/WP/248). Population Division, Department of Economic and Social Affairs, United Nations: New York, 2017. https://esa.un.org/unpd/wpp/publications/Files/WPP2017_KeyFindings.pdf (accessed Apr 2018).
- (18) Hofstein, A. The Laboratory in Chemistry Education: Thirty Years of Experience with Developments, Implementation, and Research. *Chem. Educ. Res. Pract.* **2004**, *5* (3), 247–264; DOI: 10.1039/B4RP90027H.
- (19) Faustino, C.; Bettencourt, A.F.; Alfaia, A.; Pinheiro, L. Introducing Students to Rheological Classification of Foods, Cosmetics, and Pharmaceutical Excipients Using Common Viscous Materials. *J. Chem. Educ.* **2015**, *92* (5), 936–939; DOI: 10.1021/ed4008364.
- (20) Logan, J. L.; Quiñones, R.; Sunderland, D. P. Poster Presentations: Turning a Lab of the Week into a Culminating Experience. *J. Chem. Educ.* **2015**, *92* (1), 96–101; DOI: 10.1021/ed400695x.
- (21) Ribeiro, I. A. C.; Faustino, C. M. C.; Guedes, R. C.; Alfaia, A. J. I.; Ribeiro, M. H. L. Exploring Drug Diffusion Through a Membrane: A Physical Chemistry Experiment for Health and Life Sciences Undergraduate Students. *J. Chem. Educ.* **2015**, *92* (5), 924–927; DOI: 10.1021/ed500384z.
- (22) Zhao, F.-Q.; Yu, Y.-F.; Ren, S.-F.; Liu, S.-J.; Rong, X.-Y. Improving the Practical Education of Chemical and Pharmaceutical Engineering Majors in Chinese Universities. *J. Chem. Educ.* **2014**, *91* (2), 211–215; DOI: 10.1021/ed3001705.
- (23) *The Pursuit of Gender Equality: An Uphill Battle*. OECD Publishing: Paris, 2017; DOI: 10.1787/9789264281318-en.
- (24) Teo, T. W.; Goh, M. T.; Yeo, L. W. Chemistry Education Research Trends: 2004–2013. *Chem. Educ. Res. Pract.* **2014**, *15* (4), 470–487; DOI: 10.1039/C4RP00104D.
- (25) Ye, L.; Lewis, S. E.; Raker, J. R.; Oueini, R. Examining the Impact of Chemistry Education Research Articles from 2007 through 2013 by Citation Counts. *J. Chem. Educ.* **2015**, *92* (8), 1299–1305; DOI: 10.1021/ed5007635.

CAPÍTULO 4

ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE SABONETES LÍQUIDOS, PRODUZIDOS À PARTIR DE DIFERENTES ÓLEOS VEGETAIS E CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS

Data de submissão: 18/02/2023

Data de aceite: 22/12/2023

Pâmela Regina Aurélio da Silva

Universidade Estadual do Centro – Oeste
Guarapuava - PR
<https://lattes.cnpq.br/2145432433572148>

Marcos Roberto da Rosa

Universidade Estadual do Centro – Oeste
Guarapuava - PR
<http://lattes.cnpq.br/6463355409406104>
ID Lattes: 6463355409406104

Vegetable Oils and Experimental Conditions.

By means of this study of techniques for the production of liquid soaps, from the variation of the experimental conditions, we tried to obtain the final product with the best possible quality.

KEYWORDS: liquid soaps; vegetable oils; saponification.

1 | INTRODUÇÃO

RESUMO: Estudo das Propriedades Físico-Químicas de Sabonetes Líquidos de Diferentes Óleos Vegetais e Condições Experimentais. Por meio deste estudo de técnicas de produção de sabonetes líquidos, a partir da variação das condições experimentais, procurou-se obter o produto final com o melhor qualidade possível.

PALAVRAS-CHAVE: sabonetes líquidos; óleos vegetais; saponificação.

STUDY OF THE PROPERTIES OF LIQUID SOAPS, PRODUCED FROM DIFFERENT VEGETABLE OILS AND EXPERIMENTAL CONDITIONS

ABSTRACT: Study of the Physical-Chemical Properties of Liquid Soaps from Different

Os tensoativos são encontrados em diferentes produtos que englobam, desde produtos de limpeza até produtos alimentícios. Entretanto os tensoativos encontrados em sabões são os de longe os mais utilizados pelo Homem e sua origem perde-se na história. Desde o início do século XX sua produção e consumo tornaram-se populares, fazendo-se necessário o aprimoramento das técnicas de produção, bem como das matérias primas utilizadas, objetivando um produto de alta qualidade (JUSTINO et al., 2011). No Brasil o sabão/sabonete em barras é o mais utilizado, porém em outros países, principalmente europeus, o sabonete

líquido é mais usado, devido à praticidade e higiene. Neste trabalho foram preparados sabonetes líquidos a partir da saponificação de seis diferentes óleos vegetais (coco, babaçu, milho, soja, canola e girassol) e duas bases (hidróxido de sódio e potássio).

Atualmente há uma procura muito grande por produtos naturais e sofisticados, devido às exigências do mercado. Empresas estão se adequando a essas exigências, procurando desenvolver produtos com ingredientes naturais. Segundo informações da Associação Brasileira de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos – ABIHPEC, publicadas na revista eletrônica Panorama do Setor 2014-2015, esse segmento teve crescimento médio de 10,5% nos últimos 10 anos, sendo que no exterior, principalmente em países europeus, esses números são significativamente maiores (ABIHPEC, 2015).

Sabemos que a seleção de matérias-graxas se torna necessariamente o início do processo e consequentemente uma das fases mais importantes, pois determina o tipo, a qualidade do sabonete que será fabricado e o processo que será adotado referente à sua produção. Visando com isto atingir características importantes; como viscosidade, solubilidade em água, espumação, detergência e capacidade de remoção de sujeiras. Desta forma as matérias graxas devem ser escolhidas para uma obtenção favorável destas características (RITTNER, 1995).

2 | OBJETIVOS

- Preparar e Caracterizar de Sabonetes a partir de diferentes óleos vegetais.
- Estudar diferentes condições experimentais de saponificação, variando o tempo de reação e a temperatura.
- Estudar a influência de diferentes óleos vegetais nas características físico-química dos sabonetes.
- Verificar a estabilidade, aparência e formação de espuma das formulações, e se necessário realizar ajustes para se adequar aos parâmetros citados.

3 | METODOLOGIA

A pesquisa foi realizada tanto teoricamente, com a busca na literatura do já foi e vem sendo estudado no desenvolvimento de sabonetes líquidos vegetais, quanto experimentalmente, seguindo o fluxograma da figura 1.

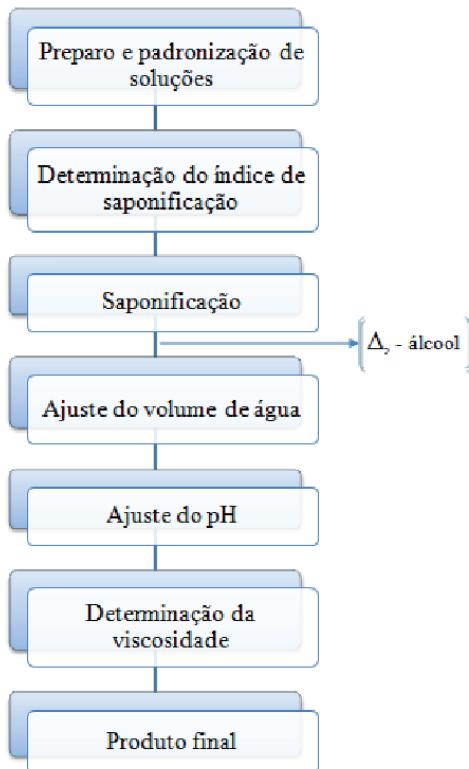


Figura 1: Fluxograma das etapas de preparação dos sabonetes.

No estudo teórico o foco manteve nas matérias primas e suas composições, enquanto no estudo experimental o centro foi nas variações das condições experimentais, dentro de cada uma das etapas seguidas. Observando diferenças nos aspectos físicos e características dos produtos finais decorrentes dessas variações.

Os sabonetes foram produzidos utilizando um sistema aberto, composto uma chapa de aquecimento, um bêquer de 2 litros e um agitador, a temperatura foi mantida na faixa de 60°C – 90°C, durante a produção de todas as misturas. Após a fase de produção foram realizados os testes de aparência, viscosidade, espumação, odor, e estabilidade em diferentes temperaturas (10°C, 25°C e 40°C).

Os sabonetes foram produzidos através das misturas dos óleos, bases (hidróxidos) e água. Foram utilizados seis óleos vegetais e dois hidróxidos diferentes (de sódio – NaOH e potássio – KOH), descritos na tabela 1, resultando em doze misturas diferentes entre si e consequentemente doze produtos finais. Foram produzidas várias amostras ao longo do trabalho e de acordo com o resultado, baseado principalmente na aparência e viscosidade do produto final, os ajustes foram sendo realizados em novas amostras.

Óleo Vegetal	Hidróxido	Sigla da Mistura
Coco	Hidróxido de Potássio (KOH)	1A
Babaçu		2A
Soja		3A
Canola		4A
Girassol		5A
Milho		6A
Coco	Hidróxido de Sódio (NaOH)	1B
Babaçu		2B
Soja		3B
Canola		4B
Girassol		5B
Milho		6B

Tabela 1: Misturas dos óleos vegetais e hidróxidos

Para maior confiabilidade dos resultados, o índice de saponificação foi obtido experimentalmente para cada óleo. Todos os óleos e bases utilizados eram sempre da mesma marca e mesmo lote, garantindo que as alterações dos produtos fossem provenientes somente das variações nas condições experimentais promovidas. Não foram adicionados aditivos e estabilizantes aos sabonetes, com o intuito de verificar os resultados das alterações no processo de saponificação e nas propriedades físico-químicas dos mesmos.

4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Fatores de interferência nas matérias primas

Durante a preparação dos sabonetes foi observado os fatores interferiam na qualidade do produto final. Dentre os quais se destacaram matérias primas utilizadas: óleos, vegetais e hidróxidos, tempo de saponificação, volume de água adicionado e correção do pH. Esses fatores foram observados através de testes físico-químicos de viscosidade e pH, e dos aspectos como: translucidez, espumação, coloração e odor.

a) Óleos vegetais: composição, métodos de extração e características principais.

Óleos vegetais são compostos basicamente por misturas de triglicerídeos que podem variar dependendo dos ácidos graxos que os compõe, conforme tabela 3 e figura 2. Podemos observar que a diferença principal será na estrutura de R_1 , R_2 e R_3 , esses consistem basicamente em cadeias hidrocarbonadas, descritas na tabela 3, podendo ser saturadas e/ou insaturadas, com estrutura e propriedades particulares de cada ácido graxo,

apresentando portanto uma alteração específica para cada óleo, dependendo da proporção e tipo de ácido graxo presente em cada óleo.

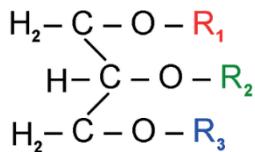


Figura 2: Esquema da composição de um triglicerídeo

Ácido graxo	R_1 , R_2 e R_3
Esteárico	
Linolênico	
Oleico	
Linoleico	
Palmítico	
Láurico	
Mirístico	
Caprílico	
Cáprico	
Palmitoleico	

Tabela 3: estrutura dos ácidos graxos, presentes nos óleos.

R_1 , R_2 e R_3 (cadeia hidrocarbonada principal de cada ácido graxo). Fonte: Google imagens.

Os óleos vegetais utilizados neste trabalho foram: coco, babaçu, girassol, canola, milho e soja. Como a qualidade, propriedades e características das matérias primas afetam diretamente o sabonete produzido através dela, foi realizado um breve estudo sobre cada um dos óleos.

Com exceção do óleo de coco extra virgem, todos os outros apresentam composições, processos de obtenção e purificação semelhantes, e os processos de obtenção e purificação interferem diretamente na qualidade do óleo obtido, esse processo foi citado por diversos autores como: MACHADO, CHAVES, ANTONIASSI (2006); MANDARINO, ROESSING,

BENASSI (2005) e ZENI (2010).

Na extração pode ser utilizado três processos: a prensagem mecânica, extração por solvente e um processo misto dos dois primeiros, no Brasil, desde 1970 o processo mais comum é o de extração por solvente, sendo o solvente mais utilizado é o n-Hexano. Pois o processo mecânico gera perdas significativas de óleo e demanda alto custo para as indústrias, pois usa prensas por pressão.

O processo de refino inclui 4 etapas: degomagem: remoção de metais e fosfolipídios (gomas solúveis), utilizando água e centrifugação. Neutralização: remove as gomas insolúveis pela adição de ácido fosfórico, gerando sabão como resíduo, este é removido pela lavagem com água quente. Clarificação: utiliza geralmente carvão ativado e remove corantes e peróxidos, por adsorção e desodorização: para obter melhora na aparência do óleo e torná-lo próprio ao consumo humano. Após o refino o teor de tocoferóis, antioxidantes presentes naturalmente em óleos vegetais decresce, principalmente na etapa de desodorização na qual o óleo é submetido à alta temperatura por um determinado tempo, isso faz com que as matérias primas fiquem mais suscetíveis à oxidação, a principal causa da degradação dos óleos vegetais (MANDARINO; ROESSING; BENASSI, 2005).

- *Coco*

O óleo de coco extra virgem é obtido a partir da polpa fresca e madura (copra) do coco (*Cocos nucifera L.*) por prensagem mecânica ou natural, com ou sem a aplicação de calor, seguido da quebra da emulsão para separação do óleo. O óleo de coco extra virgem não é submetido ao processo de refinamento, branqueamento e desodorização. A fração saponificável do óleo de coco é composta predominantemente de ácidos graxos saturados. O óleo de coco, apresenta consistência dura e quebradiça a temperatura de aproximadamente 20°C, mas funde-se completamente abaixo da temperatura corporal. O aroma e o sabor do óleo de coco são devidos principalmente à presença de lactonas, presente em pequenos traços. E este óleo apresenta excelente estabilidade oxidativa, devido à presença de compostos fenólicos, característica pouco comum entre os óleos de origem vegetal. Na tabela 4 está listada a composição dos ácidos graxos do óleo de coco extra virgem e as propriedades de maior interferência no produto final (CARPINÉ, 2015).

Ácido Graxo	Porcentagem	Propriedades	Tipos de gorduras
Láurico	45% a 53%	Triglicerídeo de cadeia Média (6 a 12 carbonos)	Saturadas
Mirístico	16% a 21%		
Caprílico	5% a 10%		
Cáprico	4% a 8%		
Palmítico, Oleico, Palmitoleico, Linoleico, Linolenico, Esteárico.	9% a 29%	Triglicerídeo de cadeia longa (12 a 24 carbonos)	Insaturadas

Tabela 4: Principais ácidos graxos do óleo de coco e suas propriedades.

- *Babaçu*

A palmeira do coco babaçu é classificada geralmente como *Orbignya oleifera*, é de origem brasileira, encontrada na região amazônica e mata atlântica do Estado da Bahia. Das amêndoas é extraído o óleo de babaçu, que resistente à oxidação não enzimática e ao contrário de outras gorduras saturadas, têm temperatura de fusão baixa e bem definida. Semelhante ao óleo de coco, o óleo de babaçu apresenta consistência dura, porém mais maleável a temperatura de aproximadamente 20°C, mas funde-se completamente próximo da temperatura de 40°C, possui aroma e coloração bem marcantes. Na tabela 5, estão descritos sua composição básica e principais propriedades (MACHADO; CHAVES; ANTONIASSI, 2006).

Ácido Graxo	Porcentagem	Propriedades	Tipos de gorduras
Láurico	43% a 47%	Triglicerídeo de cadeia Média (6 a 12 carbonos)	Saturadas
Mirístico	15% a 18%		
Caprílico	5% a 6%		
Cáprico	5% a 6%		
Palmítico, Oleico, Palmitoleico, Linoléico, Linolenico, Esteárico.	23% a 32%	Triglicerídeo de cadeia longa (12 a 24 carbonos)	Insaturadas

Tabela 5: Principais ácidos graxos do óleo de babaçu e suas propriedades.

- *Girassol*

O girassol, com nome científico *Helianthus annuus L.*, é originária do continente Norte Americano. Dentre os óleos vegetais, o óleo de girassol destaca-se por suas excelentes características físico-químicas e nutricionais. Possui alta relação de ácidos graxos poliinsaturados e saturados, conforme tabela 6 (MANDARINO; ROESSING; BENASSI, 2005).

Ácido Graxo	Porcentagem	Propriedades	Tipos de gorduras
Linoléico	48% a 74%	Triglicerídeo de cadeia longa (12 à 24 carbonos)	Insaturadas
Oleico	13% a 40%		
Palmítico	5% a 8%		
Esteárico	2,5% a 7%		
Palmitoleico, Linolenico, Láurico, Mirístico, entre outros.	2% a 2,5%		

Tabela 6: Principais ácidos graxos do óleo de girassol e suas propriedades.

- *Canola*

A canola, *Brassica napus L. rapa L.*, é uma planta da família das Crucíferas, originária da Ásia e Europa. Canola é um termo genérico internacional **CAN**adian **Oil** **Low Acid**, indicando a baixo teor de determinados ácidos presentes neste óleo (tabela 7), no Brasil é produzida a partir de melhoramento genético (ZENI, 2010).

Ácido Graxo	Porcentagem	Propriedades	Tipos de gorduras
Oleico	52% a 67%	Triglicerídeo de cadeia longa (12 à 24 carbonos)	Insaturadas
Linoléico	16% a 25%		
Linolenico	6% a 14%		
Palmítico	3,3% a 6%		
Palmitoleico, Esteárico, Láurico, Mirístico, entre outros.	4% a 8,5%		

Tabela 7: Principais ácidos graxos do óleo de canola e suas propriedades.

- *Milho*

O milho, *Zea mays L.*, é uma planta da família das gramíneas, e é provavelmente o grão mais antigo produzido pelo homem, tendo relatos desde 5000 a.C. e sendo originário do México. Por ser tolerante à variações climáticas e adaptando-se fácil à varias condições ambientais, é produzido em larga escala ao redor do globo (MANDARINO; ROESSING; BENASSI, 2005). Na Tabela 8, temos os principais ácidos graxos do óleo de milho e suas propriedades.

Ácido Graxo	Porcentagem	Propriedades	Tipos de gorduras
Linoléico	40% a 66%	Triglicerídeo de cadeia longa (12 à 24 carbonos)	Insaturadas
Oleico	20% a 42%		
Palmítico	9% a 17%		
Linolenico	0,5% a 1,5 %		
Palmitoleico, Esteárico, Láurico, Mirístico, entre outros.	2% a 6%		

Tabela 8: Principais ácidos graxos do óleo de milho e suas propriedades.

- *Soja*

A soja, *Glycine Max L. Merril*, é originária da Ásia e as primeiras citações do uso do grão datam de aproximadamente 2800 a.C. Hoje é a oleaginosa mais importante produzida no mundo. Seu cultivo, armazenamento, rendimento e processo de obtenção e purificação do óleo é interessante do ponto de vista econômico, tanto para produtores quanto para consumidores, por isso é o óleo mais utilizado sendo responsável por aproximadamente 60% do mercado mundial segundo a EMBRAPA, 2004 (MANDARINO; ROESSING; BENASSI, 2005).

Ácido Graxo	Porcentagem	Propriedades	Tipos de gorduras
Linoléico	50% a 57%	Triglicerídeo de cadeia longa (12 à 24 carbonos)	Insaturadas
Oleico	18% a 29%		
Palmítico	10% a 14%		
Linolenico	6% a 10%		
Palmitoleico, Esteárico, Láurico, Mirístico, entre outros.	3% a 8,5%		

Tabela 9: Principais ácidos graxos do óleo de soja e suas propriedades.

4.1.1 Produção dos sabonetes

Dentro da etapa de produção foi observado os seguintes pontos: índice de saponificação, tempo de saponificação, temperatura de reação, ajuste do volume de água e ajuste do pH, especificados a seguir:

- Índice de saponificação: Para cada óleo foi determinado experimentalmente em duplicata e de maneira indireta, seu índice de saponificação, o método utilizado foi o determinado pelo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008) e consistiu basicamente em colocar uma massa conhecida de óleo, em uma solução alcoólica de hidróxido de concentração conhecida em um sistema de refluxo, por trinta minutos, até a saponificação completa do óleo. Após a mistura foi titulada com uma solução de mesma concentração de ácido clorídrico e através de cálculos simples, a quantidade de hidróxido consumida podia ser obtida. (IAL, pág.600-

Consequentemente pode-se observar qual a massa necessária de hidróxido para saponificar cada grama de óleo e em comparação com os valores da literatura, tabela 9 abaixo, observou-se que os valores possuíam variações significativas. Porque cada lote, de cada óleo possui propriedades diferentes, dependo do seu cultivo e principalmente do seu método de extração e purificação. Os valores obtidos encontram-se na tabela 10.

Óleo Vegetal	Hidróxido	Índice de saponificação (g base/g de óleo)
Coco	Hidróxido de Potássio (KOH)	0,2570 ($\pm 0,03$)
Babaçu		0,2581 ($\pm 0,02$)
Soja		0,1995 ($\pm 0,02$)
Canola		0,1857 ($\pm 0,04$)
Girassol		0,1975 ($\pm 0,01$)
Milho		0,2135 ($\pm 0,03$)
Coco	Hidróxido de Sódio (NaOH)	0,2756 ($\pm 0,03$)
Babaçu		0,2639 ($\pm 0,03$)
Soja		0,1922 ($\pm 0,01$)
Canola		0,2005 ($\pm 0,03$)
Girassol		0,1905 ($\pm 0,02$)
Milho		0,2097 ($\pm 0,02$)

Tabela 10: Índice de saponificação obtido para cada óleo

- Temperatura: A temperatura foi o único fator que manteve-se constante, variando de 60°C à 90°C.
- Tempo de saponificação: Foram testados tempos de saponificação diferentes, o tempo inicial determinado foi de 180 minutos, onde houve a formação de uma camada de gordura na parte superior do sabonete, mostrando que o óleo havia sido completamente saponificado. Em seguida o tempo foi elevado para 250 minutos, não houve a formação da camada de gordura, mas o pH inicial estava na faixa de 10, mostrando que a base não havia sido completamente consumida, como era esperado e durante a correção de pH para a faixa de 8, uma camada de gordura sem reagir permanecia na superfície do sabonete ou precipitava. O que possivelmente ocasionou essas precipitações foi a saponificação parcial, ou seja, não houve a quebra completa de R₁, R₂ e R₃ (figura 2) dos ácidos graxos, podendo ter ocorrido a formação de diglicerídeos ou monoglicerídeos.
- Volume de água: A massa de óleo utilizada foi de 130g. E o volume de água inicial utilizado 50mL de água, esse volume foi alterado duas vezes, com variação média de 100 mL aproximadamente à cada alteração, com o objetivo de diminuir a viscosidade do sabonete, que apresentava geleificação (aspecto gelatinoso), com a quantidade de água utilizada inicialmente. Com o hidróxido de só-

dio foi necessário adicionar 200 mL água na etapa inicial, pois o coeficiente de solubilidade dessa base é baixíssimo em álcool - catalisador da reação. Essas alterações no volume de água ocasionaram um rendimento final maior, porém nas misturas 1A, 2A, 1B e 2B, causou uma alteração indesejada na viscosidade do sabonete, mostrando que para essas misturas o volume deve ser reduzido.

- **pH:** O pH das amostras foi corrigido para a faixa de 8, pois sabonetes líquidos segundo a Associação Brasileira de Indústria de Higiene (ABIHPEC), devem ter o pH final dentro dessa faixa. Foram testados ácidos orgânicos e inorgânicos, porém a maioria causava alterações não desejadas na aparência dos sabonetes, e alguns desencadeavam um processo de tamponamento e não atingiam a faixa de pH desejada. Os ácidos que menos causaram alteração foi o ácido cítrico e o ácido lático. As alterações na aparência podem ser observadas nas imagens abaixo. Onde na primeira imagem temos um sabonete antes da correção e na segunda imagem temos um produto depois da correção (Figura 3).



Figura 3: Mistura de óleo de canola com NaOH.

À direita o sabonete com $\text{pH} \approx 10$ e à esquerda o sabonete após correção do $\text{pH} \approx 8$. Fonte: Própria.

- **Viscosidade:** a determinação da viscosidade dos sabonetes, foi obtida em duplo a través de um viscosímetro de rotação, devidamente calibrado com glicerina. E os resultados obtidos encontram-se na tabela 11. A viscosidade dos sabonetes líquidos vegetais produzidos é menor que a viscosidade dos sabonetes comerciais comuns à base de lauril éter sulfato, que segundo à ABIHPEC deve girar entre 2500 mPa s^{-1} à 4000 mPa s^{-1} , o aumento de temperatura do sabonete também ocasiona diminuição na viscosidade. Essa propriedade dos sabonetes líquidos vegetais produzidos foi ajustada, pois, se o sabonete ficar com o aspecto aquoso ou gelatinoso, dificulta sua aplicação e deixa a desejar no aspecto estético. Os valores da viscosidade portanto, para apresentarem resultados dentro do esperado, devem ficar dentro da faixa de 1200 mPa s^{-1} à 2500 mPa s^{-1} . Assim podemos concluir que dos sabonetes produzidos, apenas uma parte obteve resultados satisfatórios

Misturas	Viscosidade em mPa.s ⁻¹		
	10°C	25°C	40°C
1A	9150	4000	900
2A	6150	5000	4500
3A	5000	3000	1550
4A	3000	1500	550
5A	14750	4500	2250
6A	4000	2250	1250
1B	1500	750	500
2B	2150	2750	900
3B	3150	2100	1850
4B	8250	2700	600
5B	1650	1350	1000
6B	17000	6750	3800

Tabela 11: Viscosidade dos sabonetes à diferentes temperaturas.

- Aparência, espumação e estabilidade: A aparência dos sabonetes foi observada segundo a sua translucidez (TR), coloração (CR) e aroma (AR). Os resultados foram bastante variados, pois como mencionado anteriormente as propriedades das matérias primas são o fator fundamental da qualidade do produto final. Essas mesmas características afetam a espumação. A estabilidade dos sabonetes foi observada em diferentes temperaturas, pois houve alteração na aparência dos produtos, com a mudança na temperatura de armazenamento, conforme imagens 4, 5 e 6 a seguir.

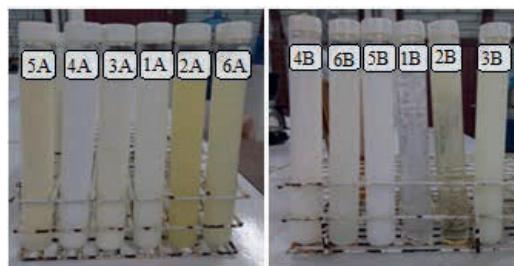


Figura 4 – Sabonetes à 10°C. Fonte: própria

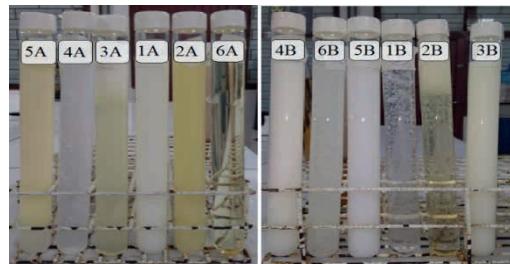


Figura 5 - Sabonetes à 25°C. Fonte: própria

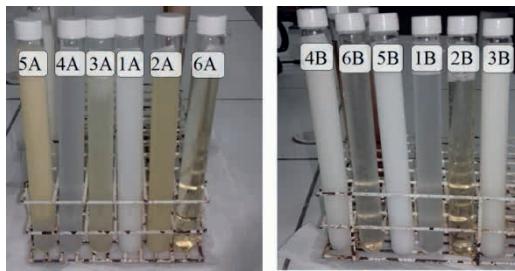


Figura 6 - Sabonetes à 40°C. Fonte: própria

Através desse conjunto de fatores analisados os sabonetes receberam uma classificação final, considerando a qualidade da matéria prima, da saponificação e da aparência e características físico – químicas dos produtos finais. Sendo que ainda se fazem necessários ajustes, abrindo precedente para continuação dos estudos.

Quando todos os objetivos foram atingidos sua classificação é 5, para produtos que atingiram parcialmente o objetivo a classificação foi 4 ou 3, dependo de quantos objetivos foram atingidos e quais não foram, e quando a qualidade do sabonete mostrou-se aquém dos requisitos mínimos a classificação foi 2 ou 1. Conforme tabela 12.

Óleo Vegetal	Sigla da Mistura	Classificação			
		TR	CR	AR	Final
<i>Coco</i>	1A	2	3	5	3
<i>Babaçu</i>	2A	4	3	5	3
<i>Soja</i>	3A	1	1	1	1
<i>Canola</i>	4A	3	3	3	3
<i>Girassol</i>	5A	2	2	3	2
<i>Milho</i>	6A	5	5	4	5
<i>Coco</i>	1B	3	4	5	4
<i>Babaçu</i>	2B	4	4	5	4
<i>Soja</i>	3B	1	1	1	1
<i>Canola</i>	4B	3	3	3	3
<i>Girassol</i>	5B	2	2	3	2
<i>Milho</i>	6B	4	4	4	4

Tabela 12: Classificação da qualidade final dos sabonetes produzidos

5 | CONCLUSÕES

Portanto, de todos os fatores analisados podemos concluir que é possível produzir um sabonete líquido vegetal, com alto padrão de qualidade. Para conseguir atingir este objetivo, se faz necessário observar principalmente a escolha das matérias primas, método e cuidados durante a produção, os resultados das análises físico-químicas e por fim a

aparência do produto final.

Na escolha das matérias primas, a composição, método de extração e armazenamento do óleo causam alterações relevantes ao produto final. As bases utilizadas também possuem propriedades próprias, como por exemplo solubilidade no meio e massa molecular diferentes. Durante o processo de produção, o controle da temperatura, cuidados com a pesagem correta, ordem e tempo de adição dos reagentes, e um sistema de saponificação diferente do utilizado, possa levar a melhores resultados, tornando a etapa de correção do pH menos significativa. Nas análises físico-químicas, o cuidado com a calibração, e aferir as medidas em duplicata ou triplicata, aumenta a confiabilidade dos resultados. Na aparência final do sabonete, a translucidez, coloração e odor são definitivamente os pontos que merecem destaque nas observações, pois apresentaram alterações significativas, com uma saponificação mais eficiente, essas alterações poderiam ser evitadas, o que levaria a uma maior estabilidade do produto. Para isso ainda podem ser feitos outros estudos, para que as alterações observadas tornem-se menores ou venham a desaparecer.

Assim podemos concluir que as diferentes condições experimentais e as características próprias das matérias primas, foram observadas durante a pesquisa, cumprindo o objetivo inicial do trabalho. Porém os resultados obtidos levam a necessidade de novos testes, abrindo precedente para continuação dos estudos, sempre buscando otimizar os processos e realizando análises mais profundas (ABIHPEC, 2015).

REFERÊNCIAS

III Caderno de Tendências 2014-2015 ABIHPEC; **Associação Brasileira da Indústria de higiene Pessoal, Perfumarias e Cosméticos**, pág. 191, 2014. BORSATO, D. et. al., Detergentes Naturais e Sintéticos, Londrina, UEL, p.60, 2015.

CARPINÉ, Danielle. **DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILME EMULSIONADO BIODEGRADÁVEL PRODUZIDO A PARTIR DE PROTEÍNA ISOLADA DE SOJA, ÓLEO DE COCO E SURFACTANTES NATURAIS**. 2015. 117 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Engenharia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015. Cap. 2

JUSTINO, A. L.; **A ENGENHARIA DE PRODUZIR SABONETES COM ÓLEO VEGETAL: UMA PRODUÇÃO SUSTENTÁVEL**, e-xacta, Belo Horizonte, v. 4, n. 2 – Edição Especial Interdisciplinaridade. p. 19-28. (2011). Editora UniBH.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **NLM QU50: Métodos Físico-Químicos para análise de alimentos**. 4 ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1000 p., 600-601.

MACHADO, Getúlio Costa; CHAVES, José Benício Paes; ANTONIASSI, Rosemar. **COMPOSIÇÃO EM ÁCIDOS GRAXOS E CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DE ÓLEOS HIDROGENADOS DE COCO BABAÇU**. Ceres, Viçosa, v. 308, n. 53, p.463-470, jul. 2006. Mensal.

MANDARINO, José Marco Contijo; ROESSING, Antônio Carlos; BENASSI, Vera Toledo. **Óleos: Alimentos funcionais**. Londrina: Embrapa Soja, 2005. 91 p.

RITTNER, H. **Sabão: Tecnologia e Utilização**. 1ed. São Paulo: H. Rittner, 1995. p.1-5, 83-88, 159, 167, 176-177, 183-186, 190, 208-210.

ZENI, Diego Batista. **EFEITOS DA TEMPERATURA NA SECAGEM E DA UMIDADE RELATIVA NO ARMAZENAMENTO SOBRE A QUALIDADE DE GRÃOS E ÓLEO DE CANOLA PARA BIOCOMBUSTÍVEL**. 2010. 58 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Tecnologia Agroindustrial, Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2010. Cap. 2.

CAPÍTULO 5

O POTENCIAL DO USO DE HIDROGEL DE CELULOSE BACTERIANA NA ADSORÇÃO E LIBERAÇÃO DE FÁRMACOS: UMA REVISÃO BIBLIOMÉTRICA

Data de aceite: 22/12/2023

Ariane Maria da Silva Santos

LIMAV – Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados, Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portella, 64049-550, Teresina, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/1346715183887022>

Albert Santos Silva

LIMAV – Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados, Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portella, 64049-550, Teresina, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/0110955760551834>

Érico Rego Dias

LIMAV – Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados, Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portella, 64049-550, Teresina, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/9174165744230711>

Josy Anteveli Osajima Furtini

LIMAV – Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados, Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portella, 64049-550, Teresina, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/4805147682740024>

Hernane da Silva Barud

Universidade de Araraquara, UNIARA, 14801-320, Araraquara, São Paulo, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/7020467292690112>

Edson Cavalcanti Silva-Filho

LIMAV – Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados, Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portella, 64049-550, Teresina, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/7892423373858047>

RESUMO: O hidrogel de celulose bacteriana é um material de muito potencial para diversas áreas, devido a presença de poros, capacidade de intumescimento, não-toxicidade e facilidade para modificação química. Várias destas propriedades existem devido as cadeias poliméricas formam redes tridimensionais e consequentemente possui a capacidade de inchar devido à presença de grupos hidrofílicos, mesmo sendo insolúveis em água, o que os torna alternativas eficazes como adsorventes. Este material é produzido a partir de bactérias, como *Komagataeibacter xylinus*, e possui uma estrutura que facilita a absorção de moléculas de fármacos.

Este hidrogel é altamente biocompatível, e capaz de adsorver/remover uma variedade de fármacos, incluindo antibióticos, analgésicos e agentes terapêuticos, tornando-o útil na área ambiental e em sistemas de liberação controlada. A produção do hidrogel a partir de bactérias é uma abordagem ambientalmente sustentável, o que o torna uma opção amigável para estas aplicações. Portanto, os hidrogéis estão emergindo como possíveis materiais adsorventes para substâncias poluentes, e a celulose bacteriana se destaca como uma escolha ideal como base polimérica para esses adsorventes. Assim, este trabalho é uma revisão sistemática realizada, compreendendo o período de 1985 a 2023, de hidrogel de celulose bacteriana na adsorção de fármacos e sua aplicação em sistemas de liberação controlada de medicamentos oferecendo benefícios significativos para a eficácia e a segurança dos tratamentos farmacêuticos.

PALAVRAS-CHAVE: adsorvente, base polimérica, sustentável.

THE POTENTIAL OF USING BACTERIAL CELLULOSE HYDROGEL IN THE ADSORPTION AND RELEASE OF DRUGS: A BIBLIOMETRIC REVIEW

ABSTRACT: Bacterial cellulose hydrogel is a material with great potential in several areas due to the presence of pores, swelling capacity, non-toxicity, and ease of chemical modification. Several of these properties exist because polymer chains form three-dimensional networks and consequently can swell due to the presence of hydrophilic groups, even though they are insoluble in water, which makes them effective alternatives as adsorbents. This material is produced from bacteria, such as *Komagataeibacter xylinus*, and has a structure that facilitates the absorption of drug molecules. This hydrogel is highly biocompatible and capable of adsorbing/removing a variety of drugs, including antibiotics, analgesics and therapeutic agents, making it useful in the environmental field and in controlled release systems. Producing the hydrogel from bacteria is an environmentally sustainable approach, which makes it a friendly option for these applications. Therefore, hydrogels are emerging as possible adsorbent materials for polluting substances, and bacterial cellulose stands out as an ideal choice as a polymeric base for these adsorbents. Thus, this work is a systematic review covering the period from 1985 to 2023 of bacterial cellulose hydrogel in drug adsorption and its application in controlled drug release systems, offering significant benefits for the efficacy and safety of pharmaceutical treatments.

KEYWORDS: adsorbent, polymeric base, sustainable

1 | INTRODUÇÃO

Uma das grandes preocupações da ONU é com o respeito ao meio ambiente. Com isso, a utilização de polímeros naturais como celulose, amido, quitina, dentre outros, em substituição das fontes sintéticas está em foco, assim como os materiais obtidos de fontes bacterianas, que sejam sustentáveis. E, ao contrário da celulose vegetal, a celulose bacteriana possui maior pureza, pois não apresenta hemicelulose e lignina, o que tem atraído muita atenção para a área de saúde (PAN et al., 2023) eliminando assim etapas de purificação, evitando aumento de custo e uso de solventes, como ocorre na maioria das vezes.

Com suas características vantajosas como rede fibrilar tridimensional, biocompatibilidade, retenção de água e não-toxicidade, a celulose bacteriana, que pode ser obtida a partir de bactérias dos gêneros *Aerobacter*, *Agrobacterium*, *Rhizobium*, *Azotobacter*, *Komagataei*, *Pseudomonas*, *Alcaligenes* e *Rhodobacter*, tem ganhado notoriedade na ciência nas áreas alimentícia, biomédica, tecnológica e ambiental (Jang et al., 2023).

Nos últimos anos, com os avanços na química verde e na nanotecnologia, a celulose bacteriana tem se destacado cada vez mais, sendo objeto de interesse tanto no meio acadêmico quanto na indústria. Como um hidrogel natural, o hidrogel de celulose bacteriana incorpora as vantagens da abordagem sustentável e de baixa toxicidade (PAN et al., 2023).

Como adsorventes alternativos, os hidrogéis são definidos como cadeias poliméricas formadas por redes tridimensionais que são capazes de intumescer por possuírem grupos hidrofílicos, mesmo sendo insolúveis em água. As interações químicas da rede reticulada dos hidrogéis podem ser formadas por ligações de hidrogênio, ligações covalentes e interações de van der Waals. Assim, os hidrogéis estão surgindo como potenciais adsorventes para poluentes e a celulose bacteriana é a escolha perfeita para polímero base (Kushwaha & Singh, 2023). Algumas propriedades gerais do hidrogel estão apresentadas na figura 1.

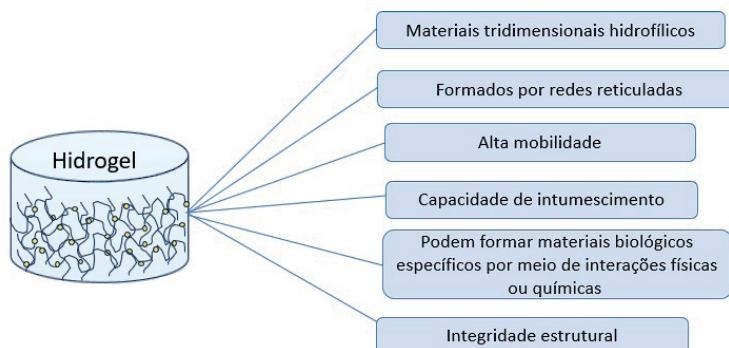


Figura 1 – Propriedades gerais dos hidrogéis

Fonte: Autores

Os polissacarídeos são derivados de diversas fontes, abrangendo desde amido e celulose de plantas até ácido hialurônico de animais, quitosana, carragenina e ciclodextrina de microrganismos. Devido a suas propriedades, tais como não toxicidade, degradabilidade, baixa biocompatibilidade e custo acessível, os hidrogéis à base de polissacarídeos encontram ampla aplicação (Radoor et al., 2024).

O hidrogel de celulose bacteriana apresenta características memoráveis como hidrofilicidade, intumescimento e alta capacidade de modificação química, já que possui em sua superfície muitos grupos hidroxilas (Pan et al., 2023).

Na área biomédica, as aplicações de hidrogéis de celulose bacteriana são em

cicatrização de feridas (Meng et al., 2023), para remediação ambiental na purificação de água, adsorção de metais pesados, corantes e fármacos, para a agricultura como reservatório de água, pois o hidrogel libera a água absorvida sem utilizar água adicional de fontes externas, além de se comportar como condicionador de solo, melhorando a qualidade física e química do solo, agindo ainda liberando nutrientes. E ainda, aplicáveis como biossensores devido a características como transparência e flexibilidade (Kundu et al., 2022).

Este capítulo tem como objetivo apresentar o potencial do hidrogel de celulose bacteriana na adsorção de fármaco e ainda alguns exemplos potenciais como uso em liberação de drogas, baseado numa revisão bibliométrica.

2 | METODOLOGIA

Foi realizada uma pesquisa bibliométrica nas bases de dados WEB OF SCIENCE e SCOPUS em setembro de 2023 para artigos publicados sem delimitação de tempo. A pesquisa foi realizada nos campos “palavras-chave”, “título”, “resumo” utilizando as combinações HYDROGEL AND “BACTERIAL CELLULOSE” AND “ADSORPTION OR “DRUG DELIVERY”. A análise dos resultados foi feita com auxílio dos softwares *Bibliometrix* e *R Studio*. Os artigos duplicados foram excluídos da pesquisa.

3 | RESULTADOS

3.1 ANÁLISE DOS ARTIGOS

O número de artigos encontrados na pesquisa em bases de dados foram 123 resultados para Web of Science e 174 para Scopus com exclusão de 23 arquivos duplicados que apareciam em ambas as bases, resultando num total de 274 artigos. Analisando esses resultados, a nuvem de palavras com principais expressões utilizadas é ilustrada na figura 2.

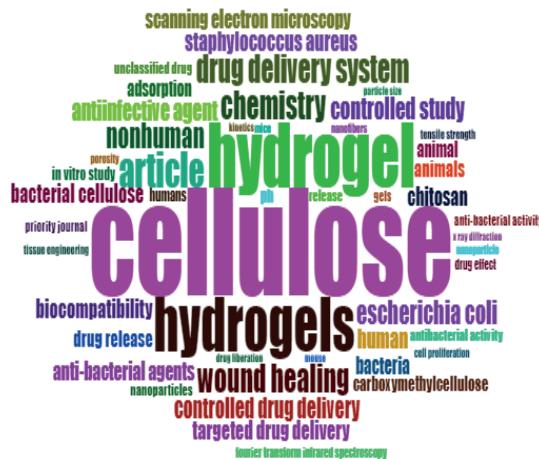


Figura 2 – Nuvem de palavras com expressões mais encontradas nas bases de dados web of science e scopus

Fonte: Bibliometrix

Numa visão panorâmica, a nuvem de palavras mostra os termos mais recorrentes da pesquisa e observa-se que a palavra “adsorption” aparece bem discretamente quando em comparação com “cellulose”, já que celulose e outros polissacarídeos já vêm sendo utilizados há mais tempo devido a sua abundância, renovabilidade e apelo a sustentabilidade (Phan et al., 2023, Siangsanh et al., 2018). Assim, mais pesquisas devem ser dedicadas a aplicação de hidrogéis de celulose bacteriana na adsorção de poluentes.

A celulose bacteriana mesmo com tantas qualidades como “biocompatibility” e ser não ser tóxica, apresenta a desvantagem de não ter atividade antibacteriana que aparece na nuvem de palavras como “antibacterial activity”, assim, o hidrogel ainda pode ser modificado quimicamente com “antibacterial agents” expandindo suas aplicações em cicatrização de feridas e reparo de tecidos (Deng et al., 2023).

Das 15 revistas que mais publicaram com esse tema estão a Carbohydrate Polymers de fator de impacto 11,2 (2023), International Journal of Biological Macromolecules com fator de impacto 8,2 (2023) e Cellulose de fator de impacto 5,7 (2022), que são revistas relevantes para a comunidade científica abordando estudos originais de grande impacto como mostra a figura 3.

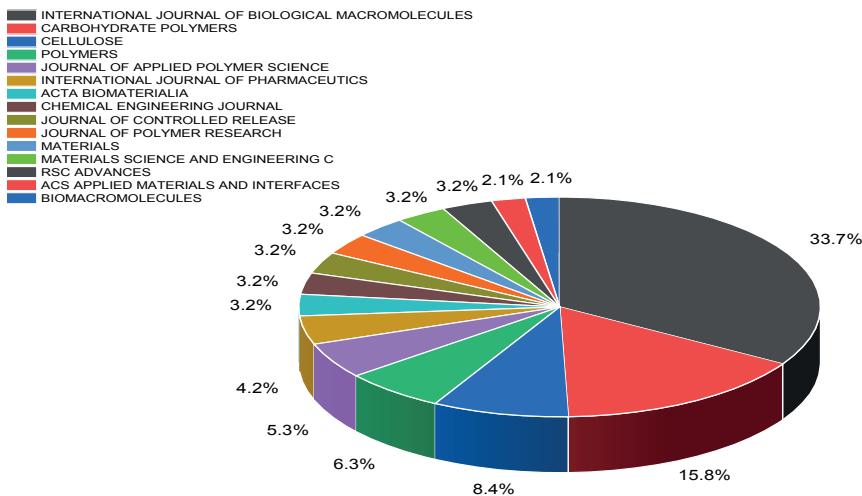


Figura 3 – Revistas que mais publicaram com o tema pesquisado

Fonte: Autores

De acordo com a produção anual, figura 4, em 1985 apenas um artigo foi publicado com o tema pesquisado e entre os anos 1986 e 2005, nenhum artigo foi publicado. Já o ano de 2020 teve a maior quantidade de publicações, 34 no total. É interessante notar que foi o ano da pandemia de COVID-19, com crescimento das publicações realizadas em períodos anteriores, principalmente com o tema de aplicação em sistemas de liberação controlada de fármaco (Bagewadi et al., 2020) com testes *in vitro* de liberação de medicamentos anticancerígenos e ainda, os efeitos da toxicidade destas drogas, resultando em hidrogéis de celulose bacteriana com potencial para liberação segura destes medicamentos (Khojastehfar & Mahjoub, 2020). Mesmo sendo o ano de 2020, o ano da pandemia de COVID-19, nenhum dos resultados analisados não mostrou artigo com o tema da pandemia, confirmando que estas publicações se referiam a trabalhos desenvolvidos anteriormente.

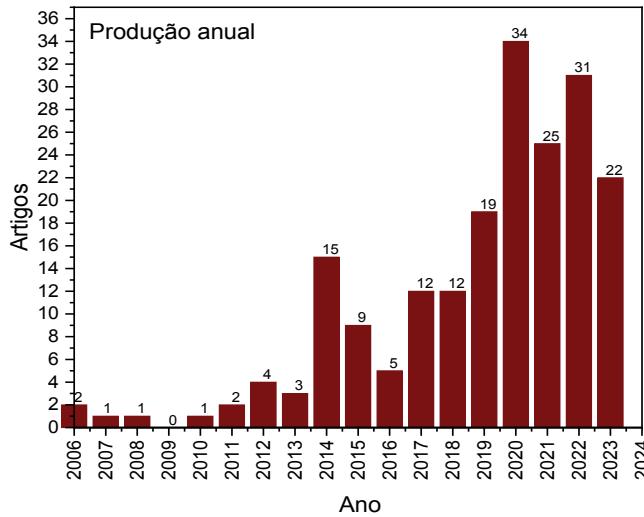


Figura 4 – Produção anual de artigos publicados com o tema pesquisado

Fonte: Autores

Em relação aos 25 países que mais publicaram com o tema abordado, estão a China, Malásia, Índia, Estados Unidos e Iran, que estão relacionados aos autores correspondentes como mostra na figura 5.

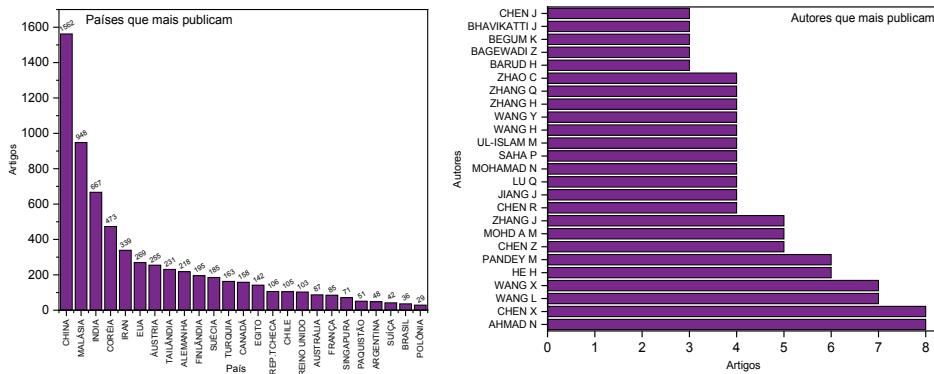


Figura 5 – Países e autores correspondentes que mais publicaram com as expressões pesquisadas

Fonte: Autores

A China aparece em primeiro lugar pelo fato de possuir uma bebida típica chamada Kombucha conhecida por ter propriedades medicinais. Esta bebida contém a bactéria da família *Komagataeibacter xylinus*, e muito utilizada para a produção de celulose bacteriana, que posteriormente descobriu-se potencial para aplicações admiráveis (Dartora et al.,

2023).

O Brasil aparece na 24^a posição, com 36 artigos publicados, com destaque para as produções de Hernane da Silva Barud da Universidade de Araraquara e seus colaboradores, que trata de materiais a base de celulose bacteriana para cicatrização de feridas (De Sousa Moraes et al., 2016; Horue et al., 2023), e outras aplicações. A região sul do Brasil é a que mais publica, com vários artigos de autores de Santa Catarina que tratam de hidrogéis de celulose bacteriana modificados, como por exemplo, com argila para sistema de curativos por lesão (Fucina et al., 2022; Menegasso et al., 2022; Ramírez-Carmona et al., 2023) ou ainda, características no padrão de processamento e a influência na formação da celulose bacteriana (Brandes et al., 2018; Trindade et al., 2020).

Chen e Ahmad se destacam como os autores que mais publicaram com pesquisas relacionadas a características estruturais dos hidrogéis reforçados com celulose bacteriana (ZHAO et al., 2015) e hidrogéis responsivos a estímulos para biodisponibilidade de insulina oral e novas sínteses de hidrogel de celulose bacteriana com ácido acrílico por feixe de elétrons para cicatrização de queimaduras (Mohamad et al., 2014; Pandey et al., 2013).

3.2 SÍNTESE DE HIDROGEL A PARTIR DE CELULOSE BACTERIANA

É importante, primeiramente categorizar o termo nanocelulose em três seções principais: as que incluem nanofibrilas de celulose longas e flexíveis (NFC), nanocristais de celulose curtos e rígidos (NCC) e nanocelulose bacteriana cristalina altamente pura (NCB). As nanofibrilas de celulose constituem as unidades estruturais menores das fibras vegetais, obtidas por meio de desfibrilação mecânica após tratamentos químicos opcionais (como oxidação mediada por TEMPO, carboximetilação, fosforilação, entre outros) e/ou processos enzimáticos. Por outro lado, as partículas rígidas em forma de bastonete altamente cristalinas conhecidas como nanocristais de celulose são produzidas por hidrólise química ou oxidação de fibras celulósicas, removendo seletivamente os domínios menos ordenados presentes em estruturas como as CNF (Ferreira et al., 2020).

A nanocelulose bacteriana cristalina, também conhecida como celulose bacteriana ou biocelulose, representa uma categoria específica produzida por bactérias a partir de fontes de carbono de baixo peso molecular e é completamente desprovida de lignina e hemicelulose. (FERREIRA et al., 2020). Pode ser produzida por meio estático ou meio agitado. No meio estático, um material gelatinoso é depositado na interface sob condições controladas, e consequente aumento de espessura. Em meio agitado, há geração de pequenos pellets ao invés de películas. Além disso, a celulose bacteriana possui grupos hidroxilas que podem formar uma rede unida por ligações de hidrogênio facilitando a formação de gel (Jiang et al., 2022; Shojaeiarani et al., 2019; Curvello et al., 2019.).

Os hidrogéis de celulose bacteriana possuem até 99% de água e exibem estrutura rica em poros e redes ultrafinas tridimensionais de fibrilas, que também definem suas

características únicas como permeabilidade e alto módulo de Young (Chen, Lopez-Sanchez, et al., 2023). Adicionalmente, a celulose mantém uma relativa estabilidade em um ambiente fortemente alcalino com uma reação de hidrólise mínima, o que contribui para a preservação da sua integridade estrutural (Zhang et al., 2021).

As reações de reticulação também podem alterar as propriedades do hidrogel de celulose bacteriana, podendo ser do tipo covalente química e do tipo reticulação física contribuindo também a morfologia da superfície, rede polimérica e porosidade (He et al., 2022), como mostra a figura 6.

Hidrogéis que possuem reticulação física são formados devido a interações não covalentes entre moléculas, enquanto os hidrogéis com reticulação química são normalmente criados através de processos de polimerização por radicais livres, os quais podem ser induzidos por luz, calor ou radiação. Estes sistemas de hidrogéis poliméricos têm aplicações significativas na vida cotidiana e na medicina. No entanto, a resistência mecânica de uma única rede quimicamente reticulada é limitada, e, geralmente, para desenvolver hidrogéis robustos, como os hidrogéis de dupla reticulação, múltiplas redes são preparadas (Sapuña et al., 2023; Zhang et al., 2023; Zheng et al., 2023).



Figura 6 – Vantagens e desvantagens dos tipos de reticulação

Fonte: Autores

Além dos agentes de reticulação como acrilamida, ácido sulfônico, ácido acrílico (AA) e ácido metacrílico (MAA) (Jiang et al., 2022), é necessário o uso de iniciadores naturais ou sintéticos, para que os hidrogéis sejam sintetizados a partir de monômeros. A estrutura do hidrogel possui uma rigidez inata em ambientes ácidos e básicos, que está ligada à produção de ligações de hidrogênio em pH baixo e forças repulsivas eletrostáticas em pH alto (Manzoor et al., 2022).

Os hidrogéis de celulose bacteriana responsivos ao pH são comumente sintetizados a partir de polímeros contendo grupos funcionais ácidos fracos (-COOH) ou bases fracas (-NH₂). Os grupos funcionais ionizáveis recebem ou doam prótons e resulta no processo de intumescimento. Um hidrogel sensível ao pH composto de polímero acrílico (PAA) e celulose bacteriana exibiu uma sensibilidade ao pH na faixa de pH de 3 a 11. Alguns outros parâmetros que também contribuem aos estímulos responsivos para os hidrogéis são ilustrados na figura 7 (Shojaeiarani et al., 2019).

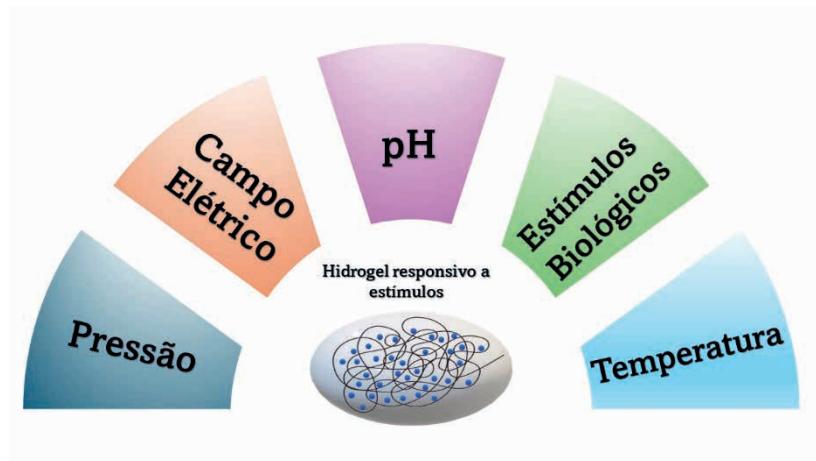


Figura 7 – Principais agentes responsivos como ação dos hidrogéis

Fonte: Autores

3.3 INFLUÊNCIA DA CELULOSE BACTERIANA NAS PROPRIEDADES DO HIDROGEL PARA ADSORÇÃO E LIBERAÇÃO DE FÁRMACO

A celulose bacteriana pode melhorar a resistência mecânica dos hidrogéis, pois facilita a reticulação, além disso, apresentam estrutura porosa, fortalecimento da rede tridimensional e cristalinidade aumentada com estruturas de rede mais bem organizadas (Thivya et al., 2022; Jayan et al., 2023). Devido a força alta de cisalhamento, a estrutura do hidrogel poderia ser rompida e se tornar um líquido viscoso, porém a celulose bacteriana também pode melhorar as propriedades reológicas (He et al., 2022). A caracterização dos hidrogéis de celulose bacteriana fornece uma variedade de informações abrangendo diversas características. Algumas delas são mostradas na figura 8.

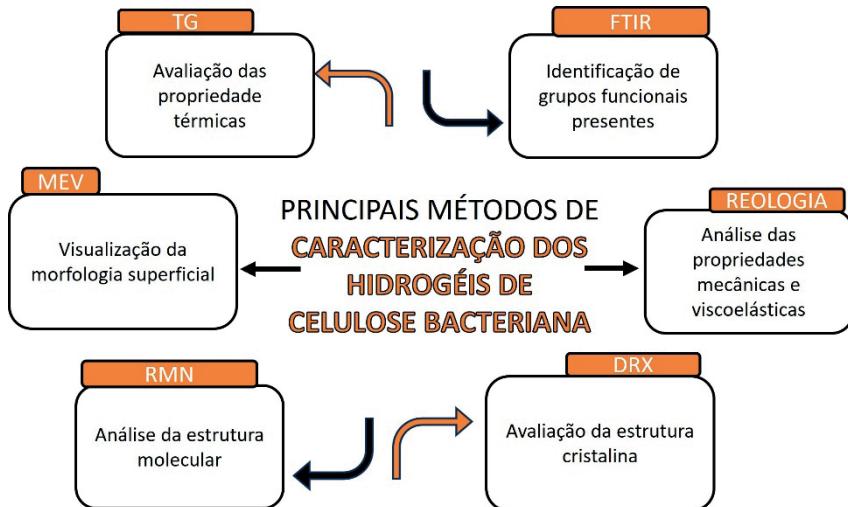


Figura 8 - Métodos de caracterização utilizados para hidrogéis de celulose bacteriana

Fonte: Autores

Essas técnicas, quando utilizadas em conjunto, proporcionam uma caracterização abrangente, permitindo aos pesquisadores e cientistas obter informações valiosas sobre a estrutura, composição, propriedades térmicas, mecânicas e outras características importantes dos hidrogéis de celulose bacteriana.

É uma grande vantagem para adsorção e carregamento de medicamentos, os hidrogéis serem formados por redes tridimensionais. Além disso, intumescem em água e este inchaço implica num processo de liberação de medicamentos, porém, a baixa solubilidade em água pode prejudicar o desempenho terapêutico no local de ação (Jiang et al., 2022).

Os reticulantes químicos podem melhorar a capacidade de adsorção nos hidrogéis de celulose bacteriana devido à presença dos grupos funcionais reativos em sua estrutura. Assim, os hidrogéis reticulados quimicamente exibem propriedades mais uniformes e menos sensibilidade de intumescimento a diferentes estímulos, como o pH, em comparação com os hidrogéis reticulados fisicamente (Shojaeiarani et al., 2019).

Hidrogéis de celulose bacteriana ainda podem ser funcionalizados e derivados de biomassa com características de alta porosidade e cristalinidade, complexa estrutura de rede, estabilidade térmica, biocompatibilidade e capacidade de retenção de água. (Jayan et al., 2023). A celulose bacteriana ainda pode ser modificada quimicamente para melhorar as propriedades de biocompatibilidade e flexibilidade, como por exemplo a produção de hidrogel com celulose bacteriana modificada com dialdeído e hidroxipopoltrimetilâmônio, apresentando também características antibacterianas para o material produzido, ainda sendo promissora para aplicações de remediação ambiental (Zheng et al., 2023).

As propriedades elásticas do hidrogel com celulose bacteriana são influenciadas pelo tratamento alcalino utilizado, resultando em uma deformação irreversível a partir de cisalhamento e módulos de perda. As interações de Van der Walls e as ligações de hidrogênio regem essa síntese fazendo com que a estrutura do hidrogel fique mais porosa (Ahmaruzzaman et al., 2023).

As cadeias poliméricas do hidrogel de celulose bacteriana em meio aquoso têm capacidade extraordinária de intumescimento e essa absorção de água permite o controle do tamanho de poros e sua distribuição da estrutura do tamanho do gel, afetando a rigidez e flexibilidade da amostra já que na adsorção de medicamentos, é importante o controle dos aspectos estruturais, principalmente para liberação de fármacos, para a sustentação destes (Curvello; Raghuvanshi; Garnier, 2019). Alguns exemplos dos tipos de mecanismos de adsorção são ilustrados na figura 9.

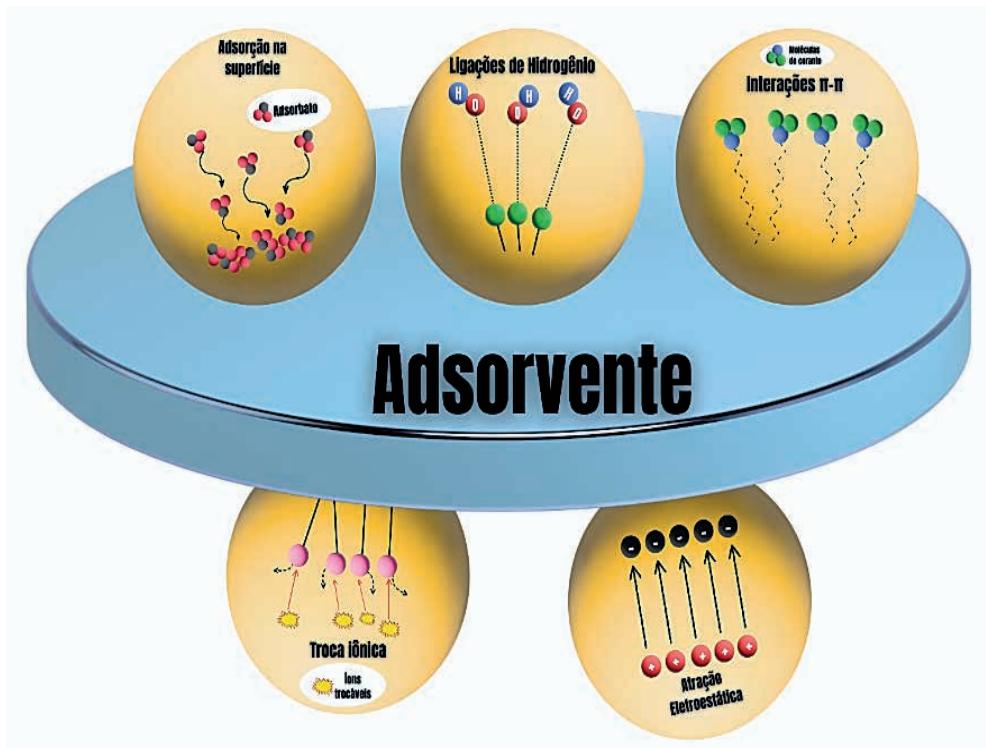


Figura 9 – Alguns mecanismos de adsorção para hidrogel

Fonte: Autores

3.4 OUTRAS APLICAÇÕES DO HIDROGEL DE CELULOSE BACTERIANA

Uma das aplicações potenciais dos hidrogéis de celulose bacteriana é a possibilidade de utilizar como suporte para células 3D, com viabilidade do hidrogel intacta após 14 dias de cultura. Porém, há algumas limitações como digestão mediada apenas por celulase,

que requer incubação por 24h em temperatura de 37°C e as enzimas residuais apresentam contaminação com resultados inconclusivos (Bhattacharya et al., 2012; Kopjar et al., 2020; Treesuppharat et al., 2017; Radoor et al., 2024; Drury & Mooney, 2003).

A capacidade de reutilização é uma característica importante para um adsorvente. HCl foi utilizado em hidrogel de celulose bacteriana para dessorção de metais pesados com compósitos de hidrogel com Fe e Cr e obteve-se um resultado bem-sucedido com perda de menos de 20% em cinco ciclos de testes de adsorção e sem nenhuma perda na capacidade de adsorção (Kushwaha & Singh, 2023; Liu et al., 2018).

4 | CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS

Uma revisão com pesquisa bibliométrica atualizada foi realizada com o tema hidrogéis de celulose bacteriana. A revista Carbohydrate Polymers, com um fator de impacto de 11,2 em 2023, está entre as 15 principais revistas que mais abordaram esse tema. Entre os 25 países que lideraram a publicação nesse tópico, destacam-se a China, Malásia, Índia, Estados Unidos e Irã. O Brasil ocupou a 24^a posição, com a publicação de 36 artigos notáveis, com ênfase nas contribuições de Hernane da Silva Barud e sua equipe da Universidade de Araraquara. Eles se concentraram no desenvolvimento de materiais à base de celulose bacteriana para a cicatrização de feridas.

A celulose bacteriana não apenas aprimora a resistência mecânica dos hidrogéis, facilitando a reticulação, mas também exibe uma estrutura porosa, fortalecimento da rede tridimensional e aumento da cristalinidade, com estruturas de rede mais organizadas. A produção desses hidrogéis é realizada a partir de reticulações químicas e/ou físicas resultando em materiais com alta capacidade de adsorção.

A adição de outros polissacarídeos, como alginato, milho, mandioca, quitosana, aos hidrogéis de celulose bacteriana permite a modificação das propriedades do material para atender a requisitos específicos em diversas aplicações biomédicas e industriais. Estes promissores hidrogéis apresentam características únicas como biocompatibilidade, alta resistência mecânica, não toxicidade porosidade. Diferentes métodos de síntese, estímulos a fatores como pH e temperatura afetarão as suas propriedades, aumentando as aplicações alinhadas as necessidades modernas, como podem desempenhar um papel adequado no controle das taxas de liberação de medicamentos, na promoção do crescimento celular e no desenvolvimento de tecidos, sendo aplicáveis em áreas como engenharia de tecidos e medicina regenerativa.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq (Processo. 309614/2021-0), INCT-INFO (Instituto Nacional de Fotônica), INCT Polissacarídeos, Anton Paar, Capes, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) (Processo nº 2013/07276-1), Fundação de

Amparo à Pesquisa do Piauí (FAPEPI). Edital no 04/2021 / Apoio aos Programas de Pós-Graduação (PDPG) – Apoio ao Desenvolvimento da Região Semiárida Brasileira ACORDO DE COOPERAÇÃO TÉCNICA Nº 1081/2021 / Processo: Nº 23038.006531/2021-17, celebrado entre FAPEPI/CAPES.

REFERÊNCIAS

AHMARUZZAMAN, M. et al. **Polymeric hydrogels-based materials for wastewater treatment.** *Chemosphere* Elsevier Ltd, , 1 ago. 2023.

BAGEWADI, Z. K. et al. Statistical optimization and characterization of bacterial cellulose produced by isolated thermophilic *Bacillus licheniformis* strain ZBT2. *Carbohydrate Research*, v. 491, 1 maio 2020.

BHATTACHARYA, M. et al. **Nanofibrillar cellulose hydrogel promotes three-dimensional liver cell culture.** *Journal of Controlled Release. Anais..* 28 dez. 2012.

BRANDES, R. et al. Influence of the Processing Parameters on the Characteristics of Spherical Bacterial Cellulose. *Fibers and Polymers*, v. 19, n. 2, p. 297–306, 1 fev. 2018.

CHEN, S. Q. et al. Hemicellulose-bacterial cellulose ribbon interactions affect the anisotropic mechanical behaviour of bacterial cellulose hydrogels. *Food Hydrocolloids*, v. 136, 1 mar. 2023.

CURVELLO, R.; RAGHUVANSHI, V. S.; GARNIER, G. **Engineering nanocellulose hydrogels for biomedical applications.** *Advances in Colloid and Interface Science* Elsevier B.V., , 1 maio 2019.

DARTORA, B. et al. Kombuchas from black tea, green tea, and yerba-mate decocts: Perceived sensory map, emotions, and physicochemical parameters. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, v. 33, 1 set. 2023.

DE SOUSA MORAES, P. R. F. et al. Bacterial cellulose/collagen hydrogel for wound healing. *Materials Research*, v. 19, n. 1, p. 106–116, 1 jan. 2016.

DENG, L. et al. Bacterial cellulose-based hydrogel with antibacterial activity and vascularization for wound healing. *Carbohydrate Polymers*, v. 308, 15 maio 2023.

FILIPEV.FERREIRA, CAIOG. O. D. B. LILIANEM. F. L. C. R. Porousnanocellulosegelsandfoams: Breakthroughstatusinthedevelopmentof scaffoldsfortissueengineering. *MaterialsToday*, v. 37, p. 126–141, 2020.

FUCINA, G. et al. Melanoma growth in non-chemically modified translucent bacterial nanocellulose hollow and compartmentalized spheres. *Biochimica et Biophysica Acta - General Subjects*, v. 1866, n. 9, 1 set. 2022.

HE, P. et al. **Nanocellulose-based hydrogels as versatile drug delivery vehicles: A review.** *International Journal of Biological Macromolecules* Elsevier B.V., , 1 dez. 2022.

JANG, E. J. et al. **Antibacterial and biodegradable food packaging film from bacterial cellulose.** *Food Control* Elsevier Ltd, , 1 nov. 2023.

JAYAN, S. S.; JAYAN, J. S.; SARITHA, A. **A review on recent advances towards sustainable development of bio-inspired agri-waste based cellulose aerogels.** *International Journal of Biological Macromolecules* Elsevier B.V., , 1 set. 2023.

JIANG, K.; ZHOU, X.; HE, T. The synthesis of bacterial cellulose-chitosan zwitterionic hydrogels with pH responsiveness for drug release mechanism of the naproxen. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 209, p. 814–824, 1 jun. 2022.

KHOJASTEHFAR, A.; MAHJOUB, S. Application of Nanocellulose Derivatives as Drug Carriers; A Novel Approach in Drug Delivery. **Anti-Cancer Agents in Medicinal Chemistry**, v. 21, n. 6, p. 692–702, 12 ago. 2020.

KUNDU, R. et al. **Cellulose hydrogels: Green and sustainable soft biomaterials.** *Current Research in Green and Sustainable Chemistry* Elsevier B.V., , 1 jan. 2022.

KUSHWAHA, J.; SINGH, R. **Cellulose hydrogel and its derivatives: A review of application in heavy metal adsorption.** *Inorganic Chemistry Communications* Elsevier B.V., , 1 jun. 2023.

MANZOOR, A. et al. **Recent insights into polysaccharide-based hydrogels and their potential applications in food sector: A review.** *International Journal of Biological Macromolecules* Elsevier B.V., , 31 jul. 2022.

MENEGASSO, J. F. et al. Modified montmorillonite-bacterial cellulose composites as a novel dressing system for pressure injury. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 194, p. 402–411, 1 jan. 2022.

MENG, S. et al. **Recent advances in bacterial cellulose-based antibacterial composites for infected wound therapy.** *Carbohydrate Polymers* Elsevier Ltd, , 15 set. 2023.

MOHAMAD, N. et al. Bacterial cellulose/acrylic acid hydrogel synthesized via electron beam irradiation: Accelerated burn wound healing in an animal model. **Carbohydrate Polymers**, v. 114, p. 312–320, 19 dez. 2014.

PAN, X. et al. **Bacterial cellulose hydrogel for sensors.** *Chemical Engineering Journal* Elsevier B.V., , 1 abr. 2023.

PANDEY, M. et al. Structure and Characteristics of Bacterial Cellulose-Based Hydrogels Prepared by Cryotropic Gelation and Irradiation Methods. **Polymer - Plastics Technology and Engineering**, v. 52, n. 14, p. 1510–1518, nov. 2013.

PHAN, H. T. et al. Nata de coco as an abundant bacterial cellulose resource to prepare aerogels for the removal of organic dyes in water. **Bioresource Technology Reports**, v. 24, 1 dez. 2023.

RADOOR, S. et al. Recent advances in cellulose- and alginate-based hydrogels for water and wastewater treatment: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 323, p. 121339, jan. 2024.

RAMÍREZ-CARMONA, M. et al. Production of Bacterial Cellulose Hydrogel and its Evaluation as a Proton Exchange Membrane. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 31, n. 6, p. 2462–2472, 1 jun. 2023.

SAPUŁA, P.; BIALIK-WAS, K.; MALARZ, K. **Are Natural Compounds a Promising Alternative to Synthetic Cross-Linking Agents in the Preparation of Hydrogels?** *Pharmaceutics* MDPI, , 1 jan. 2023.

SHOJAEIARANI, J.; BAJWA, D.; SHIRZADIFAR, A. **A review on cellulose nanocrystals as promising biocompounds for the synthesis of nanocomposite hydrogels.** *Carbohydrate Polymers* Elsevier Ltd, , 15 jul. 2019.

THIVYA, P.; AKALYA, S.; SINIJA, V. R. **A comprehensive review on cellulose-based hydrogel and its potential application in the food industry.** *Applied Food Research* Elsevier B.V., , 1 dez. 2022.

TRINDADE, E. C. A. et al. Carbon fiber-embedded bacterial cellulose/polyaniline nanocomposite with tailored for microbial fuel cells electrode. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 137, n. 35, 15 set. 2020.

ZHANG, S. et al. **Polysaccharide-based hydrogel promotes skin wound repair and research progress on its repair mechanism.** *International Journal of Biological Macromolecules* Elsevier B.V., , 1 set. 2023.

ZHANG, Y. et al. Bacterial cellulose hydrogel: A promising electrolyte for flexible zinc-air batteries. *Journal of Power Sources*, v. 482, 15 jan. 2021.

ZHAO, W. et al. Microstructural and mechanical characteristics of PHEMA-based nanofibre-reinforced hydrogel under compression. *Composites Part B: Engineering*, v. 76, p. 292–299, 2015.

ZHENG, Q. et al. Advances in intelligent response and nano-enhanced polysaccharide-based hydrogels: Material properties, response types, action mechanisms, applications. *Food Hydrocolloids*, p. 109190, ago. 2023.

CAPÍTULO 6

MICROENCAPSULATED AND NANOENCAPSULATED FLAVONOIDS AGAINST GLIOBLASTOMA CELLS

Data de aceite: 22/12/2023

Lisieux de Santana Julião

Programa de Pós-Graduação em Química,
Departamento de Química Orgânica,
Instituto de Química, UFRRJ,
Seropédica, Brazil.

Bruna Mafra de Faria

Department of Cell Biology, Yale
University, New Haven, CT, USA

Luciana Ferreira Romão

Instituto de Ciências Biomédicas, UFRJ,
Rio de Janeiro, Brazil.

Soniza Vieira Alves-Leon

Hospital Universitário Clementino Fraga
Filho, Rio de Janeiro, Brazil

Jorge Marcondes de Souza

Hospital Universitário Clementino Fraga
Filho, Rio de Janeiro, Brazil

Vivaldo Moura Neto

Instituto de Ciências Biomédicas, UFRJ,
Rio de Janeiro, Brazil.

Instituto Estadual do Cérebro Paulo
Niemeyer, Centro de Estudo e Pesquisa,
Secretaria de Estado de Saúde do Estado
do Rio de Janeiro, Brazil

Juarez Vicente

Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia de Alimentos, Departamento
de Tecnologia de Alimentos, Instituto de
Tecnologia, UFRRJ, Brazil
Pólo Universitário de Volta Redonda
(PUVR), UFF, Volta Redonda, Brazil;

Edwin Elard Garcia Rojas

Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia de Alimentos, Departamento
de Tecnologia de Alimentos, Instituto de
Tecnologia, UFRRJ, Brazil
Pólo Universitário de Volta Redonda
(PUVR), UFF, Volta Redonda, Brazil;

João Vicente Latorraca

Laboratório de Anatomia e Qualidade
da Madeira, Departamento de Produtos
Florestais, Instituto de Florestas,
UFRRJ, Brazil

Suzana Guimarães Leitão

Faculdade de Farmácia, Departamento de
Produtos Naturais e Alimentos, UFRJ,
Rio de Janeiro, Brazil.

Mário Geraldo de Carvalho

Programa de Pós-Graduação em Química,
Departamento de Química Orgânica,
Instituto de Química, UFRRJ,
Seropédica, Brazil.

ABSTRACT: The applications of microcapsules include the controlled release of drugs, protection against rust or protection of substances against interactions with the environment. Biodegradable microcapsules are typically used to increase the therapeutic value of water-soluble or –insoluble medicinal drugs, increasing bioavailability, solubility and retention time. Flavonoids are a class of metabolites with many biological properties. In the present study we prepared microcapsules and nanocapsules of the flavonoids apigenin, 7-apiosyl scutellarein and quercetin to be tested against different glioblastoma (GBM) cell lines. Nanocapsules of 7-apiosyl-scutellarein reduced the viability of U87 and GBM 95 cell lines. Microcapsules of apigenin and quercetin reduced cell viability and number of cells in culture in all GBM cell lines tested. Flavonoids and microcapsules were not cytotoxic to astrocytes. This is the first report of 7-apiosyl-scutellarein nanocapsules and their assays against gliomas.

KEYWORDS: Flavonoids, microcapsules, nanocapsules, NMR Solid analysis, glioblastoma.

1 | INTRODUCTION

Flavonoids are a large family of natural products that can be found in nearly all plant species. At present, flavonoids comprise more than 6500 natural compounds. They play an important role in the interaction of plants with the environment, being responsible for the color of flowers, fruits and sometimes of leaves, and also have a protective function against the harmful effects of ultraviolet radiation (1). Flavonoids play an important role in protecting plants against invasion by microorganisms. This function involves not only constituting derivatives, but also those that are accumulated as phytoalexins in response to this attack (2). Their distribution varies in different organs, tissues and growth stages and is influenced by environmental factors (1). The study of flavonoids is becoming increasingly interesting because of their important metabolic roles in plants and animals and their potent and diversified biological activities (3).

Malignant gliomas are primary brain tumors representing about 78% of all malignant tumors of the central nervous system (4). Glioblastoma (GBM) is one of the most aggressive human cancers. Despite current advances in multimodality therapies such as surgery, radiotherapy and chemotherapy, the outcome for patients with high grade gliomas remains fatal (5). Previous *in vitro* studies have demonstrated the potential inhibition of glioma cell growth by various flavonoids, leading to cell death as a sign of loss of viability. Quercetin acted in a dose- and time-dependent manner causing apoptosis through oxidative stress (6-8). Clinical studies of quercetin have been limited by its extreme water insolubility requiring dissolution in dimethylsulfoxide which is not biologically inert, with cases of neurological toxicity as well as cardiovascular and respiratory problems having been reported (9). Apigenin inhibited cell proliferation and reduced TGF- β , a multifunctional cytokine that stimulates migration and tissue invasion by glioma cells (10).

Microencapsulated products are widely used in the food, pharmaceutical and cosmetic industries. The particles obtained are called microcapsules or microspheres

according to their internal structure, i.e., core-shell-like or matrix, respectively. Microparticles may contain a solid, liquid or gaseous active substance ranging in size between about 1 micron and 1 millimeter. Particles of smaller size, from 1 nanometer to 1 micrometer, are called nanoparticles, nanocapsules and nanospheres and can also be distinguished according to their internal structure (11). Encapsulated drugs can have better solubility, with improved biological barrier crossing properties and better controlled release kinetics, leading to substantial clinical advantages including dose reduction, prevention of side effects and improvement of bioavailability within the targeted tumor cell (12-13). Resveratrol-loaded lipid-core nanocapsules and quercetin nanoliposomes induced C6 glioma cell death (14-16). Many polymers can be used for encapsulation through different techniques. Polylactic acid and its glycolic acid copolymers (poly(lactic-co-glycolic acid, PLGA) are widely employed for the preparation of sustained-release preparations and PLGA microparticles have been successfully employed against glioma cells (17). In the present study we prepared microcapsules of the flavonoids apigenin, 7-apiosyl scutellarein and quercetin for testing against different lines of glioblastoma cells.

2 | EXPERIMENTAL

2.1 General experimental procedures.

Quercetin, apigenin, PLGA and poly vinyl alcohol (PVA) were obtained from Sigma. 7-Apyosil scutellarein was isolated from *Lantana trifolia* as described below. HCl, acetonitrile, methanol, and acetone were purchased from Vetec and used without further purification. ¹ H (400 MHz), DEPT-Q (125 MHz), COSY, HSQC, and HMBC spectra were acquired at room temperature on a Bruker Topspin 400 NMR spectrometer (Rheinstetten, Germany) with tetramethylsilane as an internal standard. ESIMS was performed using an Esquire 3000 plus Bruker Daltonics spectrometer with a nebulizer: 27 Psi, Drygas: 7 L/min., Temp: 300°C, HV: 4000V. UV-vis absorption was measured with a Shimadzu, model UV-mini 1240-reader. Centribio centrifuge 80-2b. Hitachi TM3000 - Tabletop Microscope. Ultrasonic Processor, Hielscher, Germany. Malvern, Zetasizer ZS90 nanoseries; Malvern Instruments, UK. Column chromatography (CC) was performed on Sephadex LH-20 (Amersham Biosciences). Thin-layer chromatography (TLC) was performed on silica gel plates 60 PF254 (Merck) analyzed with a UV lamp (254 and 366 nm). All CC fractionations were based on TLC analyses. Cells were photographed with a Nikon Eclipse TE300 microscope and quantified with Image J software. Absorbance of the MTT assay was measured at 570 nm with a Victor 3 Perkin Elmer counter.

2.2 Flavonoid isolation

Leaves from *Lantana trifolia* were collected in Paracambi, Rio de Janeiro, Brazil in

2013 when the plants were in bloom. About 0.5 kg of dried leaves were pulverized and exhaustively extracted with ethyl acetate. The extract was then concentrated in a rotary evaporator and applied to a Sephadex colum with metanol. About 30 fractions of 150 mL were collected. The final fractions (25-30) contained the isolated flavonoid (**1**) identified by comparison of their spectroscopic data, especially NMR, with literature data (18).

2.3 Microcapsule preparation:

Apigenin (**5**), 7-apyosil scutellarein (**1**) and quercetin (**6**) microcapsules were prepared by a single emulsion evaporation method as described in (19). Briefly 40 mg from **1** and 160 mg PLGA were dissolved in 4 mL dichloromethane and the flavonoids apigenin and quercetin were dissolved in 4 mL acetonitrile. Next, these solutions were added separately dropwise to a 20 mL aqueous solution of 3% PVA (3%) and sonicated for 20 minutes using a Biovera Cristofoli sonicator (42 KHz). The solvent was evaporated under magnetic stirring for 12 h at room temperature and flavonoid microparticles were isolated by 60 min. centrifugation at 4000 rpm and then lyophilized. After centrifugation, the supernatant was recovered and assayed for unentrapped drug. The sediment was washed using the same amount of distilled water as of the supernatant and again centrifuged at 4000 rpm for 30 min. The washing process was repeated 3 times. All washes were collected, lyophilized and assayed for unentrapped drug. The microcapsules of apigenin (**2**), 7-apyosil scutellarein (**3**) and quercetin (**4**) were then obtained.

2.4 Scanning electron microscopy:

The external morphology of the microcapsules was analyzed with a Hitachi TM3000 - Tabletop Microscope. The microcapsules were fixed on a brass stub using double-sided adhesive tape and then observed under high vacuum conditions.

2.5 Particle size analysis and zeta potential

The average particle size and polydispersity index (PDI) of the microcapsules were analyzed with a laser particle size analyzer (Malvern, Zetasizer ZS90 nanoseries; Malvern Instruments, UK) using distilled water as a dispersant. The samples (20 mg in 100 mL distilled water) were stirred in an ultrasound bath (Ultrassonic Processor, Hilscher, Germany) for 12 min at 100% amplitude and 0.5 cycles per minute to form emulsions. The samples were then diluted 1:200 (v/v) and equilibrated in the instrument for 10 seconds. Data were collected using at least 100 measurements and processed using the Smoluchowski equation. Measurements were made in triplicate and the results are shown as mean \pm standard error.

2.6 Flavonoid quantification in the microcapsules and nanocapsules

Samples of **2-4** loaded microcapsules and nanocapsules were dispersed in 80% ethanol (3mL) and stirred for 5 min, followed by centrifugation at 4000 rpm for 10 min for extraction of apigenin, 7-apiosyl scutellarein and quercetin. The supernatant was reacted with 2% AlCl_3 in ethanol for 30 min at room temperature and absorbance was determined spectrophotometrically at 420 nm (20, 21). The amount of flavonoids present in the microcapsules was defined by comparison to a standard solution of quercetin. Microcapsules **2-4** with ethanol were used as control.

2.7 NMR Solid analisys

The cross-polarization magic angle spinning (CP/MAS) ^{13}C NMR spectrum (Figure 2) of the solid samples was obtained using a Bruker spectrometer Ultra Shield NMR at 400 MHz, cross-polarization pulse sequence (cp.av), 30 °C, a 100.61-MHz measurement frequency (22), with a contact time of 2 ms, 8 kHz spinning rate and 2048 scans.

2.8 GBM cell lines

The U87 cell line was purchased from ATCC® (U87MG - ATCC® HTB-14TM). The GBM 95 and GBM 02 cell lines were established in our laboratory as previously described (23). GBM cell lines were cultivated in Dulbecco's modified Eagle's medium-F12 (DMEM-F12) supplemented with 10% fetal bovine serum (FBS) and maintained at 37°C in a CO_2 incubator.

2.9 Human astrocyte cell culture

A primary culture of human astrocyte cells was prepared as previously described (24). Cells were cultivated in DMEM F-12 with 10% FBS and maintained at 37°C in a CO_2 incubator.

2.10 MTT assay

3-(4,5-Dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide (MTT – Sigma) was used to analyze the mitochondrial activity of viable cells after treatment with flavonoids. Cells were plated with DMEM F-12 and 10% FBS and cultivated for 24 h before treatment. 7-Apiosyl-scutellarein (**1**), a microcapsule of apigenin (**2**), a nanocapsule of 7-apiosyl-scutellarein (**3**), a microcapsule of quercetin (**4**), apigenin (**5**) and quercetin (**6**) were dissolved in DMSO. Next they were diluted with DMEM-F12 supplemented with 10% FBS in order to treat cells with concentrations of 10, 50 and 75 μM . After 24 and 48 h, MTT was added to each well at a final concentration of 0.5 mg/ml. After 2 h of incubation, the

formazan reaction product was dissolved with DMSO and absorbance was measured at 570 nm (Victor 3 Perkin Elmer).

2.11 Hoechst staining

Hoechst staining (Invitrogen) was performed in order to quantify the number of cells in each treatment condition. Cells were plated with DMEM F-12 and 10% FBS and cultivated for 24 h before treatment with the encapsulated flavonoids apigenin and quercetin (50 and 75 μ M). After 48 h, cells were fixed with 4% paraformaldehyde and stained with Hoechst. Each condition was photographed with a Nikon Eclipse TE300 microscope and quantified with Image J software.

2.12 Statistical analysis

Data were analyzed statistically by one-way ANOVA and the Tukey post-test, with the level of significance set at * $p<0.05$; ** $p<0.001$ and *** $p<0.001$. All analyses were carried out using the GraphPad Prism software.

3 | RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Flavonoid quantification, scanning electron microscopy, particle size analysis and zeta potential

7-Apyosil scutellarein (**1**, Fig. 1) was isolated from *Lantana trifolia* as described in the experimental section. The quantification of **2**, **3** and **4** detected 83% apigenin (Fig. 1), 85.5% 7-apyosil-scutellarein and 53% quercetin (Fig.1) in the formulation, indicating that the method was not efficient for quercetin. Some literature data (25) describe a direct correlation between increasing PLGA concentration and particle size as well as encapsulation efficiency for quercetin nanoparticles. For in vitro experiments, the concentrations were calculated considering loss during the process. Scanning microscopy analysis of the capsules revealed the presence of different microcapsule and nanocapsule sizes. Microcapsules were detected in 7-apiosyl scutellarein (Fig. 2). The figure shows that the capsules form aggregated particles that cannot be separated in order to obtain images, probably because of the lyophilization process.

The microcapsules were evaluated for particle size, polydispersity index, zeta potential, electrophoretic mobility and conductivity and the results are presented in Table 1. Comparison with literature data showed that the present data disagree with previous results that have reported smaller quercetin loaded PLGA (≈ 400 nm) (26). Molecular weight, the concentrations of polymer and of encapsulated active are factors that can affect particle size (27, 28). Pool et al. have suggested that the molecular weight of PLGA can influence

the viscosity of the internal phase, leading to a decrease in net shear stress producing larger particles. The molecular weight of PLGA used in the present study varied between 30 and 60 kDa, a fact that could explain the variation in particle size. The electrical charge measured by the zeta potential of free and loaded flavonoid was negative, indicating the presence of ionized carboxyl groups in the PLGA matrix (29). The difference between the values of apigenin- and quercetin-loaded microparticles indicates that the presence of each specific flavonoid alters the electrical charge of the polymer particles, as described by (26) for quercetin and catechin nanoparticles. By this analysis it can be seen that the technique was most effective for (3), a nanocapsule with a particle size of 485.2 nm.,.

Microcapsules and nanocapsules	particle size (d.nm)	polydispersity index	Z potential (mV)	mobility (umcm/Vs)	conductivity (mS/cm)
apigenin (2)	1775	0.346	-17.2	-1.344	0.00281
7-apiosyl scutellarein (3)	485.2	0.777	-26.0	-2.342	0.005200
quercetin (4)	1220	0.837	-11.9	-1.108	0.00653

Table 1: Particle size, polydispersity index, zeta potential, electrophoretic mobility and conductivity of microcapsules and nanocapsules.

3.2 NMR Solid analysys

The microcapsules and nanocapsules were then additionally characterized by ^{13}C solid NMR (solid-state NMR) (30). ^{13}C NMR spectroscopic data of flavonoids and PLGA isolated in a liquid state were compared to solid state microcapsules and nanocapsules (Fig.3) in order to determine the patterns of the signals assigned to the flavonoids that are repeated at a lower intensity in solid state. This permitted us to deduce that not all flavonoid subjected to the encapsulation process was effectively retained in the microcapsules, as shown by drug quantification.

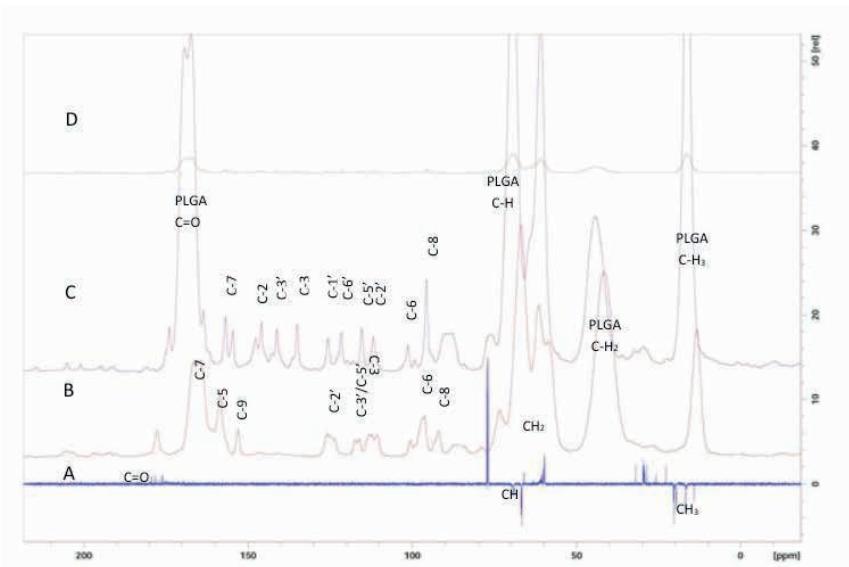


Fig-3: Comparison of NMR liquid analysis (^{13}C -DEPTQ), PGLA (A) and solid analysis microcapsules: (B) apigenin (2), (C) quercetin (4) and nanocapsules of 7-apiosyl scutellarein (D;3)

3.3 GBM viability analysis: Nanoencapsulated 7-apiosyl-scutellarein against GBM

To investigate if 7-apiosyl-scutellarein (**1**) and the 7-apiosyl-scutellarein nanocapsule (**3**) had a cytotoxic effect against glioblastoma cell lines, we treated U87, GBM 95 and GBM 02 cells with 10, 50 and 75 μM of these compounds for 24 and 48 h. The treatment with 7-apiosyl-scutellarein (**1**) had no significant effect on GBM cell viability. However, the 7-apiosyl-scutellarein nanocapsule (**3**) showed cytotoxicity against U87 and GBM 95 after 48 h of treatment. In U87, 50 μM 7-apiosyl-scutellarein nanocapsules (**3**) reduced viability by 42% compared to control (Fig 4B). In GBM 95, treatment with 75 μM 7-apiosyl-scutellarein nanocapsules (**3**) decreased cell viability by 46% (Fig. 4F). 7-Apiosyl- scutellarein (**1**) and 7-apiosyl-scutellarein nanocapsules (**3**) were not cytotoxic to human astrocyte cells (Fig. 4G and H).

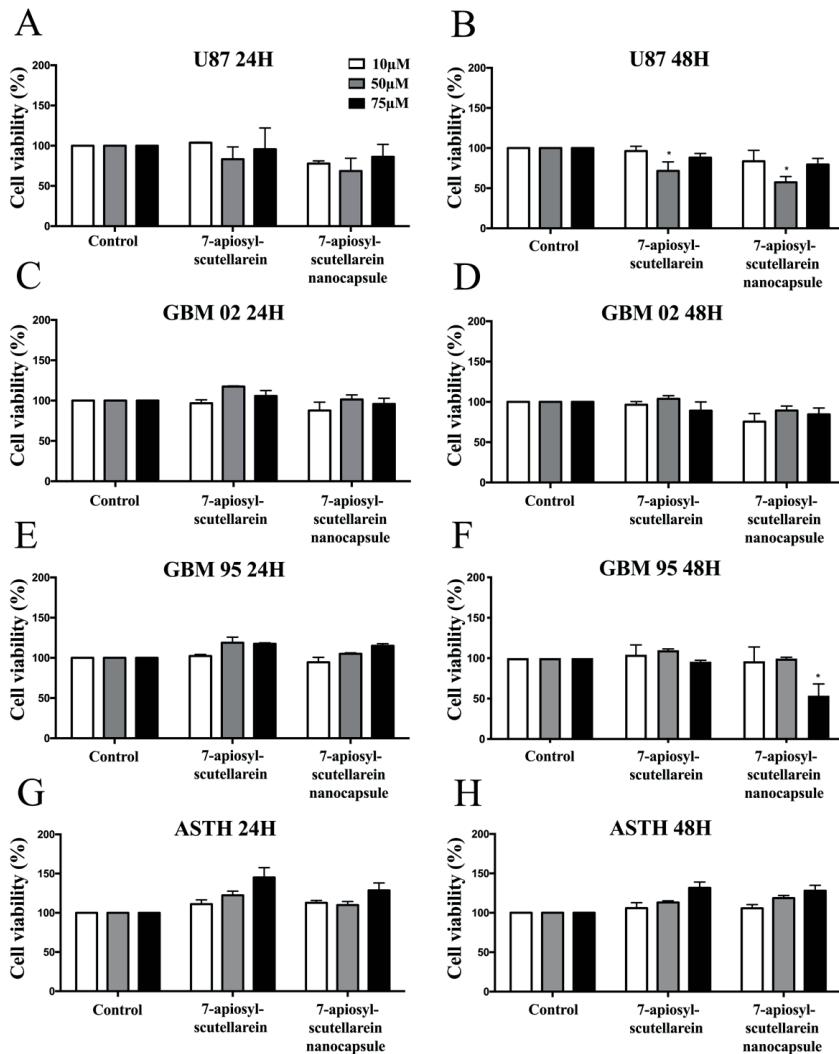


Fig-4: Graphs show the percentage of viable cells after treatment with 10 μ M, 50 μ M, and 75 μ M of 7-apiosyl scutellarein (1), and nanocapsule 7-apiosyl scutellarein (3) in glioblastoma cell lines U87 (A and B), GBM 95 (C and D) and GBM 02 (E and F) and human astrocyte cell culture (ASTH - G and H) for 24 and 48 h determined by MTT assay. The values (A-H) were normalized by the control (DMSO) and represent the mean and standard error of three independent experiments carried out in triplicate. * $p<0.05$; ** $p<0.01$ *** $p<0.001$.

3.4 GBM analysis: microencapsulated apigenin and quercetin against GBM

Apigenin (5) and quercetin (6) have antitumor potential against glioblastomas (31, 32). To test if these encapsulated flavonoids would still be cytotoxic to glioblastoma cell lines, we performed an MTT assay treating U87, GBM 95, and GBM 02 cell lines with 10, 50 and 75 μ M of the flavonoids and the encapsulated flavonoids for 24 and 48 h. Under these

conditions, apigenin (5) did not show a significant effect on GBM cell viability. However, the 48 h treatment with apigenin microcapsules (2) decreased the viability of GBM 95, GBM 02, and U87 cell lines (Fig. 5A-F). In GBM 02 and GBM 95, the 48 h treatment with both quercetin (6) and quercetin microcapsules (4) showed a cytotoxic effect (Fig. 5A-F). In U87 cells, however, the 48 h treatment with 75 μ M of the quercetin microcapsule (4) reduced cell viability by 50.5%, while quercetin (6) showed no cytotoxic effect (Fig. 5B). None of them was cytotoxic to a human astrocyte culture (Fig. 5G and H).

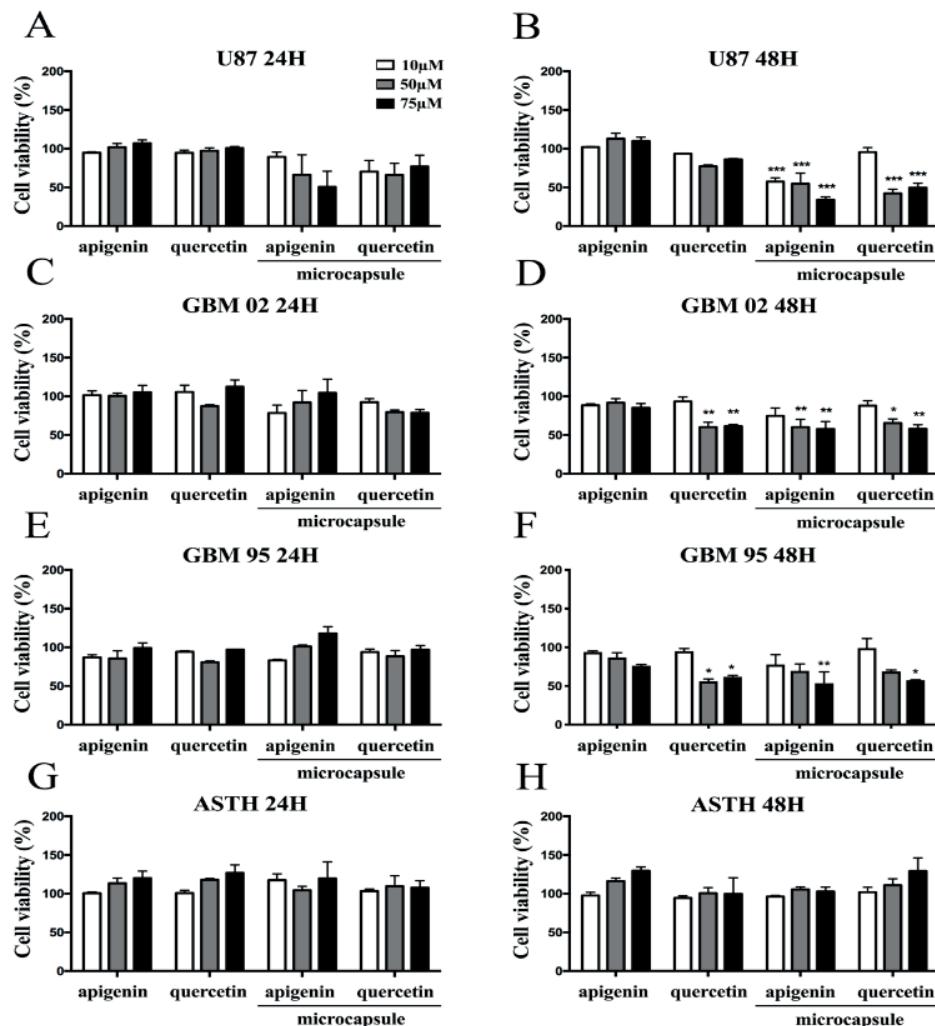


Fig-5: Graphs show the percentage of viable cells after treatment with 10 μ M, 50 μ M and 75 μ M of microcapsules of apigenin (3), microcapsule of quercetin (4), apigenin (5) and quercetin (6) in the glioblastoma cell lines U87 (A and B), GBM 95 (C and D) and GBM 02 (E and F) and in human astrocyte cell culture (ASTH - G and H) for 24 and 48 h determined by MTT assay. The values (A-H) were normalized by the control (DMSO) and represent the mean and standard error of three independent experiments in triplicate. * $p<0.05$; ** $p<0.01$ *** $p<0.001$.

To determine if the reduction of cell viability was a reflection of a decrease in the number of cells in culture, we stained the cells with Hoechst in order to quantify the number of cells in each treatment condition. GBM 95 treated with 50 and 75 μ M apigenin microcapsules (2) showed a decrease of 62 and 71% in the number of cells in culture. In GBM 02, 50 and 75 μ M apigenin microcapsules (2) reduced the cell number by 39 and 42%. Quercetin microcapsule (4) treatment reduced the number of GBM 95 cells by 57 and 75% at the concentration of 50 and 75 μ M, respectively. Treatment with 50 and 75 μ M quercetin microcapsules (4) promoted a decrease of 68 and 74% in the number of GBM 02, respectively (Fig. 6). These data show that microencapsulated apigenin and quercetin have an antitumor effect against GBM, decreasing cell viability and the number of cells in culture, and are not cytotoxic to healthy astrocytes.

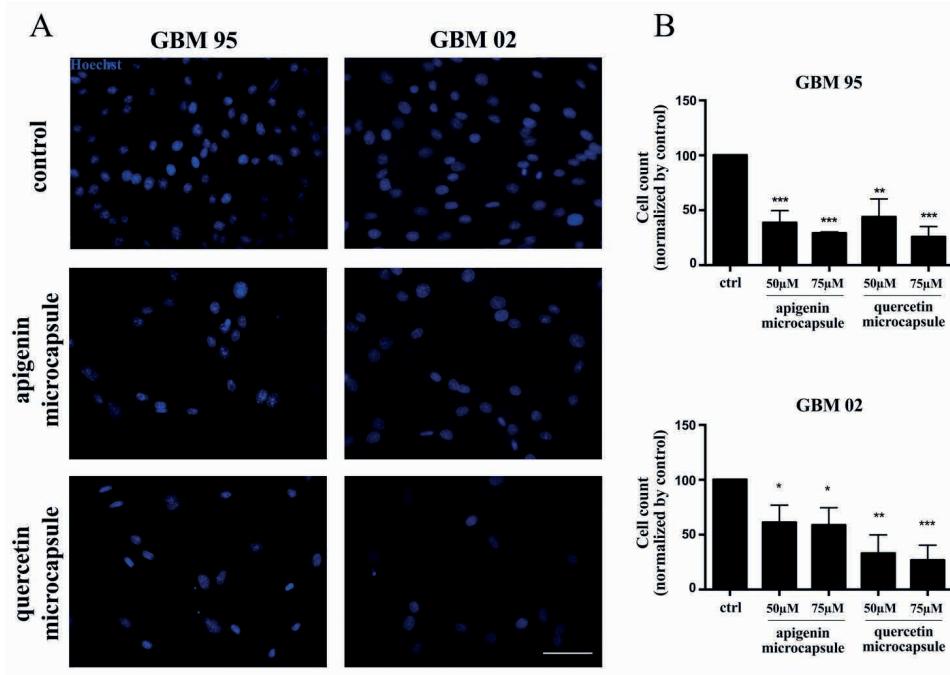


Fig-6: Hoechst nuclear staining of GBM 95 and GBM 02 treated for 48 h with 50 and 75 μ M of microcapsules of apigenin (2) and quercetin (4). (A) Representative images of Hoechst staining. (B) Quantification of Hoechst staining in each treatment normalized by the control (DMSO) value. The values represent the mean and standard error of three independent experiments carried out in duplicate. * p<0.05; ** p<0.01 *** p<0.001. Scale bar 50 μ m.

The Blood Brain Barrier (BBB) separates the brain from the rest of the body, tightly regulating the exchange between peripheral blood circulation and cerebrospinal fluid. Due to the presence of the BBB, it is very difficult to ensure long-term drug administration to the brain. Nanocapsules and microcapsules constitute a new wave of therapies for the

prevention and treatment of neuronal diseases since they have can cross the BBB and release their content to target sites (33). Quercetin-loaded nanoliposomes enhanced the cytotoxic effect on C-6 glioma cells by necrosis, rather than apoptosis, during tumor cell death (34). PEG2000-DPSE-coated encapsulated quercetin enhanced induced programmed cell death of C6 glioma cells (16). Quercetin and apigenin encapsulated with PLGA have recently been described in the literature (26, 35) but the present assay is the first to report their cytotoxic action against gliomas cell lines. This is also the first citation of 7-apyosil-scuttellarein nanocapsules and its action against gliomas.

Our study showed the importance of the encapsulation of glycosylate flavonoids into nanocapsules for the enhancement of the activity just described for other aglycones on different glioma cell lines. These studies showed that the sugar moiety is relevant for activity and the glycosylated form can reduce diffusion across the cell membrane, indicating a false inactive substance. Further studies are needed concerning the mechanisms of entry of these compounds into glioma cells.

ACKNOWLEDGMENTS

Research supported by CNPq (Grant number: 303873/2019-1) and FAPERJ (Grant number: E-26/201.810/2020 and E-26/2-2.850/2017 - CNE).

REFERENCES

- (1) Samanta, A., Das, G., Das, S. K., 2011. Roles of flavonoids in plants. *Int J Pharm Sci Tech.* 6 (1), 12-35. https://www.researchgate.net/publication/279499208_Roles_of_flavonoids_in_Plants/ (acessed September 2019).
- (2) Harborne, J. B., Williamson., C. A., 2000. Advances in flavonoid research since 1992. *Phytochemistry.* 55, 481–504. [https://doi.org/10.1016/s0031-9422\(00\)00235-1](https://doi.org/10.1016/s0031-9422(00)00235-1).
- (3) Panche, A. N., Diwan, A. D., Chandra, S. R., 2016. Flavonoids: an overview. *J Nutr Sci.* 5, e47, 1-15. <https://doi.org/10.1017/jns.2016.41>.
- (4) Louis, D.N., Ohgaki, H., Wiestler, O.D., Cavenee, W.K., Burger, P.C., 2007. The 2007 WHO classification of tumours of the central nervous system. *Acta Neuropathol.* 114, 97-109. <https://doi.org/10.1007/s00401-007-0243-4>.
- (5) Ohgaki, H., Kleihues, P. J., 2005. Population-Based Studies on Incidence, Survival Rates, and Genetic Alterations in Astrocytic and Oligodendroglial Gliomas. *Neuropathol Exp Neurol.* 64, 479– 489. <https://doi.org/10.1093/jnen/64.6.479>.
- (6) Sharma, V., Joseph, C., Ghosh, S., Agarwal, A., Mishra, M.K. 2007. Kaempferol induces apoptosis in glioblastoma cells through oxidative stress. *Mol Cancer Ther.* 6, 2544-2553. <https://doi.org/10.1158/1535-7163.MCT-06-0788>.

- (7) Kim, K. W., Choi, C. H., Kim, T. H., Kwon, C. H., Woo, J.S., Kim, Y. K., 2009. Silibinin inhibits glioma cell proliferation via Ca²⁺/ROS/MAPK-dependent mechanism in vitro and glioma tumor growth in vivo. *Neurochemical Research*. 1479 -1490. <https://doi.org/10.1007/s11064-009-9935-6>.
- (8) Kim, E.J., Choi, C.H., Park, J.Y., Kang, S.K., Kim, Y.K. 2008. Underlying mechanism of quercetin-induced cell death in human glioma cells. *Neurochem Research*. 33, 971-979. <https://doi.org/10.1007/s11064-007-9416-8>.
- (9) Windrum, P., Morris, T.C., Drake, M.B., Niederwieser, D., Ruutu, T. 2005. Variation in dimethyl sulfoxide use in stem cell transplantation: a survey of EBMT centres. *Bone Marrow Transplant*. 36, 601–603. <https://doi.org/10.1038/sj.bmt.1705100>.
- (10) Freitas, S.; Costa, S.; Azevedo, C.; Carvalho, G., Freire, S., 2011. Flavonoids inhibit angiogenic cytokine production by human glioma cells. *Phytother Res*. 25, 916-921. <https://doi.org/10.1002/ptr.3338>.
- (11) Munin, A; Lévy, F.E., 2011. Encapsulation of Natural Polyphenolic Compounds; a Review. *Pharmaceutics*. 3, 793-829. <https://doi.org/doi:10.3390/pharmaceutics3040793>.
- (12) Moghimi, S.M., Hunter, A.C., Murray, J.C. 2005. Nanomedicine: current status and future prospects. *Faseb J*.19, 311–30. <https://doi.org/doi:10.1096/fj.04-2747rev>.
- (13) Panyam, J., Labhasetwar, V, 2003. Biodegradable Nanoparticles for Drug and Gene Delivery to Cells and Tissue. *Adv Drug Deliv Rev*. 55, 329–47. [https://doi.org/doi:10.1016/s0169-409x\(02\)00228-4](https://doi.org/doi:10.1016/s0169-409x(02)00228-4).
- (14) Shao, J., Li, X., Lu, X., Jiang, C., Hu, Y., Li, Q., You, Y., Fu, Z. 2009. Enhanced growth inhibition effect of resveratrol incorporated into biodegradable nanoparticles against glioma cells is mediated by the induction of intracellular reactive oxygen species levels. *Colloids Surf. B Biointerfaces*. 72, 40–47. <https://doi.org/doi:10.1016/j.colsurfb.2009.03.010>.
- (15) Figueiró, F., Bernardi, A., Fozza, R.L., Terroso, T.; Zanotto-Filho, A., Jandrey, E.H; Moreira, J.C., Salbego, C.G., Edelweiss, M.I., Pohlmann, A.R., Guterres, S.S.; Battastini, A.M., 2013. Resveratrol-loaded Lipid-Core Nanocapsules Treatment Reduces in Vitro and in Vivo Glioma Growth. *J Biomed Nanotechnol*. 9, 516-26. <https://doi.org/doi:10.1166/jbn.2013.1547>.
- (16) Wang, G.; Wang, J.; Luo, J.; Wang, L.; Chen, X.L.; Zhang, L; Jiang, S. 2013. enhanced anticancer effects through induced programed cell death on C6 glioma cells. *J. of Biomedical Mat. Research A*.101A, 11, 3076-3085. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.34607>.
- (17) Anderson, J.M.; Shive, M.S. 1997. Biodegradation and Biocompatibility of PLA and PLGA Microspheres. *Adv. Drug Del. Rev*. 28, 5–24. [https://doi.org/10.1016/s0169-409x\(97\)00048-3](https://doi.org/10.1016/s0169-409x(97)00048-3).
- (18) Julião, L. S., Leitao, S. G., Lotti, C, Piccinelli, A. L, Rastrelli, L., Fernandes, P. D., Noël F; Thibaut, J.-P. B. D; Leitão, G. G., 2010. Flavones and phenylpropanoids from a sedative extract of *Lantana trifolia* L. *Phytochemistry*. 71, 294-300. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2009.10.007>.
- (19) Tripathi, A., Gupta, R., Saraf, S., 2010. PLGA Nanoparticles of Anti Tubercular Drug: Drug Loading and Release Studies of a Water In-Soluble Drug. *Int.J. PharmTech Res*. 2, 2116-2123. https://www.researchgate.net/publication/267427161_PLGA_Nanoparticles_of_Antitubercular_Drug_Drug>Loading_and_Release_Studies_of_a_Water-In-Soluble_Drug. (acessed in may 2014).

- (20) Guazelli, C.F., Fattori, V., Colombo, B.B., Georgetti, S.R., Vicentini, F.T., Casagrande, R., Baracat, M.M.; Verri, W.A. Jr., 2013. Quercetin-Loaded Microcapsules Ameliorate Experimental Colitis in Mice by Anti-inflammatory and Antioxidant Mechanisms. *J Nat Prod.* 76, 200-208. <https://doi.org/10.1021/np300670w>.
- (21) Georgetti, S.R., Casagrande, R., Moura-de-Carvalho Vicentini, F.T., Verri, W.A. Jr., Fonseca, M.J., 2006. Evaluation of the Antioxidant Activity of Soybean Extract by Different in Vitro Methods and Investigation of This Activity After Its Incorporation in Topical Formulations. *Eur J Pharm Biopharm.* 64, 99-106. <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2006.04.003>.
- (22) Song, G., Novotny, E. H., Simpson, A. J., Clapp, C. E., Hayes, M. H. B., 2008. Sequential exhaustive extraction of a Mollisol soil, and characterizations of humic components, including humin, by solid and solution state NMR. *European J. of Soil Sci.* 59, 505–516. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.2007.01006.x>.
- (23) Faria, J., Romão, L.F., Martins, S., Alves T., Mendes, F.A., Faria, G.P., Hollanda, R., Takiya, C., Chimelli, L., Morandi, V., Souza, J.M., Abreu, J.G., Neto, V.M. 2006. Interactive properties of human glioblastoma cells with brain neurons in culture and neuronal modulation of glial laminin organization. *Differentiation.* 74, 562–572. <https://doi.org/10.1111/j.1432-0436.2006.00090.x>.
- (24) Garcia, C., Dubois, L.G., Xavier, A.L., Geraldo, L.H., Fonseca, A.C.C.da, Correia, A.H., Meirelles, F., Ventura, G., Romão, L., Canedo, N.H.S., Souza, J.M.de, Menezes, J.R.L. de, Neto, V.M., Moll, F.T., Lima, F.R.S., 2014. The orthotopic xenotransplant of human glioblastoma successfully recapitulates glioblastoma-microenvironment interactions in a non-immunosuppressed mouse model. *BMC Cancer.* 14, 923-934. <https://doi.org/10.1186/1471-2407-14-923>.
- (25) Tefas, L.R., Tomuță, I., Achim, M., Vlase, L., 2015. Development and Optimization of Quercetin-Loaded PLGA Nanoparticles by Experimental Design. *Clujul Med.* 88, 214-23. <https://doi.org/10.15386/cjmed-418>.
- (26) Pool, H., Quintanar, D., de Figueiroa, J.D., Mano, C.M., Bechara, J.E. H., Godinez, L.A., Mendoza, S., 2012. Antioxidant effects of quercetin and catechin encapsulated into PLGA nanoparticles. *J. Nanomater.* <https://doi.org/10.1155/2012/145380>.
- (27) Corrigan, O.I., Li, X., 2009. Quantifying drug release from PLGA nanoparticulates. *Eur. J. of Pharma. Sci.* 37, 477–485. <https://doi.org/10.1016/j.ejps.2009.04.004>.
- (28) Song, K.C., Lee, H.S., Choung, I.Y., Cho, K.I., Ahn, Y., Choi, 2006. The effect of type of organic phase solvents on the particle size of poly (d, l-lactide-co-glycolide) nanoparticles. *E.J.Colloids Surf Physicochem Eng Asp.*, 276, 162–167. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2005.10.064>.
- (29) Astete, C.E., Sabliov, C.M., 2006. Synthesis and Characterization of PLGA Nanoparticles. *J Biomater Sci Polym Ed.* 17, 247-89. <https://doi.org/10.1163/156856206775997322>.
- (30) Peña, B., de Ménorval, L.C., Garcia-Valls, R., Gumí, T., 2011. Characterization of Polysulfone and Polysulfone/Vanillin Microcapsules by ^1H NMR Spectroscopy, Solid-State ^{13}C CP/MAS-NMR Spectroscopy, and N_2 Adsorption-Desorption Analyses. *App. Mat. and Interf.* 3, 4420-4430. <https://doi.org/10.1021/am201092r>.
- (31) Das, A., Banik, N. L. & Ray, S. K. 2010. Flavonoids Activated Caspases for Apoptosis in Human Glioblastoma T98G and U87MG Cells but Not in Human Normal Astrocytes. *Cancer.* 116, 164–176. <https://doi.org/10.1002/cncr.24699>.

- (32) Kim, H., Moon, J. Y., Ahn, K. S., Cho, S. K. 2013. Quercetin Induces Mitochondrial Mediated Apoptosis and Protective Autophagy in Human Glioblastoma U373MG Cells. *Oxid. Med. Cell. Longev.* 1-10. <https://doi.org/10.1155/2013/596496>.
- (33) Sandhir, R., Yadav, A., Sunkaria, A., Singhal, 2015. Nano-antioxidants: An Emerging Strategy for Intervention Against Neurodegenerative Conditions. *Neurochem Int.* 89, 209-26. <https://doi.org/10.1016/j.neuint.2015.08.011>.
- (34) Wang, G., Wang, J.J., Yang, G.Y., Du, S.M., Zeng, N., Li, D.S., Li, R.M., Chen, J.Y., Feng, J.B., Yuan, S.H. 2012. Effects of Quercetin Nanoliposomes on C6 Glioma Cells Through Induction of Type III Programmed Cell Death. *Int. J. Nanomed.* 7, 271–280. <https://doi.org/10.2147/IJN.S26935>.
- (35) Das, S.; Das, J.; Samadder, A.; Paul, A.; Khuda-Bukhsh, A.R., 2013. Efficacy of PLGA-loaded Apigenin Nanoparticles in Benzo[a]pyrene and ultraviolet-B Induced Skin Cancer of Mice: Mitochondria Mediated Apoptotic Signalling Cascades. *Food and Chemical Toxicology*. 62, 670–680. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2013.09.037>.

CAPÍTULO 7

RMN DE SÓLIDOS DE ^{13}C COMO TÉCNICA DE PROSPECÇÃO DE DEPÓSITOS BILIARES *EX VIVO*

Data de aceite: 22/12/2023

Leandro Bandeira Borré

Universidade Federal do Rio de Janeiro,
Instituto de Química, RJ, Brasil

Rosane Aguiar da Silva San Gil

Universidade Federal do Rio de Janeiro,
Instituto de Química e Instituto de
Pesquisas de Produtos Naturais, RJ,
Brasil

Anderson Thiago Vasconcelos Veiga

Universidade Federal do Rio de Janeiro,
Instituto de Química, RJ, Brasil

José Alberto Portela Bonapace

Universidade Federal do Rio de Janeiro,
Instituto de Química, RJ, Brasil

Parte desse trabalho foi apresentado durante a XVII ERSBQ-Rio, Sociedade Brasileira de Química, Rio de Janeiro, 2019.

RESUMO: A análise da composição de cálculos biliares é vital para a etiopatogenia das litíases biliares, e pode ajudar na prevenção da sua formação. Nesse estudo uma amostra de cálculo biliar *in vivo* foi caracterizada *ex vivo* pela técnica de ressonância magnética nuclear de sólidos

de ^{13}C (RMNs) utilizando-se a sequência de polarizada cruzada (CP) e rotação em torno do ângulo mágico (MAS), na prospecção dos constituintes majoritários presentes, com o mínimo de manipulação do material. As condições de aquisição foram otimizadas, e a preparação da amostra envolveu apenas sua pulverização em gral de ágata. Foi constatado que o cálculo biliar do presente estudo apresentou o colesterol como principal constituinte. A comparação dos deslocamentos químicos de ^{13}C permitiu sugerir que a forma polimórfica predominante seria a do colesterol monoidratado cristalino, observado em pacientes portadores de colecistite crônica.

PALAVRAS-CHAVE: RMN de Sólidos de ^{13}C , polimorfos do colesterol, colecistite, depósitos biliares *in vivo*; doenças da vesícula.

^{13}C SOLID NMR AS A TECHNIQUE FOR PROSPECTING BILE DEPOSITS *EX VIVO*

ABSTRACT: Analysis of the composition of gallstones is vital for the etiopathogenesis of gallstone disease and can help prevent its formation. In this study, an *in vivo* gallstone sample was characterized *ex vivo* using

solid-state ^{13}C nuclear magnetic resonance (NMR) magic angle spinning (CPMAS) sequence in prospecting the majority constituents present, with minimal material manipulation. The acquisition conditions were optimized, and the sample preparation involved only its grinding in an agate mortar. It was found that the gallbladder stones in the present study had cholesterol as the main constituent. A comparison of ^{13}C chemical shifts suggested that the predominantly polymorphic form would be crystalline cholesterol monohydrate, usually found in patients with chronic cholecystitis.

KEYWORDS: ^{13}C solid-state NMR; cholesterol polymorphs, colecistite, *in vivo* gallstones; gallbladder diseases.

INTRODUÇÃO

A presença de cálculos biliares, ou ‘pedras na vesícula’ (colelitíase) é uma das principais causas de dores abdominais que necessitam de hospitalização e intervenção cirúrgica. Trata-se de um sério problema de saúde, que impacta milhões de pessoas em todo o mundo (Siddiqui et al., 2023). Cálculos biliares e câncer de vesícula são condições patológicas que frequentemente coexistem: pacientes com histórico de cálculos biliares que medem mais do que 3,0 cm de diâmetro são mais propensos a desenvolver câncer de vesícula (Kapoor, 2006).

O fígado produz e secreta bile, que é uma solução aquosa espessa de coloração amarelo-esverdeada, necessária para emulsificar os lipídeos antes da digestão. A bile é composta por colesterol (Figura 1), sais biliares (bilirrubina), fosfolipídeos (como a lecitina), bilirrubina conjugada, CaCO_3 , eletrólitos e água, e é transferida para a vesícula via duto hepático, onde é armazenada e concentrada. Após a ingestão de alimentos, a vesícula biliar transfere a bile para o intestino, de forma a dar continuidade ao processo de digestão.

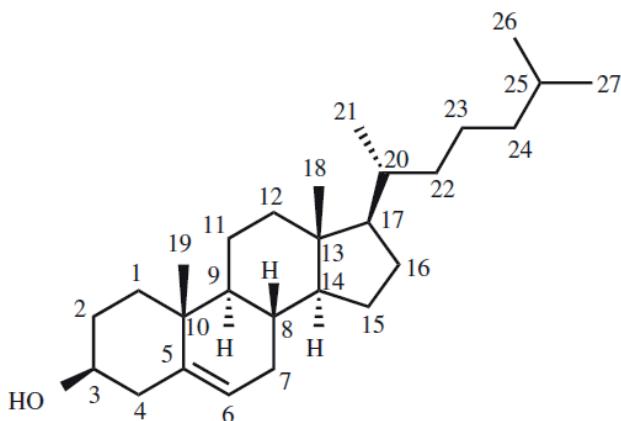


Figura 1. Estrutura química do colesterol.

Fonte: os autores.

O colesterol é um componente vital das membranas celulares e essencial para a estrutura celular. Trata-se de uma molécula muito pouco solúvel em água. Em sistemas biológicos a solubilização ocorre através de sua incorporação nas membranas lipídicas, por interação com os sais biliares ou com as lipoproteínas no sangue. Nas células, a maior parte do colesterol encontra-se localizado na membrana plasmática, onde a região hidrofóbica interage com as cadeias de ácidos graxos dos lipídeos, enquanto os grupos hidroxila se posicionam em torno das moléculas de água que envolvem a membrana celular (Shepelenko et al., 2022).

Cristais de colesterol são formados a partir da cristalização de moléculas de colesterol com ou sem moléculas de água incorporadas na estrutura cristalina final. Esses cristais são de grande interesse, já que tem papel importante em algumas doenças, como a formação de cálculos biliares e a ateroesclerose (Kuçukbenli et al., 2012). Altos níveis de colesterol são patológicos, pois podem resultar na formação de domínios cristalinos bidimensionais nas membranas celulares e na precipitação de cristais de colesterol mono-hidratado. Por sua vez, domínios cristalinos bidimensionais podem se transformar em cristais tridimensionais do polimorfo monoclinico ou do polimorfo triclinico. O polimorfo monoclinico foi identificado em modelos de cultura de células relacionadas com a ateroesclerose (Varsano, 2018), assim como em soluções de bile, precursoras da formação de cálculos biliares.

A aglomeração dos componentes da bile, por supersaturação de colesterol e reações incompletas da bilirrubina ocasiona a formação dos cálculos biliares, cuja composição apresenta concentrações variáveis desses componentes: cálculos de colesterol ‘puro’ (\geq 70% de colesterol, coloração branca, marrom claro ou esverdeada), cálculos de colesterol mistos (normalmente 30-70% de colesterol, coloração marrom ou marrom-amarelada) e cálculos altamente pigmentados (\leq 30% de colesterol, coloração preta ou marrom).

Várias condições patogênicas podem causar a hipersecreção de colesterol ou a hiposecreção de ácidos biliares, dando início à formação de depósitos. Com a supersaturação ocorre a formação de cristais que se combinam com os demais constituintes da bile. Tanto a quantidade quanto a forma polimórfica do colesterol presente nesses depósitos pode ser correlacionada com algumas doenças, como a colecistite crônica, a colecistite granulomatosa e o câncer de vesícula. Alguns outros constituintes da bile, como sais de magnésio e cálcio, também podem combinar-se com o colesterol e contribuir para formar os cálculos biliares (Rudling et al., 2019). Não existem até o momento medicamentos eficazes para tratar doenças que produzem esses depósitos. O procedimento padrão é a cirurgia de remoção da vesícula (Siddiqui et al., 2023).

Os cálculos biliares podem ser amorfos ou cristalinos, com diâmetros entre alguns milímetros até em torno de seis centímetros, e com diferentes geometrias. Para uma classificação acurada, é necessário proceder com a análise dos componentes presentes nesses depósitos. Os constituintes químicos devem ser identificados, de forma a elucidar os fatores etiopatogênicos que podem então ser utilizados para implementação de

tratamentos e planos de prevenção.

Várias técnicas tem sido utilizadas nos últimos anos para a caracterização dos cálculos biliares: difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), imagens por ressonância magnética nuclear (MRI) e espectroscopia de ressonância magnética nuclear em solução (RMN) e a ressonância magnética nuclear de sólidos (RMNs). Entretanto existem algumas limitações para o emprego de algumas dessas técnicas para o estabelecimento da composição dos cálculos biliares. Por exemplo a DRX necessita que a amostra esteja na forma de pó cristalino, enquanto o IV pode não ser capaz de detectar todos os componentes presentes sem ambiguidade (Jayalakshmi et al., 2009). Por outro lado, a aplicabilidade da espectroscopia de RMN é ampla, por ser uma técnica não invasiva e altamente reproduzível, e no caso particular da RMN de sólidos, não exige preparação extensa da amostra e possibilita a caracterização dos diferentes componentes presentes, solúveis ou insolúveis em um determinado meio, incluindo-se as estruturas cristalinas de um mesmo componente, e as eventuais fases amorfas presentes. Um exemplo de aplicação é o trabalho publicado por Bak et al. (2000), que utilizaram com sucesso a técnica de RMN de sólidos para a caracterização de amostras de cálculos renais. A observação dos sinais de ^{31}P e de ^{13}C possibilitou o estabelecimento da composição de seis amostras de depósitos produzidos in vivo, por comparação com espectros de padrões. Componentes cristalinos e amorfos puderam ser facilmente identificados, através das medidas dos parâmetros deslocamento químico isotrópico, anisotropia e parâmetro de assimetria, extraídos dos espectros experimentais por programas de ajuste apropriados.

A compreensão sobre a composição e microestrutura dos cálculos biliares fornece indicações sobre o mecanismo de sua formação e as doenças a ela associadas. Waterhous et al. (1985) publicaram os deslocamentos químicos de ^1H e de ^{13}C de uma série de ácidos biliares. Nos espectros de RMN de ^{13}C , além dos sinais na região entre 10 e 45 ppm, absorções características de carbonos do tipo HC-O na região entre 68 e 75 ppm, e dos grupos COOH e COO- entre 190 e 180 ppm foram apresentados. Ijare et al. (2005) obtiveram os espectros de RMN de ^1H e de ^{13}C de vários ácidos biliares em meio aquoso, e assinalaram todos os sinais observados. Jayalakshmi et al. (2009) adquiriram espectros de RMN em solução (^1H e ^{13}C) e de RMN de sólidos de ^{13}C (sequência de polarização cruzada, CPMAS), de três formas polimórficas do colesterol, a mono-hidratada e duas formas anidras, presentes nos cálculos biliares. À temperatura ambiente duas formas cristalinas, uma forma monohidratada ($Z'=8$) e um forma anidra ($Z'=8$) foram analisadas. A presença de múltiplos sinais para um mesmo carbono, que representa as moléculas cristalográficamente não equivalentes foi constatada para vários carbonos. Por exemplo, no espectro de ^{13}C do polimorfo anidro foram observados para o carbono C6 seis sinais diferentes, cinco com mesma intensidade e o sexto com aproximadamente o triplo da intensidade, o que confirma a presença de 8 moléculas na célula unitária, como indicado pelos dados cristalográficos. Os autores sugeriram que a determinação de qual polimorfo

específico estaria associado com a patologia poderia fornecer informações úteis sobre o prognóstico da doença. Dessa forma o conhecimento dos perfis dos espectros de RMN de sólidos das fases de cristais de colesterol é uma etapa essencial para o avanço da pesquisa nessa área. Kuçukbenli et al. (2012) estabeleceram os deslocamentos químicos de ^{13}C de algumas estruturas do colesterol por cálculos DFT. Os resultados foram comparados com os obtidos experimentalmente. Foi possível fazer o assinalamento de todos os sinais da forma mono-hidrato e do polimorfo anidro obtido a baixa temperatura. Sharma et al. (2016) publicaram espectros de RMN CPMAS de ^{13}C do colesterol recristalizado e de bilirrubina. Shepelenko et al. (2022) estudaram o polimorfismo e os mecanismos de nucleação de colesterol mono-hidratado a partir de cálculos DFT, e obtiveram dados sobre os polimorfos monoclinico e o polimorfo triclinico.

Recentemente Siddiqui et al. (2023) analisaram a composição de cálculos biliares de pacientes de diferentes regiões geográficas da Índia para investigar as possíveis variações entre as populações nessas regiões. Foram caracterizados cálculos biliares de diferentes condições patológicas, ou seja, doenças benignas (colecitite crônica) e malignas (câncer de vesícula biliar). O tipo de polimorfo das moléculas de colesterol também pode ser determinado, o que forneceu informações sobre as estruturas presentes nos depósitos estudados. No caso dos cálculos biliares estudados pelos autores, foi constatado que o colesterol foi o principal constituinte nas populações ao norte da Índia, enquanto na região sul ele se encontrava presente como componente minoritário. Além disso, foi observado que os cálculos de vesículas com câncer apresentaram teor de colesterol menor, comparado com os cálculos de indivíduos com colecistite crônica.

O objetivo desse trabalho foi utilizar a RMN de sólidos de ^{13}C (RMN-CPMAS) como técnica de prospecção *ex vivo* de uma amostra de cálculo biliar produzida *in vivo*, visando estabelecer os principais constituintes presentes e investigar a presença de polimorfos de colesterol.

EXPERIMENTAL

Amostras de cálculo biliar produzidos *in vivo* (Figura 2), e nomeados como DBI foram inicialmente macerados em gral de ágata e imediatamente transferidos para rotores de ZrO_2 de 4mm. Os espectros de RMN-CPMAS de ^{13}C foram adquiridos em um equipamento Bruker, modelo Avance III 400WB (9,4T), à temperatura ambiente ($T \approx 21^\circ\text{C}$), na frequência de 100.6 MHz (v_{Larmor} do ^{13}C), em uma sonda Bruker CPMAS de triplo canal de 4 mm, e velocidade de rotação de 10kHz. Foi utilizada a sequência de polarização cruzada, com pulso de excitação de $4,5\mu\text{s}$ ($\pi/2$), tempo de contato otimizado de $2000\ \mu\text{s}$ e tempo de reciclo entre 4 e 20s. Para garantir uma boa qualidade do espectro, o processamento foi feito com correção manual da fase e correção automática da linha base. Utilizou-se entre 512 e 1024 acumulações em uma janela espectral de 80KHz, mantendo-se sinal/ruído

maior do que 200. Os deslocamentos químicos foram referenciados pelo sinal da glicina ($\delta_{\text{C}_=\text{O}}$ 176,03 ppm).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os cálculos biliares humanos ocorrem em variedades de forma e tamanho, e variam de branco cremoso, amarelo, preto e marrom (Sharma et al., 2016; Siddiqui et al., 2023). Os cálculos biliares estudados apresentaram coloração marrom, com raias amarelas e brancas (Figura 2).



Figura 2. Morfologia do depósito biliar estudado – amostra DBI.

Fonte: os autores.

A aparência morfológica do cálculo biliar sugere a possível presença de bilirrubina ou de derivados de ácidos biliares, porém como indicado na literatura, a caracterização de cálculos biliares deve ser realizada a nível estrutural, para maior segurança nos resultados. Na Figura 3 estão apresentados os espectros de RMN-CPMAS de ^{13}C da amostra de depósito DBI, assim como do padrão de colesterol (COL-R), para fins de comparação.

O espectro de RMN-CPMAS de ^{13}C da amostra do cálculo biliar DBI apresentou perfil semelhante ao da amostra de colesterol padrão Merck, com sinal na região de 140 ppm desdobrado em dois sinais (=C5), além dos sinais em 120,6 ppm (=HC6), em torno de 70 ppm (HO-C3), e do sinal correspondente ao grupo metila desdobrado em dois, na região de 10 ppm ($\text{H}_3\text{C}18$). Pode-se constatar a ausência de sinais na região de 190-180 ppm (COOH ; COO^-), e de múltiplos sinais na região de 78 a 70 ppm (HO-CH), característicos de ácidos biliares (Waterhous et al., 1985). Também pode-se excluir a presença de bilirrubina ou de bilirrubina conjugada, pela ausência de sinais na região de 190-170 ppm, e na região de 138 a 100 ppm (Jayalakshmi et al., 2009; Sharma et al., 2016). Dessa forma pode-se inferir que apesar da coloração marrom predominante no depósito biliar investigado (Figura 2), o componente orgânico majoritário é o colesterol (Tabela 1).

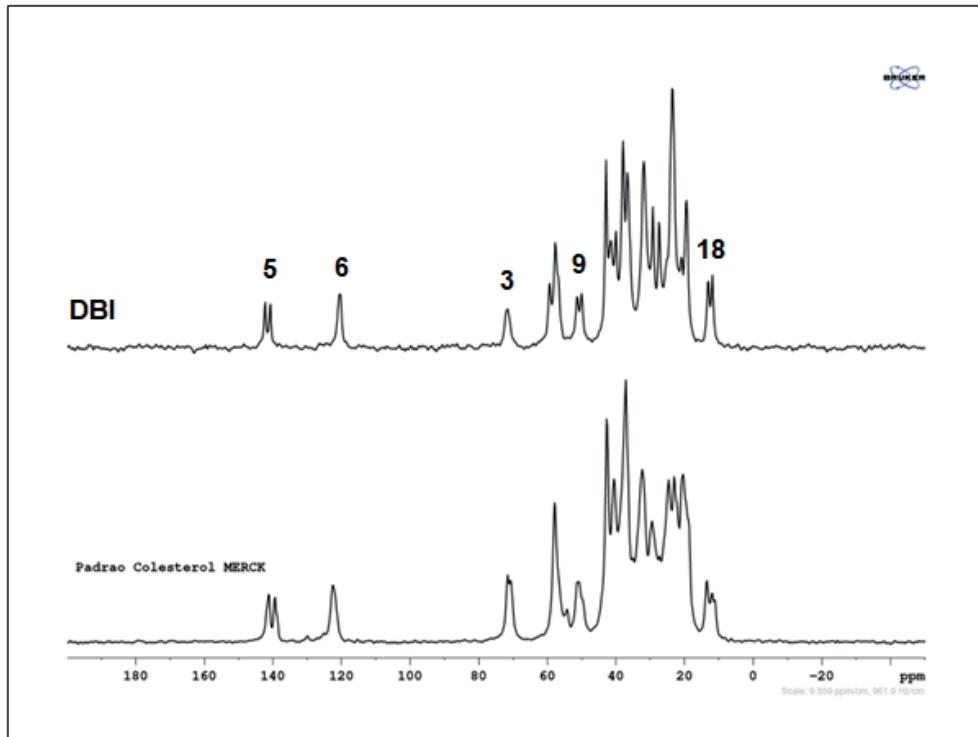


Figura 3. Espectros de RMN-CPMAS de ^{13}C das amostras: colesterol padrão Merck (COL-R) e cálculo biliar *in vivo*, analisado *ex vivo* (DBI).

Fonte: os autores.

DBI	δ , ppm		Assinalamento
	COL-R	COL	
	sólido	solução ^a	
142,2/141,2	141,4; 139,6	141,2	$\text{C}=\text{C}(5)$
120,6	122,5	121,3	$\text{C}=\text{CH}(6)$
71,8	71,6; 70,9	71,3	$\text{C}-\text{O}(3)$
59,7/57,7	57,9; 54,7	56,9; 56,5	$\text{CH}(14,17)$
51,4/50,2	51,1	50,5	$\text{CH}(9)$
43,2/41,7	42,7	42,4	$\text{CH}(4)$
40,1	40,8	40,0	$\text{CH}_2(24,12)$
38,2	-	39,6; 37,5	CH_2+CH
36,8	37,1	36,5; 36,4; 35,8	CH_2+CH
31,9	32,6	32,3; 31,6	$\text{CH}_2(2)/\text{CH}(8)$
29,5/27,4	29,6	28,3; 28,0	$\text{CH}_2(12)/\text{CH}(25)$
-	24,8	24,3; 24,1	$\text{CH}_2(15)(23)$
23,5	23,2	22,8; 22,5	$\text{CH}_3(26)(27)$

21,1	20,4	21,2	C(10)
19,7	-	19,4; 18,8	CH ₃ (19)(21)
13,1/12,0	13,8; 12,2	12,0	CH ₃ (18)

^aGuo et al. (1996)

Tabela 1 – Deslocamentos químicos (ppm) de ¹³C.

A identificação das estruturas cristalinas do colesterol presentes na amostra DPI foi feita por comparação com os deslocamentos químicos publicados na literatura por Guo e Hamilton (1996), Jayalakshmi et al. (2009), Sharma et al. (2016) e Siddiqui et al. (2023). Na Tabela 2 estão listados os deslocamentos químicos de ¹³C publicados para a forma monoidrato, assim como para duas formas anidras de colesterol. Os perfis nas regiões: 138-145 ppm (C5), 120-125 ppm (C6), 60-75 ppm (C3) e 10-16 ppm (C18) foram comparados com o observado na amostra DPI.

Estrutura cristalina	carbono				Ref.
	C5	C6	C3	C18	
Monoidrato	142,4; 140,9	120,8; 120,3	71,8	12,0; 11,0	^{b,c,d}
Anidro, Temp. ambiente	141,7; 141,2; 141,0; 140,8; 139,2; 138,5	122,9; 122,7; 122,5; 122,2; 121,8; 121,5; 121,1	71,4; 70,6; 70,3	13,8; 13,0; 12,7; 11,7	^{b,c}
Anidro, Temp. >32 °C	141,7; 141,4; 141,1; 140,7; 139,9; 139,3; 138,8; 138,6	123,4; 122,9; 122,1; 121,6; 121,2	72,1-69,8	^a	^b
Mistura fases	141,7 – 140,9; 139,3; 138,5	123 – 121 6 sinais	71,4; 70,3	13,6 – 10,9 4 sinais	^e
Amostra DBI (monoidrato)	142,2; 141,2	120,6	71,8		Este trabalho

^anão indicado.

^bGuo e Hamilton (1996).

^cSharma et al. (2016).

^dSiddiqui et al. (2023).

^eJayalakshmi et al. (2009).

Tabela 2. Deslocamentos químicos (ppm) dos sinais dos carbonos C3, C5, C6 e C18 do colesterol em várias formas cristalinas, e os observados para o cálculo biliar DBI investigado.

Os dois polimorfos anidros apresentaram os sinais dos carbonos C5 e C6 desdobrados em vários sinais, coerente com o indicado por estudos cristalográficos (Kuçukbenli et al., 2012). Por outro lado, os deslocamentos químicos publicados para o polimorfo monoidratado foram comparáveis aos observados para a amostra de depósito biliar investigada. Os resultados sugerem que na amostra DBI a forma predominante seria a do colesterol mono-hidratado cristalino, observado em portadores de colecistite crônica (Siddiqui et al., 2023).

CONCLUSÃO

A RMN de sólidos permitiu caracterizar de forma rápida o componente majoritário presente em uma amostra de cálculo biliar produzido *in vivo* como sendo o colesterol. A possível presença de bilirrubina não foi constatada, assim como de fosfolipídeos como a lecitina. Foi possível estabelecer o polimorfo presente, por comparação dos deslocamentos químicos indicados na literatura, como sendo a forma monoidratada do colesterol, comumente presente em pacientes portadores de colecistite crônica.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a GALP por bolsa de pós-doutorado (L.B. Borré) e à FAPERJ (Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro, Brasil) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

BAK, M., THOMSEN, J.K., JAKOBSEN, H.J., PETERSEN, S.E., PETERSEN, T.E., NIELSEN, N.C. **Solid-state ^{13}C and ^{31}P NMR analysis of urinary stones.** *The Journal of Urology*, v.164, p.856-863, 2020.

GUO, W., HAMILTON, J. A. **^{13}C MAS NMR Studies of Crystalline Cholesterol and Lipid Mixtures Modeling Atherosclerotic Plaques.** *Biophys. J.* v.71, p. 2857-2868, 1996.

IJARE, O.B., SOMASHEKAR, B.S., JADEGOUD, Y., GOWDA, G.A.N. **^1H and ^{13}C characterization and stereochemical assignments of bile acids in aqueous media.** *Lipids*, v.40, p.1031-1041, 2005.

JAYALAKSHMI, K., SONKAR, K., BEHARI, A., KAPOOR, V.K., SINHA, N. **Solid state ^{13}C NMR analysis of human gallstones from cancer and benign gall bladder diseases.** *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*. v.36, p. 60-65, 2009.

KAPOOR, V.K. **Gallbladder cancer: a global perspective.** *Journal of Surgical Oncology*, v.93, p.607-609, 2006.

KUÇUKBENLİ, E., SONKAR, K., SINHA, N., GIRONCOLI, S. **Complete ^{13}C NMR Chemical shifts assignment for cholesterol crystals by combined CP-MAS spectral editing and ab initio GIPAW calculations with dispersion forces.** *J.Phys.Chem. A*, v.116, p.3765-3769, 2012.

RUDLING, M., LASAR, A., STRANIERO, S. **Gallbladder bile supersaturated with cholesterol in gallstone patients preferentially develops from shortage of bile acids.** *Journal of Lipid Research*, v.60, p.498-505, 2019.

SHARMA, R.K., SONKAR, K., SINHA, N., REBALA, P., ALBANI, A.E., BEHARI, A., REDDY, D.N., FAROOQUI, A., KAPOOR, V.K. **Gallstones: a worldwide multifaceted disease and its correlations with gallbladder carcinoma.** *PLoS ONE*, v.11, p.1-14, e0166351, 2016.

SHEPELENKO, M., HIRSCH, A., VARSANO, N., BEGHI, F., ADDADI, L., KRONIK, L., LEISEROWITZ, L. **Polymorphism, structure and nucleation of cholesterol-H₂O at aqueous interfaces and in pathological media: revisited from a computational perspective.** *J.Am.Chem.Soc.*, v.144, p.5304-5314, 2022.

SIDDQUI, M.A., DWIVEDI, N., SIDDQUI, M.H., RANA, S.V., SHARMA, A., DASH, N.R., PRADEEP, R., VIJAYAHARI, R., BEHARI, A., KAPOOR, V.K., SINHA, N. **NMR spectroscopy-based analysis of gallstones of cancerous and benign gallbladders from different geographical regions of the Indian subcontinent.** *PLoS ONE*, v.18, p.1-15, e0286979, 2023.

WATERHOUIS, D.V., BARNES, S., MUCCIO, D.D. Nuclear magnetic resonance spectroscopy of bile acids. **Development of two-dimensional NMR methods for the elucidation of proton resonance assignments for five common hydroxylated bile acids, and their parent bile acid, 5b-cholanoic acid.** *J. Lipid Res.* v.26, p.1068-1078, 1985.

CAPÍTULO 8

ESTUDO DA VIABILIDADE DO APROVEITAMENTO DE REJEITOS LIGNOCELULÓSICOS DA FIAÇÃO DE ALGODÃO COMO ADSORVENTES PARA O TRATAMENTO DE EFLUENTES TÊXTEIS

Data de submissão: 08/12/2023

Data de aceite: 22/12/2023

Ivonete Oliveira Barcellos

Universidade Regional de Blumenau
(FURB)

Blumenau – SC

<http://lattes.cnpq.br/5711791081577263>

Tauana Gebhardt

Universidade Regional de Blumenau
(FURB)

Blumenau – SC

<http://lattes.cnpq.br/9588294381134621>

Júlia Cassaniga Feller

Universidade Regional de Blumenau
(FURB)

Blumenau – SC

<https://lattes.cnpq.br/2761240023924466>

Jurgen Andreaus

Universidade Regional de Blumenau
(FURB)

Blumenau – SC

<http://lattes.cnpq.br/9198319190520296>

RESUMO: A tendência para o futuro é a bioeconomia, assentada no uso da biomassa para geração de produtos e substâncias da química verde. Desta forma, avaliou-se a possibilidade do reaproveitamento de dois resíduos sólidos lignocelulósicos, da

empresa Hantex e Incofios Ind. e Com. de Fios Ltda, de fiação de algodão. Para atingir o objetivo principal deste trabalho, testou-se a capacidade de adsorção de corantes reativos nos dois resíduos lignocelulósicos, após sua calcinação (R1 e R2). Após o reuso em tingimentos, as propriedades tintoriais avaliadas foram: reproduzibilidade da cor do tecido (dE), e a solidez sob fricção a úmido e a seco. Inicialmente testou-se o poder de adsorção em soluções aquosas com três corantes, sendo eles, azul Sidercron BF-BL, Novacron Amarelo S-3R e vermelho FN-R-01, e assim obteve-se eficiência de 99,09% com o resíduo R1 e 97,19% resíduo R2 para o corante azul; para o corante vermelho foi de 95,39% com R1 e 97,19% R2; e no caso do corante amarelo com 82,99% R1 e 95,92% R2. Em seguida, partiu-se para a adsorção em banhos de tingimento com os resíduos calcinados. Para o tingimento com corante azul remoção superior a 90%; já com o corante amarelo a eficiência não passou de 81%. Enquanto com o corante vermelho independentemente da quantidade e do tipo de adsorvente o percentual de remoção foi superior a 96%. Utilizou-se o banho residual do tingimento tratado, para um novo ciclo de tingimento obtendo-se resultados satisfatórios em determinadas condições,

com dE inferior a 0,4 e solidez a seco 4/5.

PALAVRAS-CHAVE: Adsorção; Resíduos da fiação do algodão; reuso de água; tingimento; corantes reativos; resíduos lignocelulósicos

STUDY OF THE VIABILITY OF USE OF LIGNOCELLULOSIC WASTE FROM COTTON SPINNING AS ADSORBENTS FOR THE TREATMENT OF TEXTILE EFFLUENTS

ABSTRACT: The trend for the future is the bioeconomy, based on the use of biomass to generate green chemical products and substances. Therefore, the possibility of reusing two lignocellulosic solid waste, from the cotton spinning company Hantex and Incofios Ind. and Com. de Fios Ltda, was evaluated. To achieve the main objective of this work, the adsorption capacity of reactive dyes was tested on two lignocellulosic residues, after their calcination (R1 and R2). After reuse in dyeing, the dyeing properties evaluated were: fabric color reproducibility (dE), and fastness under wet and dry rubbing. Initially, the adsorption power was tested in aqueous solutions with three dyes, namely, Sidercron Blue BF-BL, Novacron Yellow S-3R and Red FN-R-01, and thus an efficiency of 99.09% was obtained with the residue R1 and 97.19% residue R2 for the blue dye; for the red dye it was 95.39% with R1 and 97.19% R2; and in the case of yellow dye with 82.99% R1 and 95.92% R2. Then, adsorption was carried out in dye baths with the calcined residues. For dyeing with blue dye removal greater than 90%; With the yellow dye, the efficiency did not exceed 81%. While with the red dye, regardless of the amount and type of adsorbent, the removal percentage was greater than 96%. The residual bath of the treated dyeing was used for a new dyeing cycle, obtaining satisfactory results under certain conditions, with dE less than 0.4 and dry fastness 4/5.

KEYWORDS: Adsorption; Waste from cotton spinning; water reuse; dyeing; reactive dyes; lignocellulosic waste

1 | INTRODUÇÃO

Nos últimos tempos os problemas ambientais têm se tornado cada vez mais críticos e frequentes, principalmente devido ao desmedido crescimento populacional e ao aumento da atividade industrial. Com todos estes ingredientes os problemas devido a ação antrópica têm atingido dimensões catastróficas, podendo ser observadas através de alterações na qualidade do solo, ar e água. O setor têxtil apresenta um destaque especial, devido a sua atividade industrial que gera grandes volumes de efluentes, os quais, quando não corretamente tratados, podem causar sérios problemas de contaminação ambiental. (KUNZ, 2002; GADEKAR AND AHAMMED, 2019; CAVALCANTI; DOS SANTOS, 2022)

Conforme SHIRVANIMOOGHADDAM *et al*, a indústria da moda global produz cerca de US \$ 3 bilhões, o que representa cerca de 2% do Produto Interno Bruto (PIB) do mundo. De acordo com dados dos últimos 20 anos a indústria de produtos têxteis conseguiu duplicar sua produção, consequentemente o aumento na média do consumo de artigos têxteis, de 7 kg por pessoas para 13 kg, o total desses valores atingiram resultados

exorbitantes, na faixa de 100 milhões de toneladas de consumo em produtos têxteis. Na indústria de fiação, os resíduos são geralmente abandonados ou vendidos a preços baixos (SHIRVANIMOOGHADDAM, 2020)

De acordo com AGUIAR, podemos compreender que nos materiais lignocelulósicos, a celulose está presente em até 50% da massa seca total. Sendo um polímero linear, com porções cristalinas formado exclusivamente por moléculas de anidro-glicose. As polioses são polissacarídeos ramificados, compostos por vários açúcares como a glicose, manose, galactose e xilose, e com pequenas quantidades de arabinose, ácidos urônicos e grupos acetila. O teor de polioses em materiais lignocelulósicos, de diferentes origens, pode variar de 20 a 25%. A lignina (Figura 1) difere significativamente dos polissacarídeos, pois é, uma macromolécula aromática, em massa, esse componente representa cerca de 20 a 30% do lignocelulósico seco. Tais componentes estão intimamente associados e/ou ligados quimicamente, formando a parede celular dos vegetais lenhosos e fibras celulósicas (AGUIAR, 2011). A lignina passou a despertar interesse na última década (ZHAO, 2017; GASPAR, 2023). Entretanto estudo com este tipo de resíduo da fiação de algodão, não foi encontrado na literatura e os trabalhos discutindo reuso de água de tingimentos pós tratamento com adsorventes alternativos são escassos e os mesmos foram utilizados para viabilizar a discussão dos resultados de forma comparativa.

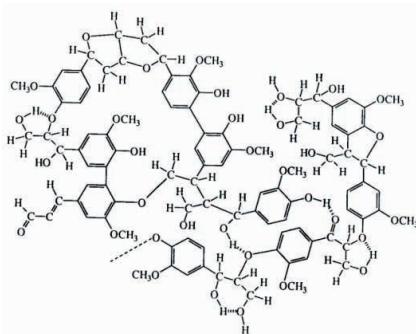


Figura 1: Ilustração da molécula da lignina.

Nas indústrias têxteis é consumido uma grande variedade de corantes, um dos principais são os corantes reativos. Os corantes reativos são assim denominados devido a sua capacidade de formarem ligações covalentes com a fibra. Estes corantes podem ser utilizados no tingimento de fibras celulósicas com boas características de tingimento, solidez e estabilidade química. A poluição de corpos d'água com tais compostos provocam, além da poluição visual, alterações em ciclos biológicos afetando principalmente processos de fotossíntese. Os efluentes têxteis caracterizam-se por serem altamente coloridos, devido à presença de corantes que não se fixam na fibra durante o processo de tingimento. Devido a estas implicações ambientais, novas tecnologias têm sido buscadas para reduzir este

potencial poluidor, métodos para o tratamento de efluentes são investigados, como por exemplo a adsorção, que pode ser feita em diversos materiais como carvão ativado e resíduos industriais. (MELO, 2017; HONORIO, 2013; CHIARELLO, L. M.; BARCELLOS, I.O. *et al.*, 2012; ZOMER; MELO, 2021)

O processamento de têxteis, principalmente o tingimento, exige grandes quantidades de água, gerando enormes quantidades de efluentes. Uma estratégia sustentável para reduzir o volume de efluentes têxteis é o tratamento e a reutilização dos resíduos líquidos residuais. CHIARELLO *et al.*, realizaram um estudo visando o reuso de banhos de tingimento após seu tratamento enzimático. Observaram ser possível a reutilização a de acima de 70%. (CHIARELLO, 2020).

MITTERSLEINER *et al.*, também com objetivo de reutilizar banhos de tingimento, em seu estudo utilizaram resíduo da clarificação de óleos vegetais (bentonita) para adsorção do corante direto dos banhos residuais de tingimentos. Posteriormente as soluções tratadas foram utilizadas em novos tingimentos com corantes reativos, e mostraram um excelente potencial tanto pela capacidade de remoção do corante (>95%), quanto pela reprodutibilidade da cor no reuso nos tingimentos ($\Delta E < 0,5$). (MITTERSLEINER, 2017).

Um estudo do processo de transformação de resíduo de algodão como adsorvente de baixo custo, capaz de remover corantes de efluentes têxteis, é uma alternativa para reduzir os impactos ambientais. Durante todo ciclo de vida do algodão, grandes quantidades de resíduos são geradas em seu processamento. Na fiação, por exemplo, de fibras de algodão sobram resíduos Lignocelulósicos contendo principalmente folhas, sementes, restos de cascas e fibras curtas, que são descartados ou queimados. Segundo a empresa que produz em torno de 1800 t/mês de fio de algodão, há uma perda de aproximadamente 3 % de material que entra na fábrica, ou seja, em torno de 54 t/mês. Este trabalho visa avaliar o potencial do aproveitamento de dois resíduos, de uma indústria de fiação de algodão, como adsorventes para o tratamento de banhos do tingimento, visando posterior reutilização.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Dois tipos de resíduos da fiação de algodão, chamados aqui de R1 com aparência mais suja e R2 aparentemente mais limpo, mas ambos com piolho de algodão, foram doados pela empresa Hantex Resíduos Têxteis (Gaspar, SC).

Os corantes selecionados para realizar o estudo de adsorção foram: Azul Sidercron BF-BL (Figura 2a) e Vermelho FN-R-01 (Figura 2b) Novacron Amarelo S-3R. Apresentado o Color Index (C.I.) de Reactive Blue 221, Reactive Red 238 e Reactive Yellow 205, respectivamente. Todos doados pelo fabricante. *Não foi disponibilizado pelo fabricante a estrutura do corante Novacron Amarelo S-3R.

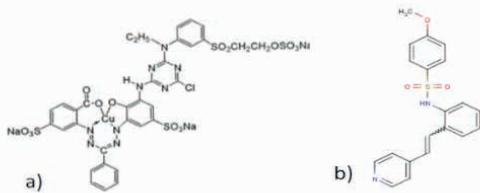


Figura 2 (a) Estrutura do Reactive Blue 221. (b) Estrutura do Reactive Red 238 (c) Estrutura do Novacron Amarelo S-3R*. Fonte Colour Index

2.2 Metodologia

2.2.1 Preparação dos Resíduos

Os resíduos foram submetidos ao processo de calcinação sem fornecimento de oxigênio, resultando em uma elevada perda de massa, tendo em vista a composição do resíduo e sua alta temperatura de calcinação. Para isso, os resíduos foram introduzidos em um cadiño e disposto na Mufla (JUNG) seguiu-se em um gradiente de 30°C/min até 600°C, manteve-se em um patamar por 400 min, resfriou e em seguida foi transferido para um dessecador e mantido até seu posterior uso.

2.2.2 Adsorção das Soluções dos Corantes

A partir das soluções dos corantes preparadas, deu-se início aos experimentos de adsorção com os resíduos R1 e R2 calcinados, para o qual se fez uma relação 1g de resíduo calcinado para 100 mL de solução de corante. A adsorção foi feita em uma incubadora (TECNAL – TE-420) à 50°C, com 150 rpm, durante 24 horas ou até se obter o tempo infinito, ou seja, equilíbrio de adsorção, onde não se observa variação nos valores de absorbância (Abs.). Dada a finalização da adsorção utilizou-se um Espectrômetro de UV-Visível (Shimadzu 1800) para determinação da eficiência do processo na remoção do corante, realizando as análises e determinação da absorbância antes (Abs_i) e depois (Abs_f) da adsorção.

2.2.3 Estudo da Adsorção em banhos de Tingimento

Após verificar que o método de adsorção se faz eficaz em soluções de corantes puros, o mesmo foi feito utilizando banhos residuais dos tingimentos. Para o tingimento seguiu-se um processo convencional, empregado para tingimento de algodão, neste caso utilizou-se meia malha 100% algodão, com as proporções dos auxiliares como visto na Tabela 2. O tingimento deu-se a 65 °C (2 °C/min), em máquina de canecos (Kimak). Inicialmente por 10 minutos rodou somente sal (NaCl), corantes e tecido na máquina, em

seguida a barrilha (Na_2CO_3) foi dosada e continuou-se o tingimento por mais 45 minutos.

Produtos	Unidades	Tingimento 1	Tingimento 2	Tingimento 3
Corante Azul Sidercron BF-BL	%	0,5	-	-
Corante Vermelho FN-R-01	%	-	0,5	-
Corante Novacron Aramelo S-3R	%	-	-	0,5
Cloreto de Sódio (NaCl)	g/L	30	30	30
Barrilha	g/L	10	10	10

Tabela 2: Quantidades e produtos químicos utilizados na receita para o tingimento.

Os tingimentos foram realizados em monocromia nas cores azul, vermelho e amarelo, conforme visto na tabela 2, para gerar solução para o tratamento. Após o tingimento, o banho residual seguiu para o tratamento por adsorção com diferentes quantidades de resíduos calcinados R1 e R2, em incubadora (TECNAL – TE-420) à 50°C, com 150 rpm, durante 24 horas para obter seu tempo infinito, ou seja, limite máximo de adsorção. Dada a finalização da adsorção utilizou-se um Espectrofotômetro o de UV-Visível (Shimadzu) para determinar o percentual de remoção do corante, realizando as análises antes e depois da adsorção.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Obtenção dos Resíduos da Fiação de Algodão

Foi observado um percentual (%) de impureza para o resíduo R1 (11,64%) maior que para o resíduo R2 (8,67%). Após realizar as calcinações, para os diferentes resíduos (R1 e R2), pode-se observar aspectos diferentes entre ambos antes e depois do processo na Figura 1. O que foi observado é que ao ser calcinado o resíduo perde muita massa, cerca de 96%, este fato é devido de que a maior composição do resíduo é matéria orgânica e como as calcinações são feitas em temperatura elevada restará somente minerais.

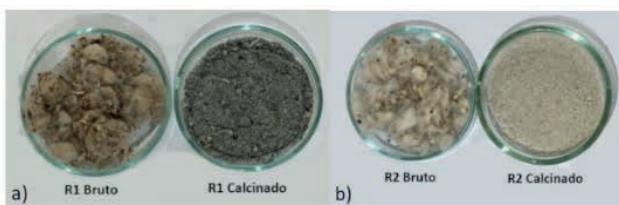


Figura 3: (a) Material R1 antes e depois da calcinação. (b) Material R2 antes depois da calcinação.

3.2 Adsorção das Soluções de Corantes

Através das leituras das absorbâncias das soluções de corante, observa-se na Figura 4 que o R2 possui um poder adsorvente de até 7% superior ao R1, porém ambos os resíduos apresentaram um ótimo poder adsorvente tendo em vista que a solução ficou límpida, com eficiência na remoção do corante variando de 83 a 99%. Para as soluções do corante azul foi 99,09% R1 e 97,19% R2; corante vermelho foi de 95,39% com R1 e 97,19% R2; e no caso do corante amarelo com 82,99% R1 e 95,92% R2.

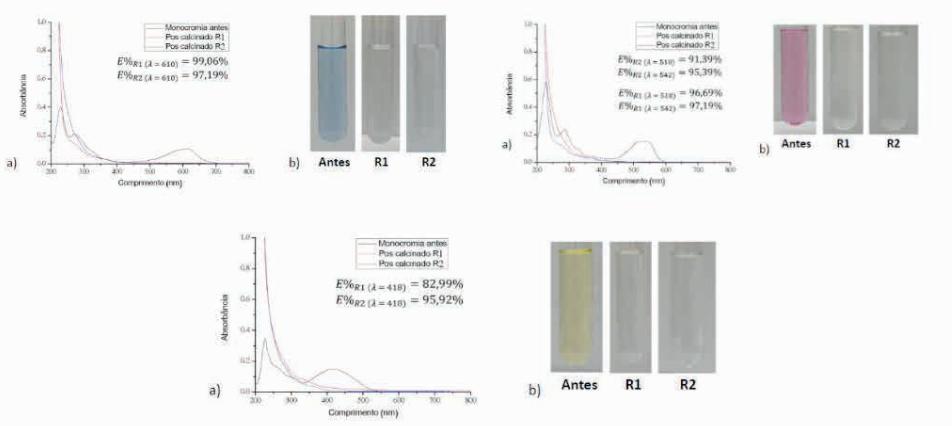


Figura 4: (a) Gráfico da Absorbância versus Comprimento de onda para os três corantes. (b) Visualização da ação dos resíduos após 24 horas de adsorção dos três corantes.

Se comparar os resultados com outros estudos, por exemplo enzimático para corantes reativos foi obtido valores superiores a 90% (CHIARELLO,2020). Adsorvente de resíduo industrial a base de bentonita. 95,27% de remoção de corante direto, em 24h (MITTERSLEINER,2020). Eficiência de 74 a 99%, dependendo das condições de tratamento das soluções de corantes ácidos, amarelo, azul e vermelho empregando farelo de soja como adsorvente (CHIARELLO,2012).

3.3 Estudo da Adsorção em Banhos de Tingimento

As figuras 5, 6, e 7 apresentam os espectros (a) dos banhos de tingimentos de cada corante antes e após o tratamento por adsorção, bem como avaliação visual (b).

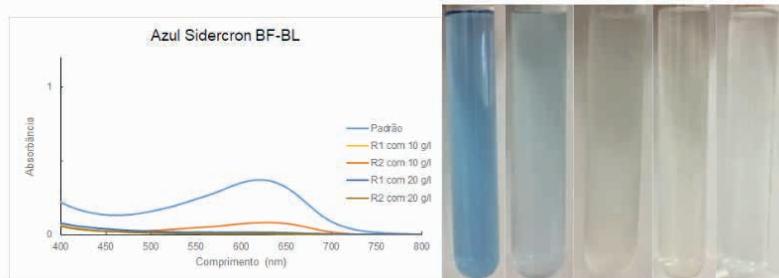


Figura 5: (a) Gráfico da Absorbância *versus* Comprimento de onda para o corante azul (b) Visualização da ação dos resíduos após 24 horas de adsorção do corante azul, segundo na sequencia padrão, R1 com 10 g/L, R2 com 10 g/L, R1 com 20 g/L, R2 com 20 g/L.

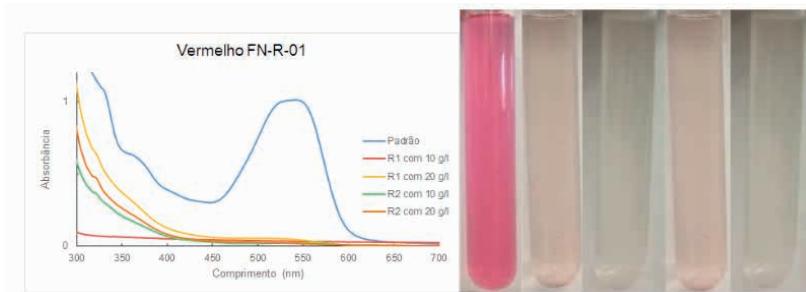


Figura 6: (a) Gráfico da Absorbância *versus* Comprimento de onda para o corante vermelho. (b) Visualização da ação dos resíduos após 24 horas de adsorção do corante vermelho, segundo na sequencia padrão, R1 com 10 g/L, R2 com 10 g/L, R1 com 20 g/L, R2 com 20 g/L.

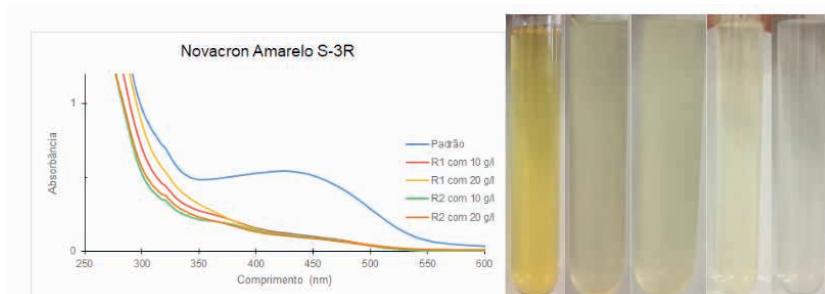


Figura 7: (a) Gráfico da Absorbância *versus* Comprimento de onda para o corante amarelo. (b) Visualização da ação dos resíduos após 24 horas de adsorção do corante amarelo, segundo na sequencia padrão, R1 com 10 g/L, R2 com 10 g/L, R1 com 20 g/L, R2 com 20 g/L.

Segue tabela abaixo (tabela 3) com as eficiências obtidas para cada corante com determinada quantidade de resíduo calcinado como adsorvente.

Adsorvente	Quantidade (g/L)	Corante Azul Sidercron BF-BL (%)	Corante Vermelho FN-R-01 (%)	Corante Novacron Amarelo S-3R (%)
R1	10,00	65,68	95,63	76,60
R1	20,00	96,50	98,36	80,80
R2	10,00	72,00	95,63	77,50
R2	20,00	97,20	98,36	81,00

Tabela 3: Eficiência da adsorção (%) após 24 horas de tratamento, com banho residual.

Os resultados da tabela 3, mostram que independentemente da quantidade e do tipo de adsorvente a porcentagem de remoção para o corante vermelho foi superior a 95%. Entretanto, para o corante azul obtém-se eficiência na remoção superior 90% somente com quantidade maior de adsorventes (20g/L). Para o corante amarelo também se observa a necessidade de maiores quantidades de adsorvente, independentemente do tipo de resíduo, porém ainda com menor remoção, sendo a máxima de 81%. Os resultados sugerem que uma monocromia do corante azul ou vermelho ou bicromia entre eles em novos tingimentos com água tratada seja possível e talvez até uma tricromia com amarelo em menores quantidades, mas pouco provável somente monocromia com amarelo.

3.4 Reuso dos Banhos de Tingimento

Como obteve-se melhores resultados com os banhos residuais tratados com 20 g/L, foram tingidas novas amostras com o reuso do banho de tingimento tratado em três situações diferentes: i)A primeira amostra foi tingida ajustando a quantidade de corante considerando a quantidade já existente de corante no banho tratado, dependendo do % de eficiência, porém os auxiliares, sal e barrilha foram adicionados nas quantidades iniciais, 30 g/L e 10g/L, respectivamente; ii)A segunda foi uma amostra tingida ajustando as quantidades de corantes, sal (NaCl) e barrilha (NaCO₃) com relação ao banho residual tratado; iii)A terceira situação o tingimento ocorreu sem ajustes, as quantidades iniciais de corante, sal e barrilha foram repetidas, conforme receita tabela 2.

Os resultados que se seguem nas tabelas 4, 5 e 6 para os corantes azul, vermelho e amarelo, respectivamente, foram obtidos através das médias de triplicatas de tingimento reutilizando os banhos de tingimentos tratados. Para obtenção destes dados utilizou-se o espectrofotômetro de remissão (KONICA MINOLTA). As amostras são consideradas reprovadas ou aprovadas de acordo com o erro relativo quando comparadas as amostras padrões, gerando um dE, onde este valor só é considerado aprovado quando menor ou igual a 1,5. Para algumas empresas, o valor aceitável é dE≤ 0,5, mas normalmente está sujeito as exigências de cada cliente, havendo tolerância de até 1,5.

Amostras com R1	DL*	Da*	Db*	DC*	DH*	dE*	Situação
Amostra com ajuste no % corante	0,466	-0,360	-0,123	0,115	-0,331	0,483	Aprovado
Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares têxteis	0,491	-0,160	-0,258	0,166	-0,104	0,500	Aprovado
Amostra sem ajuste na receita	-0,112	-0,045	-0,455	0,420	0,112	0,487	Aprovado
Amostras com R2	DL*	Da*	Db*	DC*	DH*	dE*	Situação
Amostra com ajuste no % corante	-0,128	-0,055	-0,446	0,260	0,041	0,307	Aprovado
Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares têxteis	-3,953	0,236	3,024	1,692	0,827	2,728	Reprovado
Amostra sem ajuste na receita	0,064	-0,165	0,729	0,433	-0,006	0,624	Aprovado

Tabela 4: Leituras em espectrofotômetro de Remissão com a reutilização de banhos de tingimento, que foram tratados com 20g/L de R1 e R2, na cor azul.

Como visto nos resultados acima (Tabela 4), na utilização do resíduo calcinado R1 todas as amostras mostraram um dE inferior ou igual a 0,5. Onde nota-se que o melhor resultado foi na amostra que continha apenas o ajuste do corante, tendo um dE=0,483. Mas praticamente não houve variação, podendo-se adaptar ou não a receita, ou seja, todas as situações aprovadas para o corante azul.

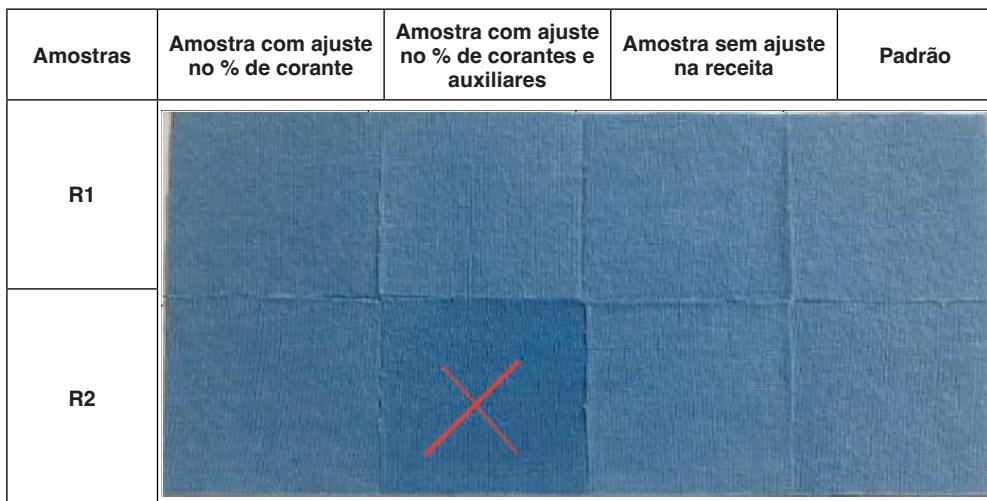


Figura 7: Amostras de tecido tingidas com corantes azuis com reuso dos banhos.

Com relação ao resíduo calcinado R2, a amostra que apresentou o melhor resultado foi para o banho de tingimento que só teve ajuste na quantidade de corante na receita, gerando um dE= 0,307; enquanto os tingimentos sem ajustes na receita apresentaram

um $dE=0,624$. Porém as amostras onde havia sido ajustado as quantidades de corantes e de seus auxiliares apresentaram valores dE superiores a 2, o alto valor é derivado do raio chroma (dC^*), que é a pureza da cor e da luminosidade (dL), enquanto o valor de b^* positivo, é um indicativo que a amostra teve um maior desvio para o amarelo, mas foi a única situação reprovada para o azul (Figura 7).

Como visto nas amostras reutilizando o banho de tingimento tratado com os resíduos R1 e R2 para a cor azul, os melhores resultados foram perceptíveis nas condições onde só o corante foi ajustado, mantendo a concentração de sal ($NaCl$) e de barrilha (Na_2CO_3), ou sem nenhum ajuste na receita. Embora o R2 tenha apresentado resultados de adsorção relativamente melhores, com relação a reutilização dos banhos do tingimento tratado com R1, foram melhores para o corante azul.

Amostras com R1	DL^*	Da^*	Db^*	DC^*	DH^*	dE^*	Situação
Amostra com ajuste no % corante	0,609	-0,530	-0,148	-0,194	-0,420	0,469	Aprovado
Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares têxteis	0,835	-0,397	-0,122	-0,315	-0,283	0,614	Aprovado
Amostra sem ajuste na receita	0,374	0,033	-0,038	-0,188	-0,118	0,239	Aprovado
Amostras com R2	DL^*	Da^*	Db^*	DC^*	DH^*	dE^*	Situação
Amostra com ajuste no % de corante	-0,284	-0,451	1,294	-0,381	0,807	0,904	Aprovado
Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares têxteis	0,917	-1,637	1,534	0,949	1,041	1,284	Aprovado
Amostra sem ajuste na receita	-0,235	-0,976	0,912	-0,567	0,421	0,765	Aprovado

Tabela 5: Leituras em espectrofotômetro de Remissão com a reutilização de banhos de tingimento, que foram tratados com 20g/L de R1 e R2, na cor vermelha.

Como visto nos resultados acima (tabela 5) para a cor vermelha, na utilização do resíduo R1 todas as amostras mostraram um dE inferior a 0,7. Onde nota-se que o melhor resultado foi na amostra sem ajustes na receita do tingimento, tendo um $dE=0,239$. Porém, as outras amostras também mostraram resultados aceitáveis.

Amostras	Amostra com ajuste o % de corante	Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
R1				
R2				

Figura 8: Amostras de tecido tingidas com corantes vermelho com reuso dos banhos.

Com relação ao resíduo R2, a amostra que apresentou o melhor resultado foi a amostra sem ajustes na receita do tingimento apresentando um $dE=0,765$, enquanto a amostra que só tinha ajuste na quantidade de corante na receita, gerou um $dE= 0,904$. Porém as amostras onde havia sido ajustado as quantidades de corantes e de seus auxiliares apresentaram valores dE aproximadamente 1,28, este alto valor é derivado do raio chroma (dC^*), que é a pureza da cor, e observa-se um maior deslocamento para amarelo (b^*) e vermelho (a^*)

Como visto nas amostras reutilizando o banho de tingimento tratado com os dois resíduos R1 e R2, para a cor vermelha, os melhores resultados foram perceptíveis nas condições onde as receitas de tingimento (Tabela2) foram repetidos na reutilização do banho residual e tratado. Comparando as amostras, nota-se que o R1 é mais eficiente na adsorção do corante e melhor para uma reutilização de banho residual e tratado para um novo tingimento, porém o R2 dependendo da receita do tingimento também apresentou resultados satisfatórios, e todos aprovados (Figura 8)

Amostras com R1	DL*	Da*	Db*	DC*	DH*	dE*	Situação
Amostra com ajuste no % de corante	1,113	-2,599	-5,904	-2,293	0,011	2,369	Reprovado
Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares têxteis	0,92	-2,143	-5,663	-2,149	-0,181	2,230	Reprovado
Amostra sem ajuste na receita	-0,087	0,423	0,037	-0,075	-0,219	0,433	Aprovado
Amostras com R2	DL*	Da*	Db*	DC*	DH*	dE*	Situação
Amostra com ajuste no % de corante	0,428	-1,373	-3,543	-0,222	-0,098	1,396	Aprovado
Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares têxteis	0,425	-1,881	3,138	-0,940	0,324	1,349	Aprovado

Amostra sem ajuste na receita	-0,022	-1,154	1,281	-0,062	0,362	0,704	Aprovado
-------------------------------	--------	--------	-------	--------	-------	-------	-----------------

Tabela 6: Leituras em espectrofotômetro de Remissão com a reutilização de banhos de tingimento, que foram tratados com 20g/L de R1 e R2, na cor amarela.

Como visto nos resultados acima para a cor amarela (tabela 6), na utilização do resíduo R1 a amostra que foi tinta conforme receita da Tabela2, ou seja, mantendo todas as concentrações de auxiliares, foram as únicas com um dE inferior a 0,5. Onde nota-se que no geral foram os melhores resultados para este corante. Nas amostras que tiveram ajustes no corante e nos auxiliares, obteve um dE superior a 2, observa-se o valor do b^* negativo que é o desvio para a cor azul. Na amostra que apenas continha as quantidades de corante ajustada o dE é superior a 2,2, esse valor também mostrou b^* negativo que é o desvio para a cor azul.

Amostras	Amostra com ajuste no % corante	Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
R1				
R2				

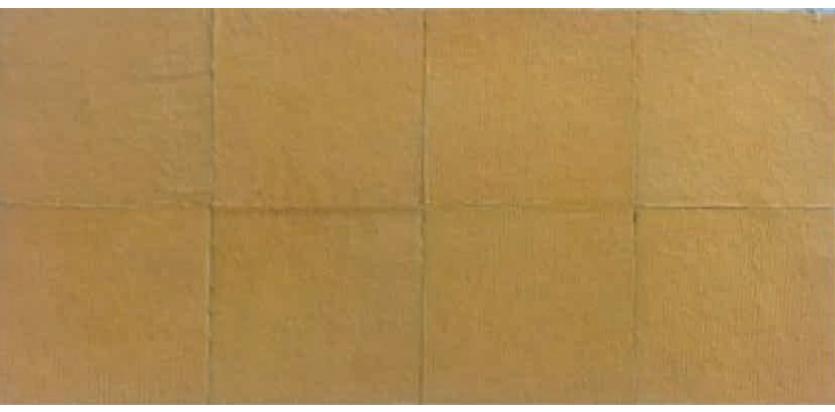


Figura 9: Amostras de tecido tingidas com corantes amarelo com reuso dos banhos.

Em relação ao resíduo R2, os resultados não foram muito diferentes, a amostra em que a quantidade de corante e concentração de sal (NaCl) e de barrilha (Na_2CO_3) foi mantida, conforme tabela 2, foi a única com um dE abaixo de 1,0 ~ (0,70). Onde nota-se que foi o melhor resultado para este resíduo. As amostras que tiveram ajustes na receita para o corante e/ou auxiliares, apresentaram dE superior a 1,3. Sem dúvida para o corante amarelo a reutilização mostra-se mais restrita, o que é refletido pela menor eficiência observada nos estudos de adsorção (Figura 9).

Buscando comparações na literatura, a eficiência (%) do tratamento utilizando 2g do resíduo bruto de clarificação de óleo vegetal (RC) foi de 91,26% de remoção do corante disperso Rubi S-EGFL Colorpes da solução. As soluções tratadas foram utilizadas novamente para o tingimento de malha PES/CO (50/50) com cores média e escura, empregando o

mesmo corante Foram determinadas as propriedades tintoriais como esgotamento (%), DE, K/S, FC (%) e solidez a lavagem e a fricção comparando os tingimentos com água industrial (padrão). As propriedades tintoriais apresentaram valores bem próximos do padrão e os valores de dE menores que 0,5. (DALLE CORT e BARCELLOS, 2019).

Na literatura Wilhelm obteve valores de dE que variaram entre 0,18 a 0,45 e 0,45 a 0,52 para os tingimentos de algodão em monocromia e bicromia com corante reativo, respectivamente. Enquanto para monocromia com corante direto os valores de dE variaram de 0,56 a 1,02, dependendo das condições de tratamento da água com cinza de casca de arroz. (WILHELM e BARCELLOS, 2016)

Como visto nas amostras reutilizando o banho de tingimento tratado com os dois resíduos R1 e R2 para a cor amarela, os melhores resultados foram perceptíveis nas condições onde a receita dos tingimentos foram mantidas conforme tabela2, se ajustes. Ao contrário dos corantes azul e vermelho a reutilização não foi tão satisfatório para o amarelo, embora é possível obter dE entre 0,7-0,4, isto não surpreende uma vez que a eficiência na adsorção também foi significativamente inferior. Mas provavelmente uma tricromia entre eles seria viável.

3.5 Ensaios de Solidez

Com a finalidade de avaliar a fixação do corante no tingimento foram realizados os testes de solidez à fricção a úmido e a seco, conforme descritos na norma da ABNT NBR ISO 105-X1, os resultados obtidos estão ilustrados nas tabelas 7, 8, 9 abaixo para os corantes azul, vermelho e amarelo respectivamente.

Amostras com resíduo R1, na cor azul.

Solidez	Amostra Inicial	Amostra com ajuste no % corante	Amostra com ajuste no % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
Seco					
Notas	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5
Úmido					

Notas	3	3	3	3	3
-------	---	---	---	---	---

Amostras com resíduo R2, na cor azul.

Solidez	Amostra Inicial	Amostra com ajuste % corante	Amostra com ajuste % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
Seco					
Notas	-	4/5	4	4/5	4/5
Úmido					
Notas	-	3	3	3	3

Tabela 7: Solidez a fricção seco e úmido, dos artigos tingidos com reuso de banho tratado com resíduos R1 e R2, na cor azul.

Amostras com resíduo R1, na cor vermelha.

Solidez	Amostra Inicial	Amostra com ajuste no % corante	Amostra com ajuste % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
Seco					
Notas	-	4/5	4/5	4/5	4
Úmido					
Notas	-	3	3	3/4	3

Amostras com o resíduo R2, na cor vermelha.

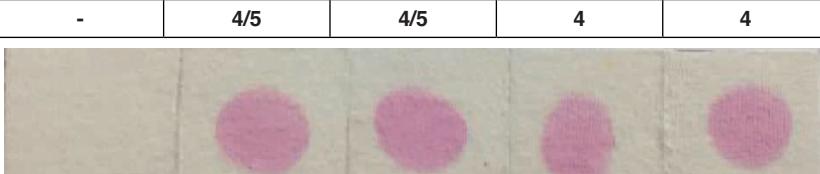
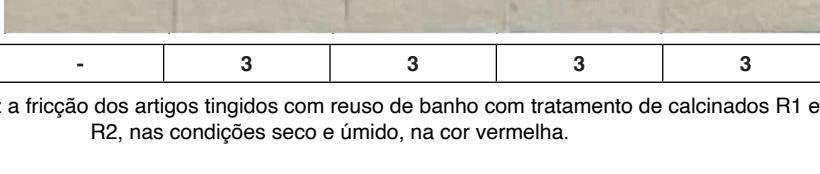
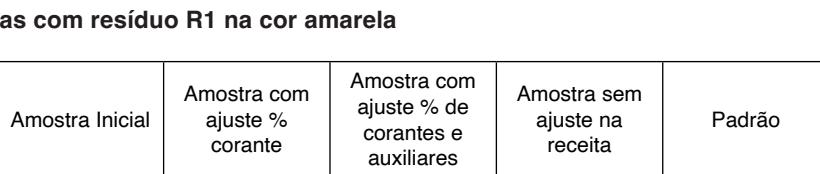
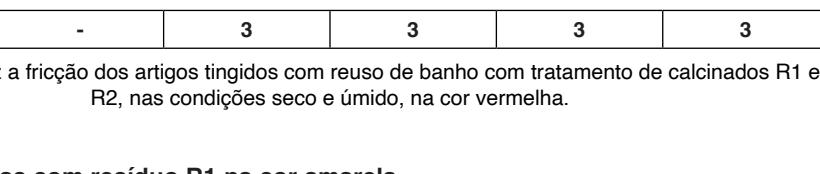
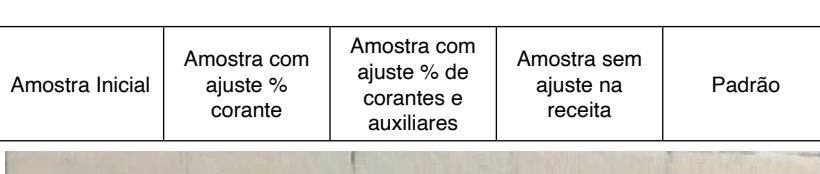
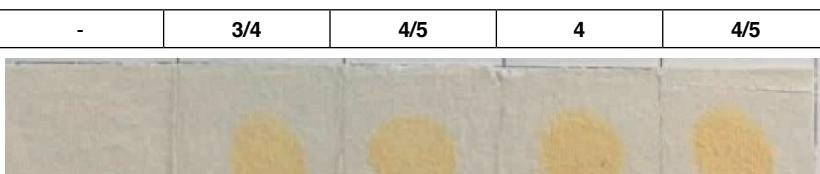
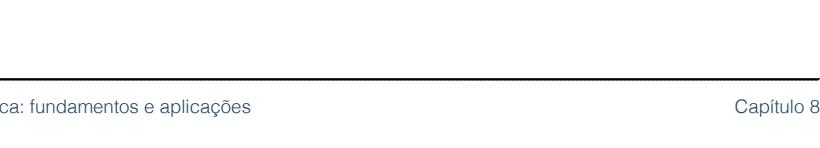
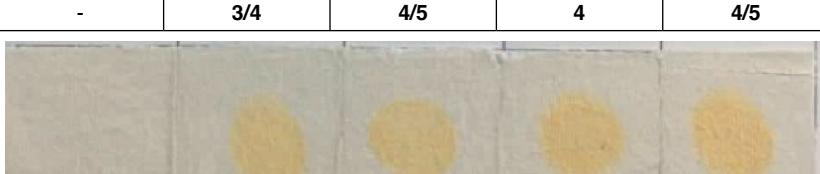
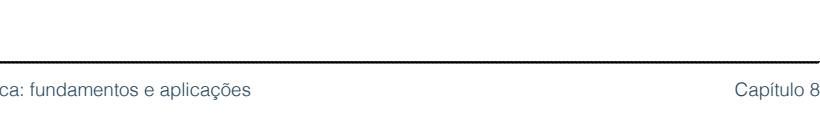
Solidez	Amostra Inicial	Amostra com ajuste % corante	Amostra com ajuste % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
Seco					
Notas	-	4/5	4/5	4	4
Úmido					
Notas	-	3	3	3	3

Tabela 8: Solidez a fricção dos artigos tingidos com reuso de banho com tratamento de calcinados R1 e R2, nas condições seco e úmido, na cor vermelha.

Amostras com resíduo R1 na cor amarela

Solidez	Amostra Inicial	Amostra com ajuste % corante	Amostra com ajuste % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
Seco					
Notas	-	3/4	4/5	4	4/5
Úmido					
Notas	-	3	3	3	3

Amostras com resíduo R2 na cor amarela

Solidez	Amostra Inicial	Amostra com ajuste % corante	Amostra com ajuste % de corantes e auxiliares	Amostra sem ajuste na receita	Padrão
Seco					
Notas	-	4/5	4/5	4/5	4/5
Úmido					
Notas	-	3	3	3	3

Tabela 9: Solidez a fricção dos artigos tingidos com reuso de banho com tratamento de calcinados R1 e R2, nas condições seco e úmido, na cor amarela.

Como visto nas tabelas acima, com os valores de solidez a fricção à seco e úmido, pode-se concluir que os resultados são satisfatórios, pois não são diferentes do padrão. Em alguns casos até melhores, exceto para corante amarelo, ou seja, o reuso do banho de tingimento não interferiu na solidez a fricção. Com tudo isso, pode-se concluir que o reuso do banho de tingimento se fez eficiente na concentração de 0,5% de corante, com o reuso do primeiro banho de tingimento. O reuso do banho de tingimento tratado por adsorção com resíduos da fiação de algodão calcinados, R1 e R2, com mais de um tingimento se tornam promissores.

4 | CONCLUSÃO

O setor têxtil apresenta uma grande atividade industrial, o que gera grandes volumes de efluentes, os quais, quando não corretamente tratados, podem causar sérios problemas de contaminação ambiental, este trabalho visou aproveitamento resíduos sólidos da indústria têxtil para tratar resíduo líquido também da indústria para reutilizar diminuindo a contaminação ambiental. O processo de adsorção com resíduos de fiação de algodão calcinados, apresentou resultados positivos e promissores, em alguns casos uma eficiência de remoção de corante de até 97%. O reuso de águas tratadas em novos processos de tingimento permitiu a obtenção de tecidos que atendem as exigências da indústria. Exceção de alguns casos que os parâmetros de diferença de cor, apresentaram-se elevados em relação aos padrões de importação, que seria um $dE \leq 0,5$; porém adequado para atendimento do mercado nacional, que dependendo da empresa é aceito $dE \leq 1,5$.

Para estudos posteriores, deverá utilizar-se tingimentos com tricromias e bicromias além de avaliar o número ciclos de reuso dos banhos de tingimento.

AGRADECIMENTOS

A empresa Hantex e Incofios Ind. e Com. de Fios Ltda, pelo doação dos resíduos para o estudo e a FAPESC, FUMDES-SC e Pipe artigo 170-SC pelas bolsas de IC

REFERÊNCIAS

AGUIAR, André. Mechanisms involved in the biodegradation of lignocellulosic materials and related technological applications. **Quim. Nova**, Vol. 34, No. 10, 1729-1738, 2011

CAVALCANTI, A. M.; DOS SANTOS, G. F. A indústria têxtil no BRASIL: uma análise da importância da competitividade frente ao contexto mundial. **Exacta**, v. 20, n. 3, p. 706-726, 30 jun. 2022.

CHIARELLO, L. M.; BARCELLOS, I.O. et al. Treatment of acidic dye solution by adsorption in soybean meal; **Acta Sceintiarum**, V34 N1 p.97-103; 2012.

CHIARELLO, L. M. Et al. Reuse of enzyme-treated reactive baths: evaluation of the numbers of reuse cycles. **Journal of Cleaner Production**. Vol. 267. Sep. 2020.

GADEKAR, MR, Ahammed, MM. Use of waste water treatment to remove residual water color from real textile dye. **Appl Water Sci** 10, 160 (2020). Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s13201-020-01245-9>> Acesso em: 18/08/2020.

GASPAR, R.; FARDIM, P. Lignin-based materials for emerging advanced applications. **Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry**, v. 41, p. 100834, 2023.

HONORIO, Jacqueline Ferandin. Use of soybean hulls as an adsorbent in reactive textile dyes removal. 2013. 129 f. **Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento de Processos)** - Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Toledo, 2013. Disponível em <<http://131.255.84.103/handle/tede/1832>> Acesso em: 15/06/2020.

KLOCK, Umberto. Lignin.Chemistry of Wood. Disponível em: <<http://www.madeira.ufpr.br/disciplinasklock/quimicadamadeira/lignina20132.pdf>>.

KUNZ, A. et al. Novas tendências no tratamento de efluentes têxteis. **Quim. Nova**, Vol. 25, No. 1, 78-82, 2002.

MELO, Noemí H. de; FERREIRA, Maria E. O.; POTENCIANO, Nathan F. F.; MARTINS, Paulo R.; OSTROSKI, Indianara C.. Análise do Tratamento Químico em Carvão Ativado para Remoção do Corante Azul 5g. **Revista Processos Químicos**, [S.L.], v. 11, n. 22, p. 25-34, 3 jul. 2017. <http://dx.doi.org/10.19142/rpq.v11i22.403>.

MITTERSTEINER, M; SCHMITZ, F; BARCELLOS, I. O. Reuse of dye-colored water post-treated with industrial waste: Its adsorption kinetics and evaluation of method efficiency in cotton fabric dyeing. **Journal of Water Process Engineering**, v. 17, p. 181-187, 2017.

DALLE CORT T. S.; BARCELLOS, I. O. Estudo comparativo do tingimento de malha PES/CO com água tratada com resíduo de clarificação de óleo vegetal, na forma natural e calcinada. **Revista Materia, V24, N03, 2019.**

WILHELM, F.; BARCELLOS, I. O. Reuso em tingimentos de malha de algodão de uma solução de bicromia de corantes reativos tratadas com bioadsorvente. **Química Têxtil**, v. XL, n. 124, p.28-36, set. 2016.

ZOMER, Milena Laurindo; MELO, Aline Resmini. UTILIZAÇÃO DO BAGAÇO DA LARANJA E DA CINZA DA CASCA DE ARROZ COMO ADSORVENTES DE EFLUENTE TÊXTIL. **Centro Universitário Unisatc**, Criciúma, p. 1-27, dez. 2021.

ZHAO, W. et al. From lignin subunits to aggregates: insights into lignin solubilization. **Green Chemistry**, v. 19, n. 14, p. 3272–3281, 2017.

CLEISEANO EMANUEL DA SILVA PANIAGUA - Técnico em Química pelo Colégio Profissional de Uberlândia (2008), Bacharel em Química pela Universidade Federal de Uberlândia (2010), Licenciado em Química (2011) e Bacharel em Química Industrial (2023) pela Universidade de Uberaba, em Ciências Biológicas (2021) e em Física (2022) pela Faculdade Única. Especialista em Metodologia do Ensino de Química e em Ensino Superior pela Faculdade JK Serrana em Brasília (2012), especialista em Ensino de Ciências e Matemática pelo Instituto Federal do Triângulo Mineiro (2021), especialista em Ciências Naturais e Mercado de Trabalho (2022) pela Universidade Federal do Piauí (UFPI) e especialista em Química Analítica pela Faculdade Metropolitana (FAMES) em 2023. Mestre (2015) e doutor (2018) em Química Analítica pela Universidade Federal de Uberlândia (UFU). Realizou o primeiro estágio Pós-Doutoral (de maio de 2020 a abril de 2022) e cursa o segundo estágio (2022- atual) na UFU com ênfase na aplicação de novos agentes oxidantes utilizando radiação solar para remoção de Contaminantes de Preocupação Emergente (CPE) em efluentes de uma estação de tratamento de esgoto. Atualmente é químico e responsável técnico pelos laboratórios da Unicesumar/Polo Patrocínio e professor do SENAI-GO. Atuando nas seguintes linhas de pesquisa: (i) Desenvolvimento de novas metodologias para tratamento e recuperação de resíduos químicos gerados em laboratórios de instituições de ensino e pesquisa; (ii) estudos de acompanhamento do CPE; (iii) Desenvolvimento de novas tecnologias avançadas para remoção de CPE em diferentes matrizes aquáticas; (iv) Aplicação de processos oxidativos avançados (H_2O_2/UV C, TiO_2/UV -A e foto-Fenton e outros) para remoção de CPE em efluentes de estação de tratamento de efluentes para reuso; (v) Estudo e desenvolvimento de novos bioadsorventes para remediação ambiental de CPE em diferentes matrizes aquáticas; (vi) Educação Ambiental e; (vii) alfabetização científica e processos de alfabetização na área de Ciências Naturais, especialmente biologia e química. É membro do corpo editorial da Atena Editora desde 2021 e já organizou mais de 70 e-books e publicou 40 capítulos de livros nas diferentes áreas de Ciências da Natureza, Engenharia Química e Sanitária/Ambiental, Meio ambiente dentre outras áreas afins.

A

- Absorbância 97, 99, 100
Ação antrópica 94
ácido graxo 40, 41
Ácido graxo 41, 43, 44, 45
Adsorção 42, 52, 53, 55, 56, 61, 62, 63, 64, 93, 94, 96, 97, 98, 99, 100, 101, 103, 104, 105, 106, 109
Adsorventes 52, 53, 54, 93, 95, 96, 101, 111
Amido 7, 8, 10, 53, 54
Aprendizagem por projetos 12
Aprendizagem significativa 1, 3
Aula experimental 6
Azul Sidercron BF-BL 96, 98, 101

B

- Banho de tingimento 101, 102, 103, 104, 106, 109
Bile 83, 84, 85, 91, 92
Bilirrubina 84, 85, 87, 88, 91
Biocompatível 53
Bioplástico 8, 10

C

- Cálculos biliares 2, 83, 84, 85, 86, 87, 88
Câncer de vesícula 84, 85, 87
Celulose bacteriana 2, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64
Chemistry education 26, 27, 28, 29, 31, 34, 35, 36
Colesterol 2, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91
Contaminação ambiental 94, 109
Corantes 2, 7, 42, 55, 93, 94, 95, 96, 97, 99, 101, 102, 103, 104, 105, 106, 107, 108, 109, 111
Cristais 85, 87

E

- Efluentes têxteis 2, 93, 95, 96, 110
Elementos químicos 2, 15, 17, 20, 21
Ensino-aprendizagem 1, 13, 16, 22, 24

- Ensino médio 1, 2, 3, 4, 16
Estratégias pedagógico-científicas 16, 24
Extração por solvente 42
- F**
- Fármacos 52, 53, 55, 63
Flavonoids 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 76, 79, 80, 81
Formação continuada 16, 24
Fosfolipídeos 84, 91
- G**
- Glioblastoma 68, 69, 70, 75, 76, 77, 79, 81, 82
- H**
- Hidrogel 2, 52, 53, 54, 55, 56, 59, 60, 61, 62, 63, 64
- I**
- Impactos ambientais 96
Indicador ácido-base 11, 14
Índice de saponificação 40, 45, 46
Innovative strategies 26
Interdisciplinaridade 16, 24, 50
- L**
- Laboratório de ciências 9, 12
Lecitina 84
Lignina 53, 59, 95
Lipídeos 84, 85
- M**
- Materiais lignocelulósicos 95
Metodologia ativa 2
Microcapsules 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 77, 78, 81
- N**
- Nanocapsules 69, 70, 72, 74, 75, 78, 79, 80
New technologies 26, 27
Novacron Amarelo S-3R 93, 96, 97, 101

O

- Oleaginosa 45
Óleos vegetais 2, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 96

P

- Polimorfos 83, 87, 91
Polioses 95
Portuguese Chemical Society 28
Processos biogeoquímicos 10
Produtos naturais 38, 68, 83

Q

- Química verde 54, 93

R

- Resíduo calcinado 97, 100, 102
Resíduos lignocelulósicos 93, 94
Resíduos sólidos 93, 109
Reuso de água 94, 95

S

- Sabonete líquido 37
Saponificação 37, 38, 40, 45, 46, 49, 50
Setor têxtil 94, 109
Sustentável 50, 53, 54, 96

T

- Tabela periódica 2, 15, 16, 17, 18, 19, 21, 23, 24, 25
Tensoativos 37

V

- Vermelho FN-R-01 96, 98, 101
Vesícula biliar 84, 87
Viscosidade 38, 39, 40, 46, 47, 48

QUÍMICA E BIOQUÍMICA:

fundamentos e aplicações

- 🌐 www.atenaeditora.com.br
- ✉️ contato@atenaeditora.com.br
- 📷 [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
- ⬇️ www.facebook.com/atenaeditora.com.br

QUÍMICA E BIOQUÍMICA:

fundamentos e aplicações

- 🌐 www.atenaeditora.com.br
- ✉️ contato@atenaeditora.com.br
- 📷 [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
- ⬇️ www.facebook.com/atenaeditora.com.br