



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE - UFCG
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE - CES
UNIDADE ACADÊMICA DE BIOLOGIA E QUÍMICA-UABQ
LICENCIATURA EM QUÍMICA

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO FIXO DO UMBU (*Spondias tuberosa* Arruda) PELA
TÉCNICA DE CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA
DE MASSA**

JAILMA LIMA DE OLIVEIRA

CUITÉ - PB

2016

JAILMA LIMA DE OLIVEIRA

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO FIXO DO UMBU (*Spondias tuberosa* Arruda) PELA
TÉCNICA DE CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA
DE MASSA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de Licenciatura em Química, pela Universidade Federal de Campina Grande, *Campus* Cuité, como parte integrante do requisito para obtenção do grau de licenciada em Química.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Jaqueline do Carmo Barreto

CUITÉ - PB

2016



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

O48c Oliveira, Jailma Lima de.

Composição química do óleo fixo do umbu (*Spondia fuberosa arruda*) pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa. / Jailma Lima de Oliveira. – Cuité: CES, 2016.

53 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFCEG, 2016.

Orientadora: Jacqueline do Carmo Barreto.

1. Extração por soxhlet. 2. Óleo fixo. 3. Reação de metilação. I. Título.

Biblioteca do CES - UFCEG

CDU 543.544+543.428.3

JAILMA LIMA DE OLIVEIRA

**COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO FIXO DO UMBU (*Spondias tuberosa* Arruda)
PELA TÉCNICA DE CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À
ESPECTROMETRIA DE MASSA**

Aprovada em ___/___/___

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a Dra. Jacqueline do Carmo Barreto (Orientadora)
UFCG/CES/ UABQ

Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas
UFCG/CES/ UABQ

Prof. Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto
UFCG/CES/ UABQ

CUITÉ - PB

2016

UFCG/CES/ UABQ

“A um Deus infinito que pode se dar inteiro a cada um de seus filhos. Ele não se distribui de modo que cada um tenha uma parte, mas a cada um Ele se dá inteiro, tão integralmente como se não houvesse outros”.

A Deus, por dar-me a vida e muita sabedoria, permitindo-me chegar a este momento tão especial de minha existência. A minha família, em especial, a minha mãe, Vilma Lima de Oliveira, ao meu pai, Jorge Sabino de Oliveira, ao meu esposo, Sandoval Tavares de Souto e a minha filha Luíza Oliveira Tavares de Souto, que nunca mediram esforços para ajudar-me. Pelo amor, dedicação, ensinamentos, paciência e todo apoio necessário para ultrapassar e alcançar minhas metas, vocês são meu referencial de vida. Obrigada por acreditarem no meu potencial e por estarem sempre ao meu lado, suportando minha ausência em vários momentos e aliviando meus fardos com amor e alegria que tanto me proporcionam.

Dedico.

AGRADECIMENTOS

Aos meus irmãos (as) que deram-me muito apoio nos momentos mais difíceis da minha vida, ajudando-me emocionalmente, entendendo minha ausência em diversos momentos familiares, principalmente a minha irmã Janailma Lima de Oliveira por me incentivar, e me auxiliar com suas experiências acadêmica.

Aos meus avós, que sempre me deram força para continuar na batalha e que são exemplos de ser humano. Enfim, a todos meus familiares, aos meus tios (a), primos (a), cunhados (a), que contribuíram para mais uma conquista na minha vida, em especial ao meu primo Jackson Silva Lima e minha prima Josivânia Lima Nascimento por me apoiar e incentiva-me sempre, obrigada meus lindos!

À minha orientadora Professora Dra. Jacqueline do Carmo Barreto a qual me acolheu e direcionou-me nessa etapa final.

Ao meu Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas, pelas suas orientações, acolhimento, apoio e atenção nos momentos mais difíceis desse trabalho, seus conselhos foram de um pai, muito obrigada, será sempre uma referencia na minha vida.

A todos os professores dos quais tive a honra de ser aluna, em especial Marciano, Joana, Gércilio e Ana Regina, por ter me ensinado durante essa jornada e me fizeram ver a importância do Químico nos diversos campos que este pode atuar.

À todos meus amigos e amigas, em especial a Josenilda Lima, Thielle Wanessa e Rossana Caldas que sempre esteve ao meu lado me auxiliando e me encorajando e a Edvalcilia e Cássia exemplo de superação, obrigada por existirem na minha vida, amo vocês!

Enfim, a todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

MINHA ETERNA GRATIDÃO!

O único meio de realizar alguma coisa é ajoelhar-se e pedir ajuda ao Senhor, e então, colocar-se de pé e enfrentar o trabalho (Gordon B. Hinckley).

RESUMO

OLIVEIRA, L. J. **Composição química do óleo fixo do umbu (*Spondias tuberosa* Arruda) pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa.** 2016. 50 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Licenciatura em Química) – Universidade Federal de Campina Grande, Cuité, 2016.

Esta pesquisa teve como objeto de estudo o umbu ou imbu, um fruto da árvore do umbuzeiro bastante conhecido e apreciado no Norte e Nordeste do Brasil, com grande potencial para industrialização. O respectivo trabalho objetivou no estudo da composição química do óleo fixo extraídos das cascas, polpas e sementes do umbu em dois estágios de maturação. Os óleos foram extraídos das amostras do umbu em um extrator Soxhlet, utilizando como solvente o hexano. O material obtido foi submetido a uma reação de metilação e posteriormente os constituintes foram identificados pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas. Os ésteres metílicos majoritários dos ácidos graxos identificados no óleo fixo das amostras do umbu, como o ácido Palmítico, Linoleico, 13-*trans*-octadecenóico, e o ácido 6-(*z*)-octadecenóico, já são utilizados nas fabricações de produtos cosméticos ou utilizados como excipientes nas indústrias farmacêuticas. Os demais constituintes identificados apresentam componentes bioativos que com o auxílio de estudos posteriores, poderiam ser inseridos nas indústrias para o seu reaproveitamento. A partir dos constituintes encontrados, notou-se a importância do reaproveitamento de sementes, cascas e outros rejeitos do processamento de frutas como uma nova fonte de matéria-prima para as indústrias, sejam elas, alimentícia, farmacêutica e cosmética, além de minimizar o problema da poluição residual gerada pelas indústrias.

Palavras-chave: Extração por soxhlet. Óleo fixo. Reação de Metilação. *Spondia tuberosa* Arruda.

ABSTRACT

OLIVEIRA, L. J. **Chemical composition of fixed umbu oil (*Arruda Spondias tuberosus*) by gas chromatography coupled to mass spectrometry.** 2016. 50 f. Term Paper (Undergraduate Degree in Chemistry) – Federal University of Campina Grande, Cuité, 2016

This research, entitled Chemical Composition of Fixed umbu oil (*Arruda Spondias tuberosus*) by gas chromatography coupled to mass spectrometry, has as study object the umbu or imbu which is a result of well-known umbuzeiro tree and appreciated in the Norte e Nordeste do Brasil, with great potential for industrialization. Its work was to study the chemical composition fixed oil extracted from the peels, pulp and seeds umbu in two stages of maturation. The oils were extracted from umbu samples in a Soxhlet extractor, using hexane as a solvent. The material obtained was subjected to methylation reaction and then the constituents were identified by gas chromatography coupled to mass spectrometry. The methyl esters of the fatty acids identified in the umbu fixed oil samples, such as palmitic acid, linoleic, trans-13-octadecenoic, and 6-(z)-octadecenoic, are already used in cosmetic products or used as fabrications excipients in the pharmaceutical industries. The other bioactive components that have identified with the aid of further studies, they could be inserted in industries for its reuse. From the found constituents, noted the importance of seed reuse, bark and other waste processing fruit as a new source of raw material for industries, be they food, pharmaceutical and cosmetics, as well as minimize the problem residual pollution from industries.

Key-words: Soxhlet extraction. Fixed oil. Methylation reaction. *Spondia tuberosus*.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Umbuzeiro adulto enfolhado.....	18
Figura 2. Umbu (<i>Spondias tuberosa</i> Arruda.....)	20
Figura 3. Exemplos de ácidos graxos saturados e insaturados.....	23
Figura 4. Estrutura de alguns ácidos graxos. (a) ácido esteárico (C18: 0); (b) ácido oléico (C18:1n-9); (c) ácido linoléico (C18:2n-6); (d) ácido α – linolênico (C18:3n-3).....	24
Figura 5. Tricomas.....	25
Figura 6. Fórmula molecular dos glicerídeos de ácidos graxos.....	27
Figura 7. Aparelho de Soxhlet.....	28
Figura 8. Fluxograma de um sistema de extração por fluido supercrítico.....	29
Figura 9. Amostras frescas do umbu (A); Amostras secas do umbu (B).....	32
Figura 10. Liquidificador utilizado (A); Moinho doméstico antigo (B).....	33
Figura 11. Aparelho de Soxhlet (extração polpa do umbu).....	34
Figura 12. Fase orgânica e gasosa, (casca do umbu).....	35
Figura 13. Mecanismo de reação dos triglicerídeos na presença de metanol.....	39
Figura 14. Cromatograma dos ésteres metílicos das sementes do umbu verde.....	40
Figura 15. Cromatograma dos ésteres metílicos das sementes do umbu maduro.....	41
Figura 16. Cromatograma dos ésteres metílicos da polpa do umbu verde.....	43
Figura 17. Cromatograma dos ésteres metílicos da polpa do umbu maduro.....	43
Figura 18. Cromatograma dos ésteres metílicos da casca do umbu verde.....	45
Figura 19. Cromatograma dos ésteres metílicos da casca do umbu maduro.....	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Massa fresca e após secagem da semente, polpa e casca do umbu verde.....	37
Tabela 2. Massa fresca e após secagem da semente, polpa e casca do umbu maduro.....	37
Tabela 3. Massa das farinhas obtidas a partir da casca, polpa e sementes do umbu verde.....	38
Tabela 4. Massa das farinhas obtidas a partir da casca, polpa e sementes do umbu maduro.....	38
Tabela 5: Massa em (g) de extrato hexânico das amostras após extrações.....	38
Tabela 6. Teor de ésteres metílicos dos ácidos graxos encontrados nas sementes do umbu verde e maduro.....	42
Tabela 7: Teor dos ésteres metílicos dos ácidos graxos encontrados nas polpas do umbu verde e maduro.....	44
Tabela 8: Teor dos ésteres metílicos dos ácidos graxos encontrados nas cascas do umbu verde e maduro.....	46
Tabela 9: Resultados da CG/EM para as amostra do óleo fixo das sementes, polpas e cascas do umbu verde e maduro.....	47
Tabela 10: Estrutura dos ácidos graxos livres majoritários presentes nos óleos fixos das sementes, polpa e cascas do umbu verde e maduro.....	47

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

% Porcentagem

μL Microlitros

AG Ácidos Graxos Livres

CCD Cromatografia de Camada Delgada

CG/EM Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massa

CG Cromatografia Gasosa

cm Centímetros

CO_2 Dióxido de Carbono

g Gramas

km Quilômetros

m Metros

mg Miligramas

min Minutos

mL Mililitros

mm Milímetros

NaOH Hidróxido de Sódio

$^{\circ}\text{C}$ Graus Celsius

sp. Espécie

EMAG Ésteres Metílicos dos Ácidos Graxos

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	14
2. OBJETIVOS.....	16
2.1 OBJETIVO GERAL.....	16
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
3. REFERENCIAL TEORICO.....	17
3.1 O UMBUZEIRO.....	17
3.2 O UMBU.....	18
3.3 GERAÇÃO E APOVEITAMENTO DE RESIDUOS.....	20
3.4 LIPÍDEOS.....	21
3.5 ÁCIDOS GRAXOS.....	22
3.6 ÓLEO ESSENCIAL VERSUS ÓLEO FIXO.....	24
3.7 EXTRAÇÃO DE ÓLEO FIXO.....	27
3.7.1 Prensagem.....	27
3.7.2 Extração em aparelho de soxhlet.....	28
3.7.3 Extração com fluido supercrítico.....	28
3.8 ANÁLISE CROMATOGRÁFICA.....	29
3.9 MÉTODO DE CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO FIXO.....	30
3.10 TRASETERIFICAÇÃO E ESTERIFICAÇÃO.....	30
4. METODOLOGIA EXPERIMENTAL	32
4.1 LOCALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO	32
4.2 VARIÁVEIS ANALIZADAS	32
4.3 EXTRAÇÃO DO ÓLEO FIXO EM SOXHLET.....	33
4.4 REAÇÃO DE METILAÇÃO – MÉTODO DE ESTERIFICAÇÃO SOB CATALIZE ÁCIDA EMPREGANDO ÁCIDO SUFURICO EM METANOL.....	34
4.5 ANÁLISES POR CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSA – CG/ EM.....	35
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	37
5.1 MATERIAL VEGETAL.....	37
5.2 EXTRAÇÃO DO ÓLEO FIXO POR SOXHLET.....	37
5.3 REAÇÃO DE METILAÇÃO - MÉTODO DE ESTERIFICAÇÃO SOB CATALIZE ÁCIDA EMPREGANDO ÁCIDO SUFURICO EM METANOL	39
5.4 ESTUDO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS ÓLEOS FIXOS POR CROMATOGRÁFICA	

GASOSA CG/EM	40
5.4.1 Óleo fixo das sementes do umbu – EMAG umbu verde e maduro.....	40
5.4.2 Óleo fixo das polpas do umbu- EMAG umbu verde e maduro.....	42
5.4.3 Óleo fixo das cascas do umbu - EMAG umbu verde e maduro.....	44
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	48
7. REFERÊNCIAS.....	49

1 INTRODUÇÃO

O umbu ou imbu (*Spondias tuberosa* Arruda) é um fruto da árvore do umbuzeiro bastante conhecido e apreciado no Norte e Nordeste do Brasil, intitulado por Euclides da Cunha como a “árvore sagrada do sertão”, com grande potencial para industrialização o fruto vem conquistando o mercado interno através da comercialização de sua polpa congelada (MATTIETTO; LOPES; MENEZES, 2007; BARRETO; CASTRO, 2010).

O fruto é consumido *in natura*, isto é, como fruta de mesa, preparado na forma de refresco, sorvete, geleia e como ingrediente da tradicional umbuzada, que é a mistura de leite com a polpa da fruta. É uma fruta perecível, pode durar no máximo dois ou três dias quando maduro o que dificulta a comercialização dos frutos *in natura* e acaba gerando resíduos, na maioria das vezes, desperdiçados (BARRETO; CASTRO, 2010).

De acordo com Kobori e Jorge (2005), as indústrias alimentícias brasileiras, infelizmente, produzem resíduos que poderiam ter uma finalidade muito mais benéfica ao homem e ao meio ambiente. Muitos frutos comestíveis são processados para fabricação de sucos naturais e concentrados, doces em conserva, polpas e extratos, os quais possuem casca e sementes que são, muitas vezes, descartadas no meio ambiente, sendo que poderiam ser utilizadas para minimizar o desperdício de alimentos.

Segundo Malacrida et al., (2007) e Malacrida (2009), determinadas sementes contém relevantes quantidades de carboidratos, proteínas e óleos, entretanto, maiores investigações sobre a composição química e outras propriedades de óleos de sementes de frutas são necessárias para avaliar o potencial dos mesmos como fonte de matéria-prima de qualidade para a indústria. Os referidos autores descrevem que, cerca das 500 mil espécies de plantas, apenas doze (12) são de fato utilizadas para exploração comercial de óleos. Entretanto, o custo de secagem, armazenagem e transporte desses subprodutos são fatores economicamente limitantes. Por isso, os resíduos industriais são muitas vezes utilizados como ração animal ou na forma de fertilizantes.

A identificação dos compostos presentes no óleo fixo da casca, polpa e sementes do umbu, surge como alternativa na redução e aproveitamento de resíduos orgânicos, gerando conhecimento sobre este resíduo, uma vez que é escasso ou mesmo ausente dados na literatura, servindo ainda de embasamento para futuros investimentos nesta matéria-prima, tão comum e adaptada a região Nordeste.

Diante do exposto, surge a necessidade de estudos visando o aproveitamento da casca, polpa e sementes do umbu, descartadas sem nenhuma aplicação tecnológica pelas pequenas indústrias da região, uma vez que as maiores quantidades de vitaminas e sais minerais concentram-se nos resíduos do processamento de frutas (PELIZER; PONTIRRI; MORAES, 2007).

Dessa forma, objetivou-se com esta pesquisa avaliar a composição do óleo fixo do umbu (*Spondias tuberosa* Arruda) pela Técnica de Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massa, visando à valorização dos subprodutos do fruto em estudo.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a composição do óleo fixo do umbu (*Spondias tuberosa* Arruda) em diferentes fases de maturação pela técnica de Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massa.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar uma breve revisão bibliográfica sobre *Spondias Tuberosa* Arruda;
- Extrair óleo fixo da casca, polpa e semente do umbu verde e maduro;
- Utilizar a reação de metilação para derivatização do óleo fixo;
- Analisar os produtos das reações de metilação obtido da casca, polpa e semente do umbu verde e maduro utilizando a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa - CG/EM para determinar sua composição.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 O UMBUZEIRO

Dentre inúmeras xerófilas existentes no semiárido nordestino, o umbuzeiro (*Spondias tuberosa* Arruda), Figura 1, reveste-se de grande importância tanto socioeconômica, como ecológica. É naturalmente encontrado nas caatingas elevadas da Serra da Borborema, Serras do Seridó Norte-Rio-Grandense, na região Agreste do Piauí, nas caatingas de Pernambuco, Alagoas e Bahia e no norte de Minas Gerais (CARVALHO, 2006).

O gênero *Spondias*, conforme Lira Júnior et al. (2005), pertence à família Anacardiaceae, no Nordeste brasileiro, destacam-se as espécies: *Spondias mombin* L. (cajazeira), *Spondias purpurea* L. (cirigueleira), *Spondias cytherea* Sonn. (cajaraneira), *Spondias tuberosa* Arruda (umbuzeiro) e *Spondias spp.* (umbu-cajazeira e umbugueleira), árvores frutíferas tropicais nativas e exóticas, largamente exploradas por meio do extrativismo. Seu nome em tupi-guarani é "y-mb-u", que significava "árvore que dá de beber", sendo conhecido, também como umbu, imbu, ambu e ombu. Barreto e Castro (2010) descrevem que pela importância de suas raízes foi chamada "árvore sagrada do Sertão" pelo famoso escritor Euclides da Cunha. Segundo os supracitados autores, o umbuzeiro adapta-se perfeitamente a períodos prolongados de seca devido às raízes em forma de batatas que acumulam água e à queda de suas folhas.

De acordo com Lima Filho (2011), o umbuzeiro possui apenas um período de floração e frutificação por ano. A frutificação é abundante, iniciando-se aproximadamente 25 dias após a floração e a maturação dos frutos, em torno de 120 dias. De uma única planta pode-se extrair aproximadamente 300 kg de umbu por safra e o período de frutificação é sazonal curto.

De pequeno porte, copa em forma de guarda-chuva, esparramada, tronco curto, galhos retorcidos e muito ramificados, frondosa para as condições do sertão, alcançando quando adulta, uma altura média em torno de seis a sete metros, com ramos laterais em semicírculo, e uma circunferência de até trinta metros de diâmetro. O tronco é atrofiado e retorcido com diâmetro de 0,3 a 1,4 m, suas flores são brancas, agrupadas, perfumadas, com néctar, que é retirado pelas abelhas para se alimentarem. As raízes são compostas de órgãos de reservas denominados xilopódios, túberas ou "batata" (ARAÚJO; SANTOS, 2004; BARRETO; CASTRO, 2010).



FIGURA 1. Umbuzeiro adulto enfolhado

Fonte: Coelho (2015).

Segundo Kitts (1997) e Lima et al., (2002) o potencial dessa espécie para exploração sistemática de frutos e raízes é fundamental para a dieta do homem e animal, visto que, estes órgãos vegetais são ricos em sais minerais e vitamina C (ácido L-ascórbico), que é uma substância que, além de evitar doenças como o escorbuto, exerce uma ação antioxidante, extremamente importante na intercepção dos radicais livres, oriundos de processos oxidativos.

De acordo com Costa (2011), pouco se conhece sobre a composição das sementes do umbu a qual contém óleo, proteínas e alguns minerais, precisando ser mais bem investigada objetivando proporcionar uma renda alternativa para os pequenos agricultores e contribuir para o desenvolvimento agroindustrial da região Nordeste.

3.2 O UMBU

De acordo com Batista et al. (2015), os frutos do umbuzeiro são coletados de forma extrativista e participam significativamente do agronegócio regional, tanto pelo consumo *in natura* quanto sob a forma processada, sendo de grande importância socioeconômica principalmente para as populações rurais, como os frutos colhidos são obtidos de plantas já existentes na caatinga ou em pequenos pomares e quintais domésticos e não recebem qualquer tipo de insumo como adubos ou agrotóxicos, a produção pode ser considerada agroecológica.

O fruto (Figura 2) é do tipo drupa elipsoidal, tem forma arredondada a ovalada, liso ou levemente piloso, com quatro a cinco pequenas protuberâncias na porção distal, com diâmetro variando de dois a quatro centímetros, massa entre 10 e 20 g, sendo constituído por epicarpo (casca) 22 %, muito ou pouco espesso, de cor amarelo-esverdeado; mesocarpo (polpa) 68 %, branco-esverdeado variando de fino a grosso, mole e succulento, quase aquoso quando maduro e sabor agridoce; e semente (caroço) 10 % (FOLEGATTI et al., 2003).

Sua polpa é caracterizada pela alta acidez, que causa, durante o armazenamento, elevada sinérese no doce. A redução da acidez pode contribuir para a redução da sinérese, e o emprego de agentes com propriedade de evitar este fenômeno, sem prejudicar as características sensoriais, pode ser alternativa interessante para melhorar as características do produto final (MARTINS et al., 2007).

O caroço (endocarpo) é muito resistente, de tamanho variado, marrom e enrugado localizado na parte central do fruto no interior do qual se encontram os lóculos, que contém a semente propriamente dita. É formado por três camadas: a externa, denso-fibrosa; intermediária, pouco fibrosa; e a interna, semelhante à externa. Possui orifícios por onde a água penetra e sai, por ocasião da germinação, o eixo embrionário e os cotilédones (SILVA; PIRES; SILVA, 1980; LIMA et al., 2002; LIRA JÚNIOR et al., 2005).

O umbu tem ganhado espaço no mercado nacional e internacional, pois, além de apresentar sabor agradável e aroma peculiar, é uma boa fonte de minerais e seu consumo pode contribuir substancialmente na dieta (NUCLEO DE ESTUDOS E PESQUISAS EM ALIMENTAÇÃO - UNICAP, 2011). O fruto *in natura* apresenta 89,3 % de umidade e 100g dele contém 0,8g de proteína; 9,4g de carboidratos; 2,0g de fibra alimentar e 0,5g de cinzas.

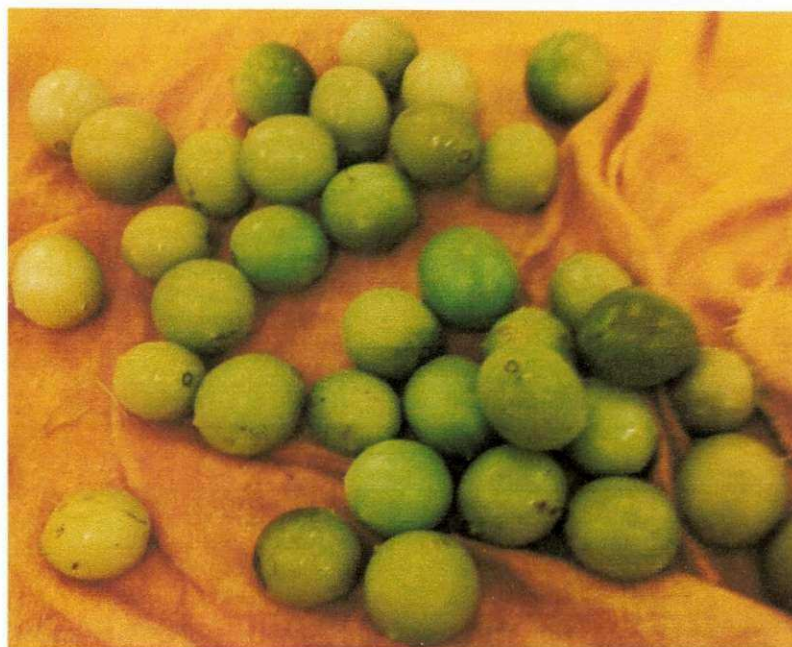


FIGURA 2. Umbu (*Spondias tuberosa* Arruda).

Fonte: Dados da pesquisa.

Melo e Andrade (2010) pesquisaram compostos bioativos e o potencial antioxidante dos frutos do umbuzeiro e concluíram que as cascas desidratadas (farinha) do fruto, especialmente no estágio de maturação maduro, podem ser vistas como um material promissor para a extração destes compostos, com possibilidade de aplicação em alimentos como antioxidante natural.

Popularmente têm sido adicionada farinha de cascas de umbu como provável fonte de antioxidante natural em formulações de alimentos como linguiças, hambúrgueres e espetinhos com intuito de substituir ou reduzir o uso dos antioxidantes sintéticos (COELHO, 2015).

3.3 GERAÇÃO E APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS

No nosso país são encontradas várias formas de processamento industrial de frutas, tais como o umbu, sendo as principais, a polpa ou purê, os doces em pasta e as compotas. Destacam-se, em franco crescimento os néctares e sucos prontos para beber (PALLET et al., 2005)

Conforme Leal, Souza e Gomes (2006), as possibilidades de exploração, de forma sustentável, dos recursos naturais como produção de polpa, doces cristalizados, compotas, massas, sucos, licores, e outras iguarias são viáveis. Por causa destas possibilidades, pequenas

agroindústrias vêm sendo instaladas por toda a região do Vale do São Francisco, gerando ao mesmo tempo um incremento na produção de resíduos agroindustriais.

Apesar da preocupação com o meio ambiente, desenvolvida pela sociedade moderna, o destino para o resíduo de muitas frutas de acordo com Vieira et al. (2009) é ainda inadequado, devido à grande quantidade de resíduos (cascas e caroços) produzidos por tonelada de produto processado. Dessa forma, ressalta-se a importância do desenvolvimento de pesquisas com vistas ao aproveitamento dos mesmos.

Segundo Coelho (2015), o Brasil por ser um país de grande atividade agrícola produz resíduos agroindustriais que geram impactos ambientais e, com isso, a busca de alternativas para a utilização da matéria orgânica gerada cresce em vários centros de pesquisa. Produtores e indústrias enfrentam o problema de descarte da biomassa residual que, embora seja biodegradável, necessita de um tempo mínimo para ser mineralizada, constituindo-se numa fonte de poluentes ambientais. De acordo com Cataneo et al. (2008), esses resíduos agroindustriais contêm várias substâncias biologicamente ativas que são desperdiçadas, sendo a maioria ricos em compostos polifenólicos. Assim, a utilização eficiente desses resíduos é importante, uma vez que pode agregar valor aos subprodutos agroindustriais, prevenir problemas de poluição ambiental e gerar empregos (MALACRIDA et al., 2007).

De acordo com Brainer et al., (2008), os resíduos de umbu ainda não apresentam aplicabilidade em alimentos e não estão devidamente caracterizados, no que se refere aos parâmetros químicos e, em especial, ao seu potencial antioxidante, sendo importante o seu estudo por ser uma fruta típica da região nordeste do Brasil, onde o setor agroindustrial tem crescido nos últimos anos.

3.4 LIPÍDIOS

Os lipídios representam uma classe de substâncias químicas, sua característica principal é serem hidrofóbicas, ou seja, não serem solúveis em água. Cujos exemplos mais conhecidos de lipídios são os ácidos graxos e seus derivados, esteróis, ceras e carotenoides. Esses determinados compostos tem em comum a presença de cadeias orgânicas com um elevado número de carbonos, o que lhes atribui o caráter hidrofóbico, podendo apresentar apenas átomos de carbono e hidrogênio ou, ainda, grupos funcionais com heteroátomos, como alcoóis, fenóis, ácidos carboxílicos, ésteres, entre outros (NELSON; COX, 2014).

De acordo com Ramalho e Suarez (2013), entre os lipídios, o grupo conhecido como óleos e gorduras e seus derivados teve uma importância ímpar na história da humanidade.

Este grupo se caracteriza por ter como principais componentes ácidos graxos e seus derivados. Essas substâncias estão entre os primeiros insumos naturais que o homem usou com fins não alimentares, tanto na forma natural como a partir de modificações químicas. Assim como outros insumos derivados da biomassa, o uso não comestível de óleos e gorduras sofreu uma forte concorrência durante o século XX de derivados do petróleo, tendo permanecido competitivo em um grupo restrito de produtos industriais, como as tintas alquídicas e os sabões. No entanto, o crescimento da consciência do grande impacto advindo do uso de derivados de petróleo, além do declínio das reservas internacionais desse bem mineral que provocou uma alta sem precedentes no seu preço, trouxe os óleos e gorduras novamente como matérias primas para indústria no final do século XX (RAMALHO; SUAREZ, 2013).

3.5. ÁCIDOS GRAXOS

Os ácidos graxos são ácidos carboxílicos de cadeia longa, que ocorrem na natureza de forma livres ou esterificados, constituindo os óleos e gorduras. Quando saturados possuem apenas ligações simples entre os carbonos e possuem pouca reatividade química. Já os ácidos graxos insaturados, contêm uma ou mais ligações duplas no seu esqueleto carbônico; são mais reativos e mais suscetíveis a termoxidação (NELSON; COX, 2014). Para Salgado et al., (2007), os principais ácidos graxos saturados (láurico, mirístico, palmítico e esteárico) e os insaturados (oléico, linoléico e linolênico), juntos, perfazem quase toda a quantidade de óleos fixos e gorduras existentes no comércio (Figura 4).

Fernández et al., (2007) descrevem que o ser humano, assim como os 32 demais mamíferos, é capaz de sintetizar certos ácidos graxos saturados e insaturados, porém essa capacidade é limitada quando se trata de ácidos graxos poli-insaturados, sem os quais nosso organismo não funciona adequadamente. Os supracitados autores afirmam que, os ácidos graxos saturados são relacionados com o aumento do risco de doenças cardiovasculares, enquanto a ingestão de monoinsaturados e poliinsaturados n-3 têm mostrado o efeito inverso. Relatam ainda que, estudos em pacientes com doenças cardiovasculares, artrites, asma e câncer indicam claramente a necessidade de equilíbrio na proporção da ingestão dos ácidos n-6/n-3 para a prevenção e tratamento de doenças crônicas. Assim, há um consenso científico de que é necessário reduzir a quantidade de ácidos graxos poliinsaturados n-6 das dietas e aumentar a concentração de ácido n-3.

Nas designações da simbologia para os ácidos graxos é utilizada a letra n, seguida de um número que indica o número do carbono que dista da última dupla ligação até o grupo metil (CH₃) terminal da cadeia carbônica de um determinado ácido graxo. Na figura 3, são expressos exemplos de alguns dos ácidos graxos mais conhecidos com seus nomes comuns e a nomenclatura oficial (IUPAC-IUB, 1978).

Nome comum	Nomenclatura IUPAC	Símbolos	Formula molecular
<i>Ácidos Saturados</i>			
Cáprico	Decanóico	C10:0	C ₁₀ H ₂₀ O ₂
Láurico	dodecanóico	C12:0	C ₁₂ H ₂₄ O ₂
Mirístico	Tetradecanóico	C14:0	C ₁₄ H ₂₈ O ₂
Palmítico	Hexadecanóico	C16:0	C ₁₆ H ₃₂ O ₂
Margárico	Heptadecanóico	C17:0	C ₁₇ H ₃₄ O ₂
Estearico	Octadecanóico	C18:0	C ₁₈ H ₃₆ O ₂
Araquídico	Eicosanóico	C20:0	C ₂₀ H ₄₀ O ₂
Behênico	Docosanóico	C22:0	C ₂₂ H ₄₄ O ₂
Lignocérico	Tetracosanóico	C24:0	C ₂₄ H ₄₈ O ₂
<i>Ácidos Insaturados</i>			
Oléico	Cis-9-octadecenóico	C18:1 (n-9)	C ₁₈ H ₃₄ O ₂
Linoléico	Cis,cis-9,12-octadecadienóico	C18:2 (n-6)	C ₁₈ H ₃₂ O ₂
Linolênico	Cis,cis,cis-9,12,15-octadecatrienóico	C18:3 (n-3)	C ₁₈ H ₃₀ O ₂

FIGURA 3. Exemplos de ácidos graxos saturados e insaturados.

Fonte: IUPAC-UB (1978).

Na nutrição, as dietas com altas concentrações de ácidos graxos saturados de cadeia longa promovem aumento do colesterol em comparação com as de altas concentrações de monoinsaturados e poliinsaturados. Contudo, existem diferenças quanto aos efeitos hipercolesterolêmicos dos ácidos graxos saturados, pois o láurico (C12:0), o mirístico (C14:0) e o palmítico (C16:0) elevam os níveis de colesterol, enquanto o estearico (C18:0) não apresenta o mesmo efeito e é, portanto, considerado neutro (BANSKALIEVA et al., 2000).

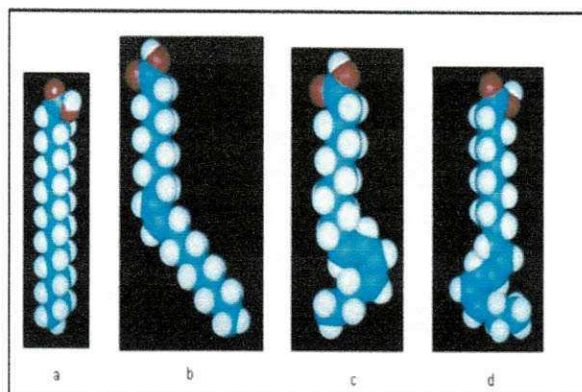


FIGURA 4. Estrutura de alguns ácidos graxos. (a) ácido esteárico (C18: 0); (b) ácido oléico (C18:1n-9); (c) ácido linoléico (C18:2n-6); (d) ácido α – linolênico (C18:3n-3).

Fonte: adaptada de Christie, (1989) e Nelson e Cox (2014)

3.6. ÓLEO ESSENCIAL VERSUS ÓLEO FIXO

Segundo Oliveira et al., (2006) e Wolffenbuttel (2007), os óleos essenciais (essências) são aqueles que, quando deixados em contato com o ar, desaparecem completamente por volatilização, seja ele de origem vegetal ou mineral, os mesmos são compostos voláteis produzidos pelas plantas para sua sobrevivência, assim a espécie vegetal produz compostos primários, tais como açúcares e nitrogenados, e também compostos secundários, que não são utilizados diretamente para sua alimentação e nutrição. Os óleos essenciais são substâncias químicas que exercem as funções de auto-defesa e de atração de polinizadores. A planta produz óleos essenciais nas seguintes partes: flores, cascas de frutos (denominados cítricos), folhas e pequenos grãos (“*petitgrain*”), raízes, cascas da árvore, resinas da casca, sementes. Denominam-se tricomas (Figura 5) as “bolsas” onde fica encapsulado o óleo essencial na planta. Estes tricomas são rompidos naturalmente pela espécie vegetal, liberando o óleo essencial, que forma uma espécie de “nuvem aromática” ao seu redor. Por isto são denominados como sendo “A alma da planta” ou “A energia vital da planta” (WOLFFENBUTTEL, 2007).

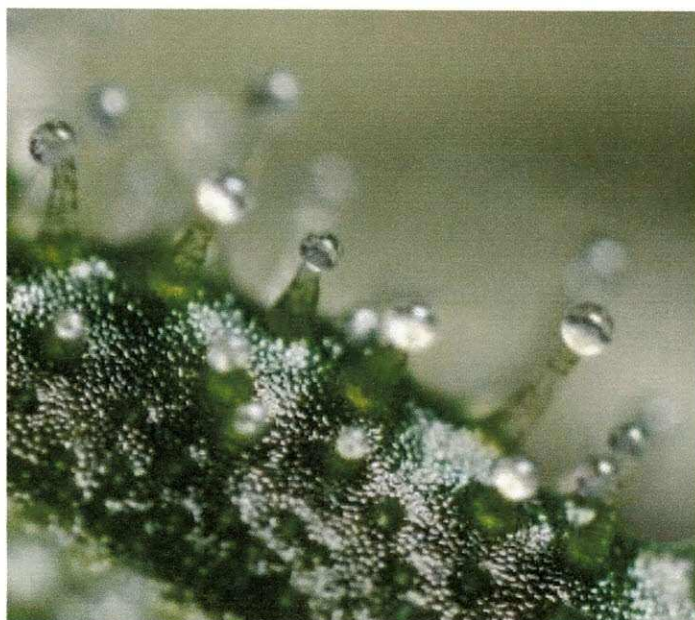


FIGURA 5. Tricomas.

Fonte: greenpower.net.br

Os óleos essenciais apresentam grande importância econômica para diversos ramos da indústria mundial. Estes são utilizados como matéria-prima principalmente na produção de alimentos e bebidas, como aromatizantes, e com crescente utilização na área farmacêutica, principalmente na produção de cosméticos, devido às suas propriedades medicinais comprovadas cientificamente, assim como conhecidas pela medicina popular (STEFFENS, 2010).

O óleo essencial é uma mistura de produtos podendo conter mais de 300 componentes químicos diferentes. Os componentes químicos dos óleos essenciais apresentam estruturas diversas como terpenos, sesquiterpenos, fenólicos, fenil propanóicos, alifáticos não-terpênicos, heterocíclicos, álcoois, cetonas, aldeídos, ácidos carboxílicos, ésteres, acetatos, cada qual com sua característica aromática e ação bioquímica (WOLFFENBUTTEL, 2007).

A indústria de óleos essenciais no Brasil, apesar da forte demanda, ainda está em processo de desenvolvimento. Várias tentativas de uma melhor organização das destilarias de óleos essenciais, através da criação de cooperativas e redes de cooperação entre universidades e produtores, estão sendo implementadas. Estes projetos têm como objetivo fornecer maior visibilidade à cadeia produtora de óleos essenciais e tornar o processo de comercialização mais rápido, mais eficiente energeticamente e com um maior controle de qualidade (STEFFENS, 2010).

Os óleos fixos são misturas de substâncias lipídicas, geralmente provenientes de sementes, nunca se evaporam ou volatilizam completamente. Quando são mantidos em contato com o ar, eles podem permanecer fluidos, como exemplo, tem os óleos não secativos. Outros tipos de óleos fixos são secativos, ou seja, se solidificam lentamente (MORAIS, 2009).

As gorduras e óleos fixos são obtidos de plantas ou de animais. Sua principal função é armazenar nutrientes (energia). Os óleos fixos e as gorduras são produtos importantes, usados com fins farmacológicos, industriais e nutricionais. Os óleos fixos são compostos formados predominantemente por triacilgliceróis, que têm ácidos graxos diferentes ou idênticos nas três posições hidroxila da molécula de glicerol, quando $R^1 = R^2 = R^3$ temos um triacilglicerol simples e quando $R^1 \neq R^2 \neq R^3$ o composto é considerado misto, apresentado na Figura 6. Óleos e gorduras são substâncias insolúveis em água e solúveis em solventes orgânicos, seus principais componentes são os triacilgliceróis. Estruturalmente um triacilglicerol é formado pela esterificação de uma molécula de glicerol com três moléculas de ácido graxo. Os ácidos graxos são compostos que conferem aos lipídeos as principais propriedades físicas, químicas e nutricionais (AZEVEDO-MELEIRO; GONÇALVES, 2005).

Os óleos vegetais são constituídos principalmente de triglicerídeos (95-98%) e uma mistura de componentes minoritários (2-5%) de uma vasta série de compostos químicos. Os componentes minoritários apresentam uma ampla composição qualitativa e quantitativa, dependendo da espécie vegetal de que foram obtidos. Entretanto, em uma mesma espécie, o conteúdo e a composição destes componentes podem variar devido às condições climáticas e agronômicas, qualidade da matéria-prima, método de extração e procedimentos de refino. Finalmente, durante a estocagem do óleo, a hidrólise, esterificação e oxidação também originam variações nos mesmos. Os principais grupos dos componentes menores presentes nos óleos vegetais são: hidrocarbonetos, ceras, álcoois, componentes fenólicos voláteis, fosfolipídios, pigmentos, tocoferóis, tocotrienóis e ácidos triterpênicos (CORSO, 2008).

Os óleos e gorduras vegetais podem aparecer em diversas partes da planta, de modo especial nas sementes, onde se acumulam em maior quantidade. Para extrair os óleos fixos das oleaginosas vegetais usam-se, fundamentalmente, dois processos baseados na expressão (extração por pressão), processo industrial que utiliza prensas hidráulicas para extrair óleos das sementes e o esgotamento por solventes voláteis (extração por solventes), onde o hexano é o mais empregado em laboratório (PEREIRA, 2009).

Medeiros (2015) relata que, para a Sociedade Brasileira de Farmacognosia, a sua principal função é proteger contra a ação de intrusos, microrganismos e insetos, e evitar perda

de água. Os óleos fixos e as gorduras diferem apenas no ponto de fusão; os que, em temperatura ambiente são líquidos recebem o nome de óleos fixos.

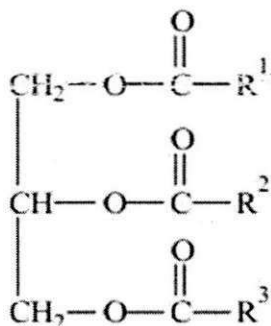


FIGURA 6. Fórmula molecular dos glicerídeos de ácidos graxos.

Fonte: Pereira (2009).

3.7 EXTRAÇÃO DE ÓLEO FIXO

As técnicas utilizadas comumente na extração de óleos de sementes podem ser através da extração física, utilizando procedimento mecânico como a prensagem; ou extração do tipo química, utilizando fluido supercrítico, o aparelho de Soxhlet ou solventes orgânicos, que são os procedimentos mais utilizados atualmente com relação ao custo e a quantidade de óleo extraída (MEDEIROS, 2015).

3.7.1 Prensagem

Hoje em dia, os processos industriais modernos para a extração dos óleos de sementes de frutos, por prensagem mecânica e posterior filtragem do óleo, utilizam equipamentos mais sofisticados e com maior eficiência. Atualmente, o processo consiste numa extração mecânica, em prensas contínuas. Nestes equipamentos, as sementes entram em contato com um parafuso helicoidal, que movimenta a matéria para frente. Na saída da prensa existe um cone (nozzle) cujo tamanho pode ser regulado, de forma a aumentar ou diminuir a abertura para a saída do material, o que determina a pressão no interior da prensa. No final deste processo, são obtidos dois produtos, o bagaço, que consiste na parte sólida resultante da prensagem, e o óleo extraído, que poderá conter partículas sólidas resultantes da prensagem (SOUSA, 2012).

3.7.2 Extração em aparelho de soxhlet

É utilizada, sobretudo, para extrair sólidos com solventes voláteis, exigindo o emprego do aparelho de Soxhlet (Figura 7). Em cada ciclo da operação, o material vegetal entra em contato com o solvente renovado, assim, o processamento possibilita uma extração altamente eficiente, empregando uma quantidade reduzida de solvente, em comparação com as quantidades necessárias nos outros processos extrativos, para se obter os mesmos resultados qualitativos e quantitativos (SIMÕES, 2003).

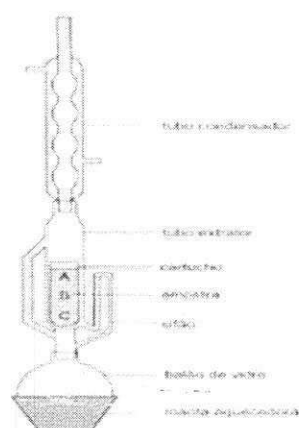


FIGURA 7. Aparelho de Soxhlet.

Fonte: SOUSA, 2012.

3.7.3. Extração com fluido supercrítico

Os óleos vegetais são tradicionalmente produzidos pela extração com solventes orgânicos (principalmente hexano). A grande limitação do processo é a eliminação do hexano após a extração, e a eventual degradação térmica do óleo. Com isso, utiliza-se a substituição do processo tradicional pelo processo de extração com fluido supercrítico (Figura 8) de óleos de sementes. Isso pode ser explicado pelos triglicerídeos serem facilmente solúveis em CO₂ supercrítico a 40°C e em pressões ao redor de 280bar (REVERCHON, 2006).

Segundo Pereira (2009), o processo de extração consiste do contato entre o fluido em estado supercrítico e o sólido em condições pré-estabelecidas de temperatura e de pressão. Na extração supercrítica, o solvente é normalmente, fornecido ao sistema através de cilindros de solvente liquefeito, principalmente, para uso em unidades em escala de laboratório. A pressão de operação, se superior à do cilindro, pode ser obtida por uma bomba e a temperatura de

operação por um trocador de calor. Os componentes presentes na matriz do soluto são solubilizados pelo solvente no extrator e a mistura solvente-soluto é submetida a uma descompressão por uma válvula redutora de pressão. Em ambos os casos, a mistura passa a ser gás-soluto; o soluto é então recolhido no separador.

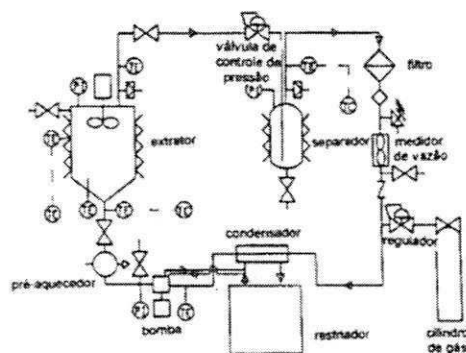


FIGURA 8. Fluxograma de um sistema de extração por fluido supercrítico.

Fonte: MAUL et al. (1996)

3.8. ANÁLISE CROMATOGRÁFICA

Quando se trata do estudo de óleos, geralmente a técnica mais utilizada para a análise qualitativa é a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa - CG/EM (BANDONI, 2008). O avanço da Cromatografia Gasosa (CG) fez prosperar o estudo dos lipídios, possibilitando conhecer a composição completa em ácidos graxos dos lipídios em um curto espaço de tempo. Para realizar a análise de ácidos graxos é comumente aplicado procedimentos de esterificação, onde os ácidos graxos são convertidos em compostos mais voláteis, como os ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG). (MILINSK, 2007).

A cromatografia gasosa é uma técnica de análise, onde substâncias voláteis podem ser separadas. A mesma consiste em mecanismos de partição dos componentes da amostra entre a fase fixa (líquido não volátil) e a fase móvel (gás). A eluição é a técnica utilizada, onde uma corrente de gás (fase móvel) é injetada continuamente através da coluna, a amostra é vaporizada e introduzida na corrente de gás, passando também pela fase estacionária (BRAGA; COLLINS, 1988). Após a separação, os componentes eluídos são identificados e quantificados por um detector. O detector geralmente não fornece identificação, apenas aponta que os componentes foram separados.

Os equipamentos que realizam identificação são o espectrômetro de massa e o espectrômetro por espectroscopia no infravermelho com transformador de Fourier. Um pico

pode ser identificado pela comparação de seu espectro de massa e índice de retenção com uma biblioteca de espectros (HARRIS, 2001).

A espectrometria de massa é uma técnica analítica, na qual átomos ou moléculas são ionizados (em geral, positivamente) e separados de acordo com suas massas (BARKER; GARNER, 1999).

A amostra eluída do cromatógrafo passa dentro do espectrômetro de massa, que registra o espectro de massa de todos os íons, identificados com um pico no cromatograma (HARRIS, 2001).

3.9. METÓDO DE CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO FIXO

As caracterizações químicas dos óleos fixos são geralmente apuradas através da análise por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massa - CG/EM.

A cromatografia pode ser combinada a diferentes sistemas de detecção, tratando-se de uma das técnicas analíticas mais utilizadas e de melhor desempenho. O acoplamento de um cromatógrafo com o espectrômetro de massas combina as vantagens da cromatografia (alta seletividade e eficiência de separação) com as vantagens da espectrometria de massas (obtenção de informação estrutural, massa molar e aumento adicional da seletividade), permitindo assim que uma amostra complexa (mistura) seja separada em seus constituintes que entram sequencialmente no espectrômetro de massa, permitindo assim a análise individual de cada um dos seus compostos (CHIARADIA; COLLINS; JARDIM, 2008).

3.10. TRANSESTERIFICAÇÃO E ESTERIFICAÇÃO

Os métodos de derivatização mais comuns usados para análise em CG envolvem a transesterificação dos acilgliceróis e a esterificação dos ácidos graxos livres a ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG) (MILINSK, 2007). Este processo de conversão também pode ser chamado de metilação (BRONDZ, 2002; MEIER et al, 2006). Os métodos de esterificação normalmente são subdivididos em duas categorias: catálise ácida e catálise básica, sendo os reagentes mais usados na catálise ácida o ácido clorídrico (HCl), ácido sulfúrico (H₂SO₄) e trifluoreto de boro (BF₃) em metanol, e na catálise básica, hidróxido de sódio (NaOH) ou potássio (KOH) em metanol e metóxido de sódio (NaOCH₃) em metanol. Os métodos de esterificação são em grande parte para obtenção de ésteres metílicos de ácidos graxos e por esse motivo são os derivados mais utilizados (MILINSK, 2007).

O termo transesterificação é utilizado na literatura quando o método envolve uma catálise ácida ou básica, pois há uma dupla troca de acilgliceróis em ésteres de ácidos graxos (éster-éster). O termo esterificação é empregado na literatura quando o método envolve uma catálise ácida, por promover a reação entre os ácidos graxos livres (AGL) com álcoois gerando ésteres de ácidos graxos (MILINSK, 2007).

Para que a reação de transesterificação seja completa é necessária uma proporção molar de 3:1 de álcool por triacilglicerol, entretanto, devido ao caráter reversível da reação, adiciona-se em excesso o álcool (agente transesterificante) para um bom rendimento da reação (MEHER; SAGAR; NAIK, 2006).

A reação de esterificação ocorre quando se tem ácidos graxos livres na presença de álcool para formar ésteres através da reação de condensação (SOLOMONS; FRYHLE, 2006). Estas reações são catalisadas por ácidos e devido ao caráter reversível da reação, também pode ser adicionado em excesso o álcool para garantir um melhor rendimento da reação (MILINSK, 2007).

Os métodos que utilizam catálise ácida e básica podem afetar o rendimento de reação, por diversas razões como a presença de água, AGL (na catálise básica), uso de quantidades inadequadas de álcool e por aquecimento (MILINSK, 2007).

Estes fatores podem afetar diretamente os resultados quantitativos devido à conversão incompleta dos lipídios a ésteres metílicos de ácidos graxos, mudança na composição dos ácidos graxos durante a esterificação, formação de artefatos que podem ser erroneamente identificados como ácidos graxos. Ainda, resíduos do catalisador usado podem levar a contaminação da coluna cromatográfica, extração incompleta de ésteres metílicos de ácidos graxos e perda de ésteres metílicos de cadeia curta e muito voláteis (BRONDZ, 2002).

4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.1 LOCALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO

O experimento foi realizado na Universidade Federal de Campina Grande, *Campus Cuité* - PB. Os frutos (umbu) utilizados foram colhidos no sítio Malhada do Canto, localizado no município de Cuité – PB e em seguida conduzidos para o Laboratório de Química Orgânica, onde foram classificados em dois estádios de maturação (verde e maduro). Após lavados em água corrente e secos com auxílio de uma flanela.

4.2 VARIÁVEIS ANALISADAS

- **Peso do fruto:** determinado por meio de balança semianalítica, os dados expressos em g.
- **Peso da casca:** descasque dos frutos com auxílio de uma faca inox, após a casca foi pesada em balança semianalítica e os dados expressos em g;
- **Peso da polpa:** os frutos foram despulpados manualmente, com auxílio de uma faca inox e determinado por meio de balança semianalítica, os dados expressos em g;
- **Peso da semente:** as sementes foram limpas, excesso de polpa, com auxílio de uma faca inox e água, em seguida pesada em balança semianalítica e os dados expressos em g.
- **Biomassa seca:** após descascados e despulpados manualmente (Figura 9), os frutos foram colocados para secar em estufa de ventilação forçada, aproximadamente de 50°C a 70°C por um período de 24 horas (cascas e polpas) e por 72 horas (sementes).



FIGURA 9. Amostras frescas do umbu (A); Amostras secas do umbu (B).

Fonte: Dados da pesquisa

4.3 EXTRAÇÃO DO ÓLEO FIXO EM SOXHLET

Após secagem em estufa as cascas e polpas foram trituradas com o auxílio de um liquidificador (Figura 10 (A)) e as sementes do umbu verde e maduro foram moídas em moinho doméstico (Figura 10 (B)), até que obtivéssemos uma farinha das mesmas, as quais em seguida foram pesadas e divididas para a execução das extrações por soxhlet).



FIGURA 10. Liquidificador utilizado (A); Moinho doméstico antigo (B).

Fonte: Dados da pesquisa

A extração em soxhlet (Figura 11) foi realizada utilizando 350 ml de hexano para cada amostra por um período de 6 horas, esse volume do extrato foi reduzido em evaporador rotativo, e o extrato resultante pesou-se e guardou-se em local apropriado para posterior metilação.



FIGURA 11. Aparelho de Soxhlet (extração polpa do umbu).

Fonte: Dados da pesquisa.

4.4 REAÇÃO DE METILAÇÃO - MÉTODO DE ESTERIFICAÇÃO SOB CATÁLISE ÁCIDA EMPREGANDO ÁCIDO SULFÚRICO EM METANOL

A análise por cromatografia faz-se necessária a metilação dos ácidos graxos presentes no óleo fixo, sendo necessário convertê-los em substâncias com maior volatilidade a fim de reduzir a adsorção de solutos no suporte e superfície da coluna e melhorar a separação dos compostos. Os métodos de derivatização mais comuns usados para análise em CG envolvem a transesterificação dos acilgliceróis com a esterificação dos ácidos graxos livres a ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG). Este processo de conversão também pode ser chamado de metilação (MILINSK, 2007; MEDEIROS, 2015).

Para determinar o perfil dos ácidos graxos, foi pesado de 200-500 mg de cada óleo fixo e adicionado 5,0 mL de solução de NaOH 0,50 mol/L em metanol. Essa mistura foi aquecida em refluxo por 5 minutos e em seguida adicionou-se 15,0 mL do reagente de esterificação (preparado a partir da mistura de 2,0g de cloreto de amônio, 60,0 mL de metanol e 3,0 mL de ácido sulfúrico concentrado, aquecida por aproximadamente 15 minutos), a mistura foi então aquecida em refluxo por mais 3 minutos e, em seguida, transferiu-a para um funil de separação juntamente com 25,0 mL de éter de petróleo e 50,0 mL de água deionizada.

Após agitar e separar das fases, a fase aquosa foi descartada. Adicionou 25,0 mL de água deionizada à fase orgânica, agitou-se e após a separação das fases (Figura 12), a aquosa foi descartada e o procedimento repetido. A fase orgânica foi coletada e o solvente evaporado na capela durante 24 horas a temperatura ambiente para posteriormente ser guardada em refrigerador para depois realizar a análise por cromatografia gasosa acoplada a espectrômetro de massa (MILINSK, 2007).



FIGURA 12. Fase orgânica e aquosa (casca do umbu).

Fonte: Dados da pesquisa

4.5 ANÁLISES POR CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSA - CG/EM

As análises por cromatografia gasosa foram realizadas na Universidade Federal de Pernambuco, Recife, em espectrômetro do tipo Hewlett-Packard (HP) 5971 com detecto seletivo de massa acoplado a um cromatógrafo gasoso HP 5890, seguindo a seguinte metodologia (SANTOS, 2014).

Amostras de 1 μL foram injetadas no cromatógrafo gasoso e a separação dos analitos obtidos por uma coluna capilar de sílica fundida HP dimetilpolisiloxano DB-1 (30 m x 0,25 mm). O gás Hélio, utilizado como gás de arraste com velocidade linear de 1 ml/min. O programa de temperatura do forno continha o seguinte procedimento: temperatura inicial

35°C, 35-180°C a 4°C/min, seguindo por 180-250°C a 10°C/min. A temperatura do injetor de 250°C, a temperatura da linha de transferência ajustada para 280°C. Os parâmetros do espectrômetro de massas para o modo IE serão de 200°C, energia de 70 eV, corrente do filamento de 34,6 μ A (SANTOS, 2014).

Os componentes individuais encontrados, foram identificados por análise espectrométrica de duas livrarias computacionais EMe em comparação com seus respectivos índices de Kovat (SANTOS, 2014).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 MATERIAL VEGETAL

Após classificados em dois estágios de maturação (verde e maduro), os umbus foram descascados e despulpados manualmente e colocados para secar na estufa de ventilação forçada, obtendo-se as seguintes massas explicita nas Tabelas 1 e 2.

TABELA 1. Massa fresca e após secagem da semente, polpa e casca do umbu verde.

Amostra	Massa fresca(g)	Massa seca(g)
Casca	632,01	108,26
Polpa	793,01	110,59
Semente	407,85	156,14

Fonte: Dados da pesquisa

TABELA 2. Massa fresca e após secagem da semente, polpa e casca do umbu maduro.

Amostra	Massa fresca(g)	Massa seca(g)
Casca	302,48	69,00
Polpa	708,16	88,50
Semente	147,21	97,08

Fonte: Dados da pesquisa

Observando as massas frescas, Tabelas 1 e 2, percebe-se uma enorme diferença em relação às massas secas, isso evidência que a maior parte do umbu é constituída por água.

5.2 EXTRAÇÃO DO ÓLEO FIXO POR SOXHLET

Após secagem, as cascas, polpas e sementes do umbu verde e maduro foram trituradas obtendo-se farinhas, as quais foram utilizadas para a extração do óleo fixo, as Tabelas 3 e 4 abaixo mostram os resultados para cada amostra no processo de trituração.

Observa-se nas Tabelas 3 e 4, que houve uma perda nas massas após a trituração. Isso ocorreu devido ao transferir as farinhas do liquidificador para um bequer para as mesmas serem pesadas e após transferir para o cartucho de papel de filtro para realizar as extrações por Soxhlet, esse processo de transferência acaba gerando uma perda das massas.

TABELA 3. Massa das farinhas obtidas a partir da casca, polpa e sementes do umbu verde.

Amostra	Massa/farinha(g)
Casca	98,26g
Polpa	100,69g
Sementes	141.14g

Fonte: Dados da pesquisa

TABELA 4. Massa das farinhas obtidas a partir da casca, polpa e sementes do umbu maduro.

Amostra	Massa/farinha
Casca	59,00g
Polpa	88,48g
Sementes	87,08g

Fonte: Dados da pesquisa

A partir das farinhas e das extrações realizadas com o solvente hexano, os extratos foram deixados na capela até evaporação total do solvente. A Tabela 5 mostra a massa de extrato hexânico obtido de cada material nesta etapa do trabalho.

TABELA 5: Massa em (g) de extrato hexânico das amostras após extrações.

Amostra	Umbu verde (g)	Umbu maduro (g)
Casca	0,3605	0,3207
Polpa	0,009	0,005
Sementes	0,5123	0,4944

Fonte: Dados da pesquisa

5.3 REAÇÃO DE METILAÇÃO - MÉTODO DE ESTERIFICAÇÃO SOB CATÁLISE ÁCIDA EMPREGANDO ÁCIDO SULFÚRICO EM METANOL

A figura 13 representa o mecanismo da reação de metilação utilizada neste trabalho.

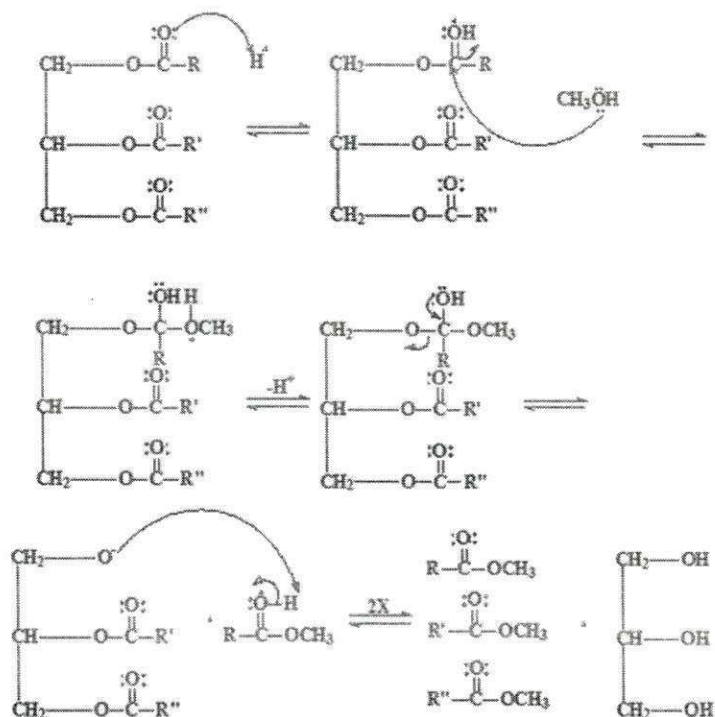


FIGURA 13. Mecanismo de reação dos triglicerídeos na presença de metanol

O ácido sulfúrico proporcionou o meio ácido, no qual este meio reacional favorece a protonação das carbonilas do triacilglicerol, tornando-as mais suscetíveis ao ataque do nucleófilo, neste caso o metanol. Assim é formado, um intermediário protonado que após desprotonação gera o intermediário tetraédrico instável característico das reações de substituição nucleofílica acílica das quais faz parte a transesterificação utilizada nesta etapa de derivatização dos ácidos graxos. Então o intermediário formado tende a expulsar o melhor grupo de saída através do retorno do par de elétrons do oxigênio, o qual restaura a carbonila, essa etapa do mecanismo ocorre mais duas vezes, formando glicerol e três moléculas de ésteres metílicos dos ácidos graxos presentes no triacilglicerol.

Os rendimentos para as reações, não foram calculados, pois as quantidades obtidas dos ésteres metílicos foram muito baixas, no entanto, a efetivação das reações foi acompanhada por CCD e conforme os resultados mostrados nas análises por CG/EM a metilação ocorreu

sendo possível identificar os constituintes dos óleos fixos, através da análise dos seus ésteres metílicos.

5.4 ESTUDO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS ÓLEOS FIXOS POR CROMATOGRAFIA GASOSA - CG/EM

5.4.1 Óleo fixo das sementes do umbu – EMAG umbu verde e maduro

Após derivatização através da reação de metilação, o material obtido foi submetido à análise por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa- CG/EM, seguindo as condições descritas no procedimento experimental. Desta análise 10 constituintes foram identificados para as sementes do umbu verde, sendo quatro majoritários e na semente do umbu maduro foram identificados oito constituintes, porém os majoritários destes foram três como mostra a Tabela 6. As **Figuras 14, 15** abaixo, mostram os cromatogramas para os ésteres metílicos dos ácidos graxos presentes nas amostras obtidas pela metilação do óleo fixo das sementes do umbu nas duas fases de maturação.

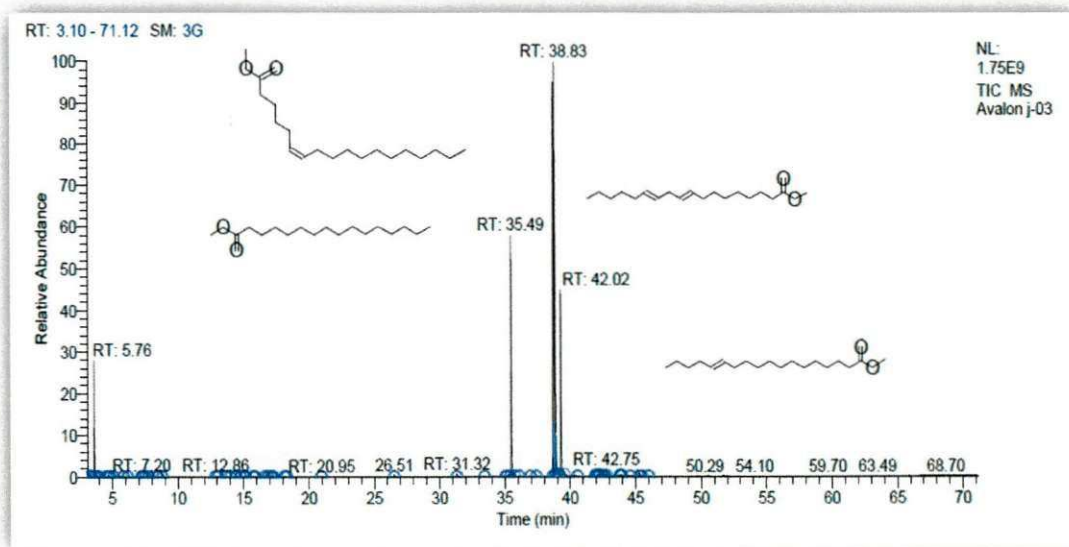


FIGURA 14. Cromatograma dos ésteres metílicos das sementes do umbu verde.

Fonte: Dados da pesquisa

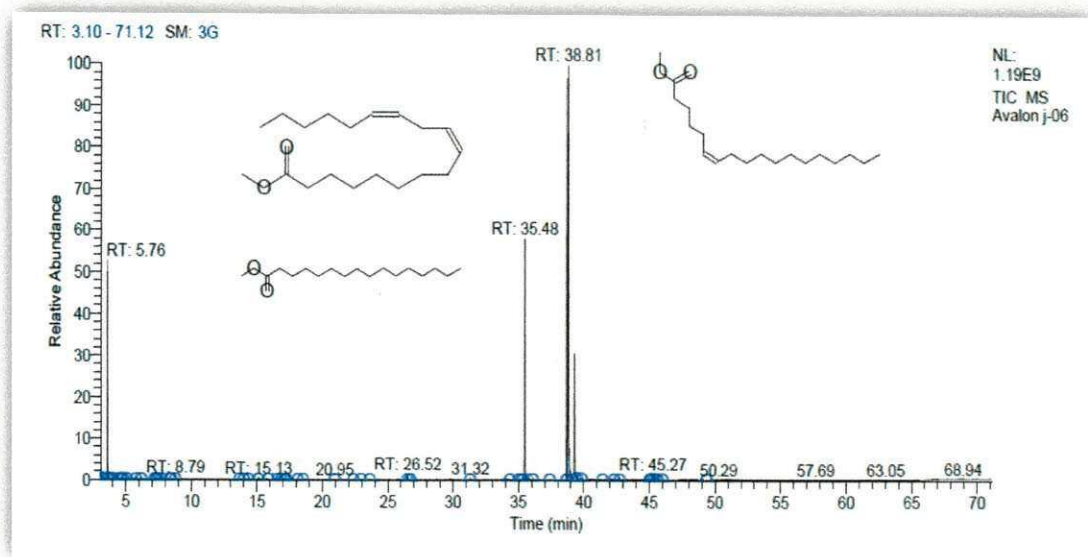


FIGURA 15. Cromatograma dos ésteres metílicos das sementes do umbu maduro.

Fonte: Dados da pesquisa

Observou-se que o óleo da semente do umbu verde apresentou quase que a mesma composição, em majoritários, dos EMAG que o óleo da semente do umbu maduro, variando apenas na ausência do ácido 13-*trans*-octadecenóico.

Da análise da Tabela 6 observa-se que o ácido hexadecanóico (palmítico) foi o único saturado encontrado nas sementes do umbu com percentagem de 16,72%; 16,09%, entre os ácidos insaturados encontrados nas determinadas sementes nos dois estágios de maturação, o ácido 6-(*z*)-octadecenóico é o majoritário, com 32,11%; 35,02% seguido pelo ácido 9,12 - (*z*, *z*) - Octadecadienóico (linoléico), com 28,12%; 28,45%. Tais resultados são próximos aos encontrados por Borges et al, (2007), que caracterizaram física e quimicamente sementes de umbu obtidas de frutos em diferentes estágios de maturação e de diferentes variedades e encontraram quantidades significativas de lipídios naquelas sementes juntamente com ácidos graxos em seu óleo e alto conteúdo mineral. Os autores sugerem a sua utilização como um óleo comestível ou para o enriquecimento de alimentos ou mesmo como um óleo de fritura, se a ausência de substâncias tóxicas e fatores alergênicos forem posteriormente comprovados.

A presença do ácido linoléico é bastante relevante, pois segundo Mendes et al. (1998) tanto os ácidos graxos poli-insaturados ômega-3 (família M-3) quanto os ácidos graxos poli-insaturados ômega 6 (família M-6) reduzem os níveis do LDL (lipoproteína de baixa densidade), colesterol ruim.

O teor de lipídios das sementes de umbu pode ser considerado economicamente atraente para a extração de óleo devido ao teor lipídico elevado em comparação com as sementes de algumas frutas, cereais e sementes oleaginosas. O teor de lipídios do óleo do umbu é próximo ao do óleo do sésamo (*Sesamum indicum*) 49,10%, um óleo de sementes amplamente usado como um tempero e na preparação de biscoitos, pão e alimentos para animais, entre outras utilizações. Na indústria química, óleo de sésamo pode ser usado para a fabricação de margarinas, cosméticos, perfumes, medicamentos, lubrificantes, tintas, sabão e inseticidas (BORGES et al, 2007).

TABELA 6. Teor dos ésteres metílicos majoritários dos ácidos graxos encontrados nas sementes do umbu verde e maduro

Constituinte	Umbu verde	Umbu maduro	Borges et al (2007)	
			Verde	Maduro
Ác. hexadecanóico (palmítico)	16,72%	16,09%	19,00%	19,21%
Ác. 9,12-(z,z)-octadecadienóico (linoléico)	28,12%	28,45%	10,57%	11,31%
Ác. 6-(z)-octadecenóico	32,11%	35,02%	33,60%	35,89%
Ác. 13-trans-octadecenóico	2,98%	-	35,52%	32,44%
Ácido arachidic	-	-	0,55%	0,56%

Fonte: Dados da pesquisa

5.4.2 Óleo fixo das polpas do umbu – EMAG umbu verde e maduro

Após derivatização por metilação, os EM do óleo fixo das polpas do umbu verde e maduro foram submetidos à análise por CG/EM. As Figuras 16, 17 mostram os cromatogramas para EMAG presentes nas amostras obtidas pela metilação do óleo fixo das polpas do umbu nas duas fases de maturação.

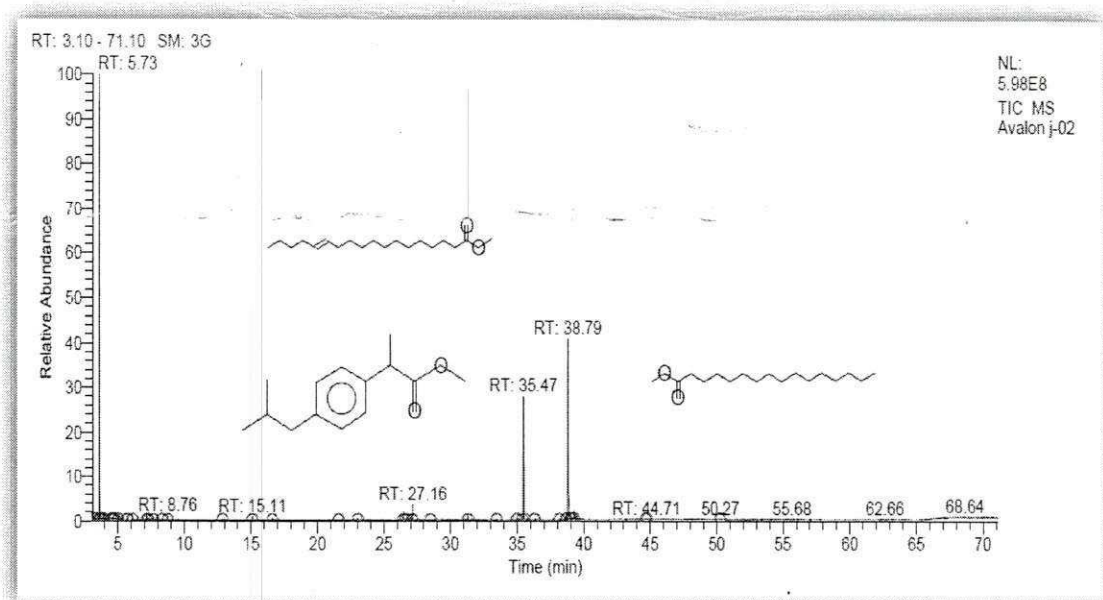


FIGURA 16. Cromatograma dos ésteres metílicos da polpa do umbu verde.

Fonte: Dados da pesquisa

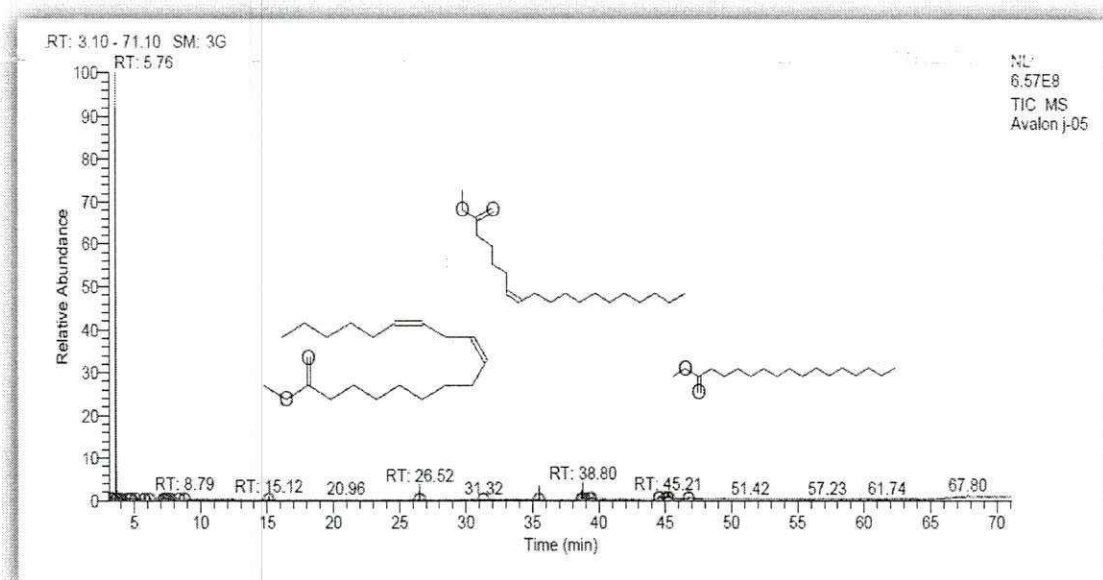


FIGURA 17. Cromatograma dos ésteres metílicos da polpa do umbu maduro.

Fonte: Dados da pesquisa

Com relação ao óleo das polpas do umbu, foram encontrados nove constituintes pra o umbu verde, sendo três majoritários e na polpa do umbu maduro foram encontrados três majoritários.

Analisando a Tabela 7 observa-se que os resultados foram diferentes, tendo como semelhante apenas o ácido hexadecanóico (palmítico), o único encontrado nas polpas nos dois estágios de maturação com percentagem de 16,45%; 3,82%. Além do palmítico foi encontrado na polpa do umbu verde o ácido 13-trans-octadecenóico 31,28%, ácido 15-metil-hexadecanóico 1,01 %. Já o ácido 6-(z)-octadecenóico, e o Linoléico para a polpa do umbu maduro. Estes resultados estão próximos aos encontrados por Almeida et al. (2007), porém estes autores não especificaram o estágio de maturação (Tabela 7). Tais constituintes possuem vasta utilização na área cosmética como emulsificante e na indústria farmacêutica como lubrificante de cápsulas (BRASIL, 2015).

TABELA 7: Teor dos ésteres metílicos majoritários dos ácidos graxos encontrados nas polpas do umbu verde e maduro.

Constituintes	Umbu verde %	Umbu maduro%	Almeida et al (2007)
			<i>Polpa no geral</i>
Ác. hexadecanóico (palmítico)	16,45%	3,82%	46,70 %
Ác. 13-trans-octadecenóico	31,28%	-	43,80%
Ácido 15-metil-hexadecanóico	1,01%	-	-
Ác. 6-(z)-octadecenóico	-	4,54%	-
Ácido esteárico	-	-	21,84 %
Ácido linoléico	-	2,33%	14,96 %

Fonte: Dados da pesquisa

Recentemente, um grupo de cientistas brasileiros e suíços concluiu um estudo que revelou novas propriedades referentes à polpa do umbu (*Spondias tuberosa*). Eles descobriram que a referida polpa é rica em compostos fenólicos, com atividade antioxidante, o que faz dela um insumo potencial para fabricação de cosméticos com ação sobre o envelhecimento da pele, cremes antirrugas ou contra flacidez (FAPESP, 2016).

5.4.3 Óleo fixo das cascas do umbu – EMAG umbu verde e maduro

Após derivatização por metilação, os EM do óleo fixo das cascas do umbu verde e maduro foram submetidos à análise por CG/EM, os resultados podem ser vistos na Tabela 8.

As Figuras 18, 19 mostram os cromatogramas para EMAG presentes nas amostras obtidas pela metilação do óleo fixo das cascas do umbu nas duas fases de maturação.

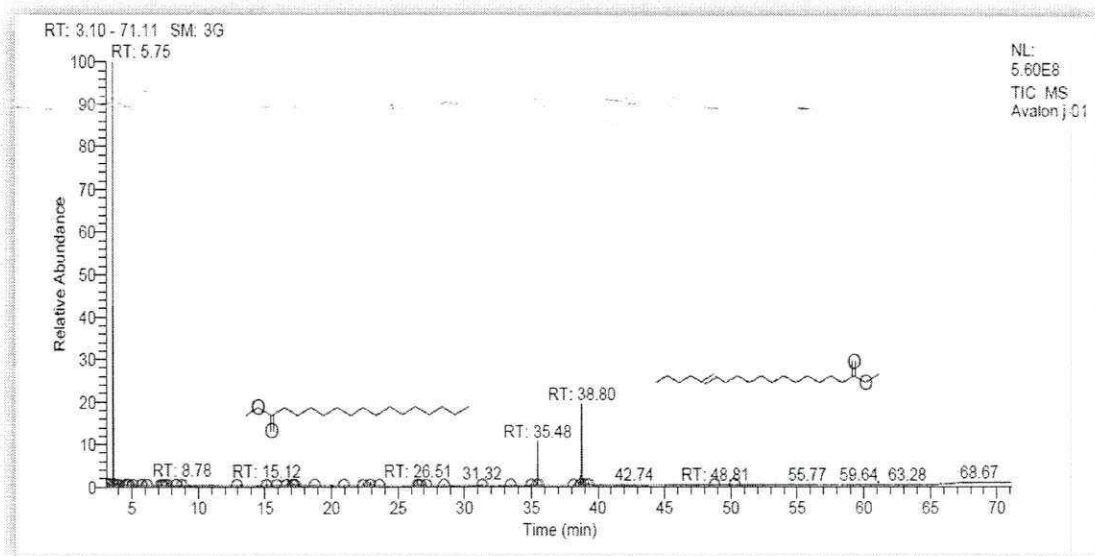


FIGURA 18. Cromatograma dos ésteres metílicos da casca do umbu verde.

Fonte: Dados da pesquisa

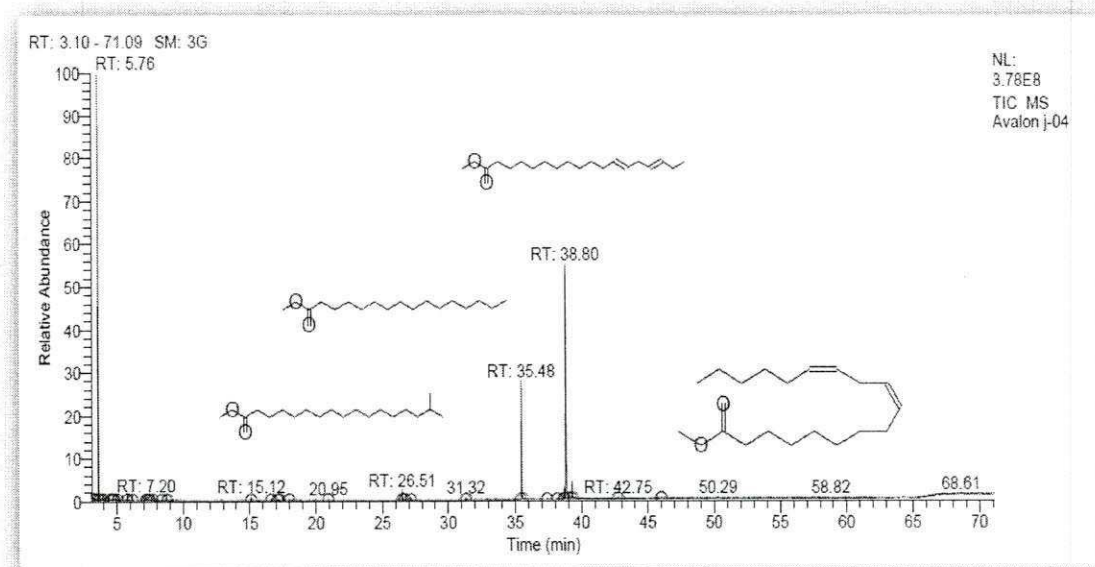


FIGURA 19. Cromatograma dos ésteres metílicos da casca do umbu maduro.

Fonte: Dados da pesquisa

Com relação ao óleo das cascas do umbu, foram encontrados 10 constituintes pra o umbu verde, sendo dois majoritários e no umbu maduro foram encontrados quatro onde três

são os majoritários. Da análise da Tabela 8 observa-se que os resultados foram diferentes, tendo como semelhante apenas o ácido hexadecanóico (palmítico), o único encontrado nas cascas do umbu nos dois estágios de maturação com percentagem de 8,84% e 15,02%. Além do palmítico foi encontrado na casca do umbu verde o ácido 13-*trans*-octadecenóico 19,30%. Para o umbu maduro foi encontrado também o ácido 9,12-(*z,z*)-octadecadienóico (linoléico) com 38,70% e o ácido 16-metil-heptadecanóico 2,55%.

O ácido palmítico, presente em todas as amostras é um dos ácidos graxos mais utilizados na fabricação de cremes de barbear, pois proporciona uma ótima detergência e poder espumante (CORRÊA, et al., 2006). No entanto, não foi possível comparar estes resultados com outros estudos na literatura consultada, pois há escassez de investigações referente ao óleo fixo desta parte do fruto.

De acordo com Melo e Andrade (2010), as cascas desidratadas (farinha) do fruto umbu, especialmente no estágio de maturação maduro, podem ser vistas como um material promissor, com possibilidade de aplicação em alimentos como antioxidante natural. Para Coelho (2015), as cascas de umbu são potenciais fontes naturais de substâncias bioativas que podem ser explorados pela indústria de alimentos e farmacêutica.

TABELA 8: Teor dos ésteres metílicos majoritários dos ácidos graxos encontrados nas cascas do umbu verde e maduro


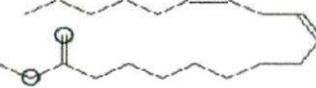

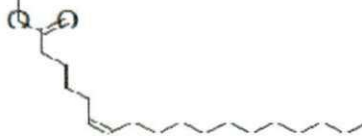
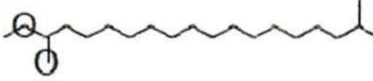
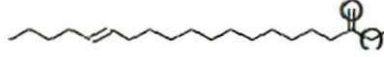
Constituintes	Umbu/ verde %	Umbu/ maduro %
Ác. hexadecanóico (palmítico)	8,84%	15,02%
Ác. 13- <i>trans</i> -octadecenóico	19,30%	-
Ác. 9,12-(<i>z,z</i>)-octadecadienóico (linoleico)	-	38,70%
Ác. 16-metil-heptadecanóico	-	2,55%

Fonte: Dados da pesquisa

Tabela 9: Resultados da CG/EM para as amostra do óleo fixo das sementes, polpas e cascas do umbu verde e maduro.

EMAG – nome IUPAC	Nome comum	Símbolo	Formula molécula	Umbu/Quantidades %					
				Sementes		Polpa		Cascas	
				Verde	Maduro	Verde	Maduro	Verde	Maduro
Ácido hexadecanóico	Palmítico	C16: 0	C ₁₆ H ₃₄ O ₂	16,72%	16,09%	16,45%	3,82%	8,84%	15,02%
Ácido 15-metil-hexadecanóico		C16: 0	C ₁₆ H ₃₆ O ₂			1,01%			
Ácido 9,12-(z,z)-octadecadienóico	Linoléico	C18: 2	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	28,12%	28,45%				38,70%
Ácido 6-(z)-octadecenóico		C18: 1	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	32,11%	35,02%		4,54%		
Ácido 13-trans-octadecenóico		C18: 1*	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	2,98%		31,28%		19,30%	
Ácido 16-metil-heptadecanóico		C17: 0	C ₁₇ H ₃₈ O ₂						2,55%

Tabela 10: Estrutura dos ácidos graxos livres majoritários presentes nos óleos fixos das sementes, polpa e cascas do umbu verde e maduro.

EMAG das Sementes/Polpa/Folhas/Cascas do Umbu		
Saturado	Poli-insaturado	
		
Ácido palmítico	Ácido linoléico	Ácido 15-metil-hexadecanóico
		
	Ácido 6-(z)-octadecenóico	Ácido 16-metil-heptadecanóico
		
	Ácido 13-trans-octadecenóico	

Fonte: Dados da pesquisa

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os principais constituintes químicos, os ésteres metílicos dos ácidos graxos, presentes no óleo fixo do umbu (*Spondias tuberosa* Arruda) foram identificados em diferentes estágios de maturação do fruto, através da técnica por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massa - CG/EM.

Os ésteres metílicos majoritários dos ácidos graxos identificados no óleo fixo das amostras do umbu foram: o ácido Palmítico, o Linoléico, 13-*trans*-octadecenóico, ácido 6-(*z*)-octadecenóico, 16-metil-heptadecanóico e o ácido 15-metil-hexadecanóico. No entanto o ácido Palmítico e o Linoléico já são utilizados na fabricação de produtos cosméticos ou utilizados como excipientes nas indústrias farmacêuticas. Os demais apresentam componentes bioativos que com o auxílio de estudos posteriores, poderiam ser inseridos nas indústrias para o seu reaproveitamento.

A partir dos constituintes encontrados, notou-se a importância do reaproveitamento de sementes, cascas e outros rejeitos do processamento de frutas como uma nova fonte de matéria-prima para as indústrias, sejam elas, alimentícia, farmacêutica e cosmética, além de minimizar o problema da poluição residual gerada pelas indústrias.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, M. M. B.; TAVARES, L. C.; SOUZA, J. S. N.; LOPES, M. F. G.; LEMOS, T. L. G. **Composição de ácidos graxos em frutas tropicias (polpa e semente) do estado do ceará**. Associação Brasileira de Química – Seção Regional do Rio Grande do Norte (ABQ-RN). 2007. Disponível em: <<http://www.abq.org.br/cbq/2007/trabalhos/1/1-420-234.htm>> acesso 07 de Jul de 2016.
- ARAÚJO, F. P.; SANTOS, C. A. F. Substituição de copa do umbuzeiro por algumas espécies do gênero Spondias. XXVIII Reunião Nordestina de Botânica, Petrolina, **Resumos**, 2004.
- AZEVEDO-MELEIRO, C.H.; GONÇALVES, L.A.G. Teores de ácidos graxos trans em gorduras hidrogenadas comerciais brasileiras. **Revista Universidade Rural: Série Ciências Exatas e da Terra**, Seropédica, RJ: EDUR, v. 24, n. 1-2, p. 75-81, 2005.
- BANDONI, A. L. Os recursos vegetais aromáticos no Brasil: seu aproveitamento industrial para a produção de aromas e sabores. Vitória: EDUFES, 2008.
- BANSKALIEVA, V.; SAHLU, T.; GOETSCH, A. L. Fatty acid composition of goat muscles and fat depots: a review. **Small Ruminant Research**, v. 37, n. 3, p. 255-268, 2000.
- BARKER, J.; GARNER, R. C. Biomedical applications of accelerator mass spectrometry-isotope measurements at the level of the atom. **Rapid communications in mass spectrometry**, v. 13, n. 4, p. 285-293, 1999.
- BARRETO, L. S.; CASTRO, M. S. Boas práticas de manejo para o extrativismo sustentável do umbu. Brasília: **Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia**, 64 p. 2010.
- BATISTA, F. R. C.; SILVA, S. M.; SANTANA, M. F. S.; CAVALCANTE, A. R. **O umbuzeiro e o semiárido brasileiro**. Instituto Nacional do Semiárido Campina Grande: INSA, 2015. 72p.
- BORGES, S. V.; MAIA, M. C. A.; GOMES, R. D. C. M.; CAVALCANTI, N. B. Chemical composition of umbu (*Spondias tuberosa* Arr. Cam) seeds. **Química Nova**, v. 30, n. 1, p. 49-52, 2007.
- BRAGA, G. L.; COLLINS, C. H.; **Introdução a métodos cromatográficos**. 3. ed., Campinas: Unicamp, 1988, 298 p.
- BRAINER, M. S. C. P.; CARNEIRO, W. M. A.; SANTOS, J. A. N.; SOUZA, G. S.; SILVA, C. E. G. A agroindústria de alimentos de frutas e hortaliças no Nordeste e Norte dos Estados de Minas Gerais e Espírito Santo. In: CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ECONOMIA, ADMINISTRAÇÃO E SOCIOLOGIA RURAL - SOBER, 46, Rio Branco. **Anais**. São Paulo: SOBER, (CD-ROM), 2008.
- BRASIL. ANVISA RDC 34/2015 – BPF – BOAS PRATICAS DE FABRICAÇÃO PARA EXCIPIENTES FARMACÊUTICOS, 2015.

BRONDZ, I. Development of fatty acid analysis by high-performance-liquid chromatography, gas chromatography, and related techniques. **Analytica Chimica Acta**, v. 465, n. 1, p. 1-37, 2002.

CARVALHO, P. E. R. **Espécies arbóreas brasileiras**. Brasília: Embrapa, 2006. v. 2, 627p.

CATANEO, C. B.; CALLARI, V.; GONZAGA, E. V.; KUSKOSKI, E. M.; FETT, R. Atividade antioxidante e conteúdo fenólico do resíduo agroindustrial da produção de vinho. **Ciências Agrárias**. v. 29, n. 1, p. 93-102, 2008.

CHIARADIA, M. C.; COLLINS, C. H.; JARDIM, I. C. S. F. O estado da arte da cromatografia associada à espectrometria de massas acoplada à espectrometria de massas na análise de compostos tóxicos em alimentos. **Química nova**, v. 31, n. 3, p. 623-636, 2008.

CHRISTIE, W. W. **Gas Chromatography and Lipids, A Practical Guide**. Ayr: Oily Press Google Scholar, 1989.

COELHO, M. I. S. C. **Compostos fenólicos e atividade antioxidante de extratos da casca do umbu (*Spondias tuberosa* arruda) obtidos por diferentes técnicas**. 2015.165 f. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos. 2015

CORSO, M. P. **Estudo da extração de óleo de sementes de gergelim (*Sesamun indicum* L.) empregando os solventes dióxido de carbono supercrítico e n-propano pressurizado**. 2008, 106f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual do Oeste do Paraná, 2008.

COSTA, T. A. C. **Perfil fitoquímico de materiais biológicos usados em dessalinizador caseiro de água salobra**. 2011. Dissertação (Mestrado) submetida ao Programa de Pós-Graduação do Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Química, 2011.

CORRÊA, C.G., et al. Caracterização dos ácidos graxos das sementes de acerola, melancia e tangerina. **Associação Brasileira de Química**, Salvador, set. 2006.

FAPESP, O cosmético que vem da caatinga. **Ciências Farmacêuticas**, 2016. Disponível em: <http://revistapesquisa.fapesp.br/wp-content/uploads/2016/02/070-073_Umbu_240.pdf?78ec95> Acesso em: 15. Set. 2016, às 15hs

FERNÁNDEZ, M.; ORDÓÑEZ, J. A.; CAMBERO, I.; SANTOS, C.; PIN, C.; LA HOZ, L. Fatty acid compositions of selected varieties of Spanish dry ham related to their nutritional implications. **Food Chemistry**, v. 101, n. 1, p. 107-112, 2007.

FOLEGATTI, M. I. S. et al. Aproveitamento industrial do umbu: processamento de geléia e compota. **Ciência e agrotecnologia**, Lavras. v.27, n.6, p.1308-1314, 2003.

HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos S.A., 2001. 862 p.

IUPAC-UB. International Union of Pure and Applied Chemistry and International Union of Biochemistry Commission on Biochemical Nomenclature. The nomenclature of lipids. **The Journal of Lipid Research**, v. 19, p. 114-129, 1978.

KITTS, D. D.; **An evaluation of the multiple effects of the antioxidant vitamins**. Trends in Food Science and Technology, Cambridge, v. 8, n. 6, p. 198-203, 1997.

KOBORI, C. N.; JORGE, N. Caracterização dos óleos de algumas sementes de frutas como aproveitamento de resíduos industriais. **Ciência e agrotecnologia**, Lavras, v. 29, n. 5, p. 1008-1014, 2005.

LEAL, A. F.; SOUZA, V. A. B.; GOMES, J. M. A. Condições do extrativismo e aproveitamento das frutas nativas na microrregião de Teresina, Piauí. **Revista Ceres**, v. 53, n. 310, p. 511-513, 2006.

LIMA, E. D. P. A.; LIMA, C. D. A.; ALDRIGUE, M. L.; GONDIM, P. J. S. Caracterização física e química dos frutos do umbu-cajazeira (*Spondias spp*) em cinco estádios de maturação, da polpa congelada e néctar. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 24, n. 2, p. 338-343, 2002.

LIMA, M. F. M.; **Desidratação de polpa de umbu em leite de jorro: estudos fluidodinâmicos e térmicos**. Tese de doutorado. UFPB. 118p. 1992.

LIMA FILHO, J. M. P. **Ecofisiologia do umbuzeiro (*Spondias tuberosa*, Arr. Cam.)**. Embrapa Semiárido, Petrolina. (Documentos, 240). ISSN 1808-9992. 2011. 24p.

LIRA JÚNIOR, J. S.; MUSSER, R. S.; MELO, E. A.; MACIEL, M. I. S.; LEDERMAN, I. E.; SANTOS, V. F. Caracterização física e físico-química de frutos de cajá-umbu (*Spondias spp.*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 4, p. 757-761, 2005.

MALACRIDA, C. R. **Caracterização de óleos extraídos de sementes de frutas: Composição de ácidos graxos, Tocoferóis e Carotenoides**. 2009, 14fs. Tese (Doutorado). Instituto de Biociências, Letras e Ciências exatas. Universidade Estadual Paulista. 2009.

MALACRIDA, C. R.; ANGELO, P. M.; ANDREO, D.; JORGE, N. Composição química e potencial antioxidante de extratos de sementes de melão amarelo em óleo de soja. **Revista Ciências Agronômicas**, Fortaleza, v.38, n.4, p.372-376, dez. 2007.

MARTINS, M. L. A.; BORGES, S. V.; DELIZA, R.; CASTRO, F. D.; CAVALCANTE, N. D. B. Características de doce em massa de umbu verde e maduro e aceitação pelos consumidores. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 42, n. 9, p. 1329-1333, 2007.

MATTIETTO, R. A.; LOPES, A. S.; MENEZES, H. C. Estabilidade do néctar misto de cajá e umbu. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 27(3): 456-463, jul.-set. 2007.

MAUL, A. A.; WASICKY, R.; BACCHI, E. M. Extração por fluido supercrítico. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 5, n. 2, p. 185-200, 1996.

MEDEIROS, A. R. **Estudo da composição química do óleo fixo das sementes de frutas *artocarpus heterophyllus*, *citrullus lanatus*, *crescentia cujete* e *cucurbita moschata* pela**

técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa. 2015. 46 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Farmácia) - Centro de Educação e Saúde, Universidade Federal de Campina Grande, Cuité, 2015.

MENDES, A. C. R., ALBINO, E., DAVID, P. R. B. S., NETO, A. C.; **Ácidos graxos transisômeros: uma revisão sobre alguns aspectos tecnológicos da hidrogenação e gorduras vegetais e suas implicações nutricionais.** Hig. Alim. v. 12, nº 57, p.11-17, 1998.

MEHER, L. C.; SAGAR, D. V.; NAIK, S. N. Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review. **Renewable and sustainable energy reviews**, v. 10, n. 3, p. 248-268, 2006.

MEIER, S.; MJOS S. A.; JOENSEN, H.; GRAHL-NIELSEN, O. Validation of a one-step extraction/methylation method for determination of fatty acids and cholesterol in marine tissues. **Journal of Chromatography A**, v. 1104, n. 1, p. 291-298, 2006.

MELO, E. A.; ANDRADE, R. A. M. S. Compostos bioativos e potencial antioxidante dos frutos do umbuzeiro. **Alimentos e Nutrição**, v. 21, n. 3, p. 453-457, 2010.

MILINSK, M. C. **Análise comparativa entre oito métodos de esterificação na determinação quantitativa de ácidos graxos em óleo vegetal**, 2007, 118f. Dissertação (Pós-Graduação) - Universidade Estadual de Maringá, 2007..

MORAIS, L. A. S. **Óleos essenciais no controle fitossanitário**. 2009.

NELSON, D. L.; COX, M. M. **Princípios de Bioquímica de Lehninger**. 6 ed. Artmed. 2014, 1328p.

NÚCLEO DE ESTUDOS E PESQUISAS EM ALIMENTAÇÃO – UNICAMP. **Tabela brasileira de composição de alimentos**. 4. ed. rev. e ampl. Campinas: NEPA - UNICAMP, 2011. 161p.

OLIVEIRA, R. D.; LIMA, E. O.; VIEIRA, W. L.; FREIRE, K. R. L.; TRAJANO, V. N.; LIMA, I. O.; SILVA-FILHO, R. N. Estudo da interferência de óleos essenciais sobre a atividade de alguns antibióticos usados na clínica. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16, n. 1, p. 77-82, 2006.

PALLET, D.; CABRAL, L.; MATTA, V.; PEZOA-GARCÍA, N. H.; MENEZES, H. C.; ABREU, F. A. P.; DORNIER, M.; REYNES, M. Aplicação da tecnologia de membranas no processamento de sucos de frutas brasileiras. **Cadernos de Ciência & Tecnologia**, Brasília, v. 22, n. 2, p. 427-437, 2005.

PELIZER, L. H.; PONTIRRI, M. H.; MORAES, I. O. Utilização de resíduos agro-industriais em processos biotecnológicos como perspectiva de redução do impacto ambiental. **Journal of Technology Management & Innovation**, Chile, v. 2, n. 1, p.118-127, 2007.

PEREIRA, C. S. S. **Avaliação de diferentes tecnologias na extração do Óleo do Pinhão-manso (*Jatropha curcas L.*)**, 2009, 88f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2009.

RAMALHO, H. F.; SUAREZ, P. A. Z. A química dos óleos e gorduras e seus processos de extração e refino. **Revista Virtual Química**, v. 5, p. 2-15, 2013.

REVERCHON E., DE MARCO I. Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 38, n. 2, p. 146-166, 2006.

SALGADO, A. P. S. P.; SCHMIDT, P. A.; FRAGA, A. C.; CASTRO, D. P. **Rendimento de óleos fixos de sementes de algodão (*Gossypium hirsutum*) e sua caracterização química**. 2007.

SANTOS, M. A. C. **Extração, caracterização e avaliação dos potenciais antioxidante e inibidor da enzima acetilcolinesterase de óleos essenciais das espécies presentes no hortoflorestal do CES/UFCG**. 2014, 18f, Programa Institucional Voluntário de Iniciação Científica (PIVIC) – Universidade Federal de Campina Grande, 2014.

SILVA, C. M. M.; PIRES, I. E.; SILVA, H. D. **Variação fenotípica dos frutos do umbuzeiro**. Petrolina: EMBRAPA/CPATSA, 1980.

SIMÕES, C. M. O. et al. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 5. ed. Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS e UFSC, p. 315, 221-224, 2003.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B. **Química Orgânica – V. 2**. 8ª edição – Rio de Janeiro: LTC. 2006, 542p.

SOUSA, V. R. de. **Extração e Caracterização de Óleo de Sementes de Frutos**, 2012, 62f. Dissertação (Mestrado Tecnologia de Alimentos) - Instituto Superior de Engenharia, Universidade do Algarve, 2012.

STEFFENS, A. H. **Estudo da composição química dos óleos essenciais obtidos por destilação por arraste a vapor em escala laboratorial e industrial**. 2010, 12fs. Dissertação (Mestrado). Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010. *Trends in Food Science and Technology*, Cambridge, v. 8, n. 6, p. 198-203, 1997.

VIEIRA, P. A. F.; QUEIROZ J. H.; VIEIRA, B. C.; MENDES, F. Q.; BARBOSA, A. A.; MULLER, E. S.; SANT'ANA, R. C. O.; MORAES, G. H. K. Caracterização química do resíduo do processamento agroindustrial da manga (*Mangifera indica* L.) Var. UBÁ. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara. v. 20, n. 4, p. 617-623, 2009.

WOLFFENBUTTEL, A. N. Óleos essenciais. **Informativo CRQ-V**, ano XI, n. 105 v. 6, p. 06-07 2007.