

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

RAYANNA UCHÔA GOMES

Produção do óleo da semente de Nim (*Azadirachta indica*) na mesorregião do sertão alagoano: efeito da secagem e do método de extração.

Maceió-AL
2019

RAYANNA UCHÔA GOMES

Produção do óleo da semente de Nim (*Azadirachta indica*) na mesorregião do sertão alagoano: efeito da secagem e do método de extração.

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. João Inácio Soletti.

Maceió- AL
2019

Catálogo na fonte
Universidade Federal de Alagoas
Biblioteca Central

Bibliotecário: Marcelino de Carvalho

G633 Gomes, Rayanna Uchôa.

Produção do óleo da semente de nim (*Azadirachta indica*) na mesorregião do sertão Alagoano: efeito da secagem e do método de extração / Rayanna Uchôa Gomes. – 2019.
120 f. : il.

Orientador: João Inácio Soletti.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Alagoas. Centro de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Maceió, 2019.

Bibliografia: f. 109-117.

Apêndice: f. 118-120.

1. Olho d'aguinha (Delmiro Gouveia, AL). 2. Alagoas - Sertões. 3. Óleo de Nim - Tratamento farmacológico. 4. Óleos vegetais. 5. Extração (Química). I. Título.

CDU: 665.3

Rayanna Uchôa Gomes

“Produção do óleo da semente de nim (*Azadirachta indica*) na mesorregião do sertão alagoano: efeito da secagem e do método de extração”

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Alagoas, como requisito para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia Química.

Aprovada em: Maceió, 14 de Março de 2019.

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. João Inácio Soletti (Orientador – PPGEQ/UFAL)



Prof.ª Dr.ª Sandra Helena Vieira de Carvalho (PPGEQ/UFAL)



Prof.ª Dr.ª Melissa Gurgel Adeodato Vieira (UNICAMP)



AGRADECIMENTOS

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química (PPGEQ) pela oportunidade concedida, pela gratuidade e experiência vivida durante esses 2 anos.

Ao meu pai, Raimundo Nonato Gomes Junior, idealizador e apoiador desse projeto, sem o qual o mesmo não existiria. Seu esforço e orientação me guiaram durante toda a execução com valiosos estímulos e sugestões.

Ao meu orientador, João Inácio Soletti, pelo apoio, orientação, incentivo, confiança e por ter aceitado o desafio de embarcar nessa ideia com tanto empenho.

Aos professores da Universidade Federal de Alagoas (UFAL) pelos saberes que me foram transmitidos e pelos interesses e esforços em prol da pesquisa e do crescimento acadêmico da instituição.

Aos colegas Erick Johnney e Nataniely pela cooperação, ajuda e disponibilidade de tempo com a realização dos procedimentos experimentais.

Ao Laboratório de Otimização e Controle de Processos (LASSOP) pelo espaço concedido.

Ao Instituto Federal de Alagoas Campus Satuba (IFAL) pelo espaço e reagentes concedidos para análises do óleo.

Aos membros da banca examinadora pela apreciações e considerações feitas, contribuindo com o enriquecimento desse trabalho.

À minha família, sem a qual eu nada seria e, pela qual, tenho vida. Ela é meu início, meio e fim.

RESUMO

A planta indiana *Azadirachta indica*, conhecida popularmente como Nim indiano, produz uma semente com elevado teor de óleo de usos múltiplos e de alto valor. Atualmente, está presente em, aproximadamente, 70 hectares do povoado Olho d'Águinha, pertencente ao município de Delmiro Gouveia. No entanto, não tem sido aproveitada por dificuldades dos produtores em relação aos processos de beneficiamento da semente na extração do óleo. Diante do cenário regional encontrado, tendo como iniciativa a necessidade do aproveitamento das sementes, é viável a otimização do processo de obtenção do óleo, dispendo como fator de impacto a geração de emprego, renda e qualidade de vida para os moradores da região. A coleta dos frutos foi feita no povoado Olho d'Águinha sendo, posteriormente, avaliado o estágio de maturação no momento da colheita que garantisse maior teor de óleo. As sementes foram submetidas à secagem em diferentes pré-tratamentos (com polpa; sem polpa; sem polpa e triturada) e temperaturas (50; 60; 70; 80; 90 e 100°C). Cada tratamento foi avaliado quanto ao impacto no teor de óleo obtido. A qualidade do óleo foi determinada por meio das análises de acidez, iodo e saponificação. O melhor estágio de maturação para a colheita dos frutos pelo agricultor foi definida no intervalo de 40-60% de maturação. O modelo matemático que melhor se ajustou aos dados experimentais de secagem foi o Page. O pré-tratamento e a temperatura ótima foram determinadas por extração mecânica utilizando sementes sem polpa e trituradas secas à 70°C. Nessas condições, a média do teor de óleo foi de 21,66%. Para as sementes secas no povoado Olho D'Águinha, o maior rendimento também foi encontrado quando os frutos foram despulpados e triturados. A média do teor de óleo encontrado foi de 11,61%. Os valores de índice de acidez (25,85 mg KOH/g) e índice de saponificação (242,82 mg KOH/g) estiveram dentro do espectro de valores já citados pela literatura. O índice de iodo (31,03 cg de I₂/g) esteve abaixo da média.

Palavras-chave: Otimização; Processo; Óleo; Nim; Olho d'Águinha.

ABSTRACT

The Indian plant *Azadirachta indica*, popularly known as Indian Nim, produces a high-oil, high-value seed. Currently, it is present in approximately 70 hectares of the town of Olho d'Águinha, belonging to the municipality of Delmiro Gouveia. However, it has not been taken advantage of by difficulties of the producers in relation to the processes of beneficiation of the seed in the extraction of the oil. In view of the regional scenario found, it is feasible to optimize the process of obtaining the oil, taking as an impact factor the generation of employment, income and quality of life for the residents of the region. The fruits were collected in Olho d'Águinha village, and the maturation stage at the time of harvesting was then evaluated to guarantee a higher oil content. The seeds were submitted to drying in different pre-treatments (with pulp, without pulp, without pulp and comminuted) and at temperatures (50, 60, 70, 80, 90 and 100°C). Each treatment was evaluated for impact on oil content. The quality of the oil was determined by acidity, iodine and saponification analyzes. The best stage of maturation for the harvest of the fruits by the farmer was defined in the range of 40-60% maturation. The mathematical model that best fit the experimental data of drying was the Page. Pretreatment and optimum temperature were determined by mechanical extraction using seeds without pulp and dried triturated at 70°C. Under these conditions, the average oil content was 21.66%. For the dried seeds in Olho D'Águinha village, the highest yield was also found when the fruits were pulped and crushed. The average oil content was 11.61%. The values of acidity index (25.85 mg KOH / g) and saponification index (242.82 mg KOH / g) were within the range of values already mentioned in the literature. The iodine content (31.03 g of I₂ / g) was below average.

.Keywords: Optimization; Process; Oil; Nim; Olho d'Águinha.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-	Nim a) Fruto; b) Folha; c)Flor.....	26
Figura 2-	Estrutura química da Azadiractina.....	32
Figura 3-	Distribuição da umidade em a) sólidos não porosos e em b) sólido porosos.....	47
Figura 4-	Processo de extração de óleo da semente de oliva em Marrocos no ano de 2011: a) Moagem com roda de pedra sendo movida por tração animal; b) filtros feitos da palha de tamareira; c) Escoamento do óleo depois de filtrado.....	53
Figura 5-	Limites territoriais do município de Delmiro Gouveia.....	59
Figura 6-	a) Frutos de Nim nos cachos em Delmiro Gouveia; b) Sacolas plásticas com os frutos após classificação; c) Sacola enumerada segundo a porcentagem de amadurecimento com frutos verdes e maduros.....	64
Figura 7-	a) Peneira utilizada para realizar o despulpamento em água corrente dos frutos de Nim; b) Sementes após lavadas e despulpadas.....	66
Figura 8-	a) Balança Determinadora de Umidade Infravermelho-Marte-ID50 utilizada para secagem das sementes; b) Sementes em prato de alumínio durante o processo de secagem.....	67
Figura 9-	Sementes de Nim trituradas em pilão após o processo de secagem.....	68
Figura 10-	Extração por solvente das sementes de Nim: a) Sementes secas e papeis de filtro utilizados para a extração; b) Balões com solvente e óleo de Nim durante processo de extração.....	68
Figura 11-	a) Prensa hidráulica por batelada.....	71
Figura 12-	Sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas expostas em lonas para secagem no povoado Olho d'Águinha.....	73
Figura 13-	Pilão utilizado para triturar as sementes no povoado Olho d'Águinha.....	73
Figura 14-	a) Prensa mecânica durante extração do óleo; b) Torta (Subproduto da prensagem).....	97

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1-	Curva de secagem típica em condições constantes de secagem; teor de umidade em função do tempo.....	44
Gráfico 2-	Curva da taxa de secagem típica em condições constantes de secagem; taxa (velocidade) de secagem em função do teor de umidade.....	44
Gráfico 3-	Diagrama de caixas do teor de óleo em função do estágio de maturação.....	76
Gráfico 4-	Dados de secagem das sementes com polpa nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C - umidade adimensional em função do tempo (min).....	81
Gráfico 5-	Dados de secagem das sementes sem polpa nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C - umidade adimensional em função do tempo (min).....	82
Gráfico 6-	Dados de secagem das sementes sem polpa e triturada nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C - umidade adimensional em função do tempo (min).....	83
Gráfico 7-	Dispersão dos resíduos em função do tempo para o modelo Page (a) e Exponencial Simples (b) na secagem das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C.....	89
Gráfico 8-	Dispersão dos resíduos em função da razão de umidade estimada para o modelo Page (a) e Exponencial Simples (b) na secagem das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C.....	89
Gráfico 9-	Valores experimentais e estimados de RU para o modelo Page (a) e Exponencial Simples (b) na secagem das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C.....	90
Gráfico 10-	Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim com polpa em função da temperatura de secagem após extração mecânica.....	94
Gráfico 11-	Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim sem polpa em função da temperatura de secagem após extração mecânica.....	94

Gráfico 12-	Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim sem polpa e trituradas em função da temperatura de secagem após extração mecânica.....	95
Gráfico 13-	Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.....	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 1-	Altura média das plantas de Nim aos 12 e 24 meses de idade na região de Petrolina-PE.....	31
Tabela 2-	Classificação das amostras em diferentes estágios de maturação.....	65
Tabela 3-	Tipos de pré-tratamento e temperaturas de secagem aplicadas nos frutos de Nim.....	70
Tabela 4-	Teor de óleo das amostras em cada estágio de maturação.....	75
Tabela 5-	Estatísticas descritivas dos dados de teor de óleo para cada estágio de maturação.....	75
Tabela 6-	Teor de óleo das sementes de Nim em função dos cinco estágios de maturação.....	77
Tabela 7-	Análise de variância (ANAVA) do teor de óleo das sementes de Nim em função dos cinco estágios de maturação.....	78
Tabela 8-	Teste de Tukey para o teor de óleo das sementes de Nim em função dos estágios de maturação.....	79
Tabela 9-	Tempo de secagem (h) das sementes com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas de 50, 60, 70, 80, 90 e 100° C.....	84
Tabela 10-	Coeficiente de determinação (R^2), raiz do erro quadrático médio (REQM), erro médio relativo (P) e chi-quadrado reduzido (χ^2) das sementes de Nim nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C em diferentes pré-tratamentos, segundo os modelos de Lewis e Page.....	85
Tabela 11-	Coeficiente de determinação (R^2), raiz do erro quadrático médio (REQM), erro médio relativo (P) e chi-quadrado reduzido (χ^2) das sementes de Nim nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C em diferentes pré-tratamentos, segundo os modelos de Henderson e Pabis e Modelo Exponencial Simples.....	86
Tabela 12-	Coeficiente de determinação (R^2), raiz do erro quadrático médio (REQM), erro médio relativo (P) e chi-quadrado reduzido (χ^2) das sementes de Nim nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C em diferentes pré-tratamentos, segundo o Modelo Exponencial Duplo e Midilli.....	87

Tabela 13-	Coeficientes do modelo Page para se calcular a razão de umidade (RU) das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C.....	91
Tabela 14-	Teor de óleo das amostras das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C após extração mecânica.....	92
Tabela 15-	Estatística descritiva dos dados de teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C após extração mecânica.....	93
Tabela 16-	Análise de variância (ANAVA) do teor de óleo das sementes de Nim em diferentes pré-tratamentos (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C após extração mecânica.....	98
Tabela 17-	Análise de variância do efeito das temperaturas (50; 60; 70; 80; 90 e 100°C) nos diversos pré-tratamentos das sementes (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) após extração mecânica.....	99
Tabela 18-	Efeito das temperaturas (60; 70; 80 e 90°C) nos diversos pré-tratamentos das sementes (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) após extração mecânica.....	100
Tabela 19-	Teor de óleo das amostras das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.....	101
Tabela 20-	Estatística descritiva dos dados de teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.....	101
Tabela 21-	Análise de variância (ANAVA) do teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.....	103
Tabela 22-	Efeito dos pré-tratamentos das sementes (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) secas no povoado Olho d'Águinha.....	103
Tabela 23-	Propriedades físico-químicas do óleo bruto de Nim.....	104

LISTA DE SIGLAS, ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
EPA	Environment Protection Agency
OPAS	Organização Pan-Americana de Saúde
IAPAR	Instituto Agrônômico do Paraná
LIFAL	Laboratório Industrial e Farmacêutico de Alagoas
DAP	Diâmetro à altura do peito
X(b.u.)	Umidade de base úmida
X(b.s.)	Umidade de base seca
Xt	Umidade da amostra no tempo t
Mi	Massa inicial
Mf	Massa final
X	Água livre por kg de sólido seco
X*	Umidade em equilíbrio
R	Velocidade de secagem
Ls	Massa de sólido seco
A	Área de superfície do sólido exposto
K	Constante de secagem
Xo	Umidade inicial
RU	Razão de umidade
AOAC	Métodos Oficiais de Análise Química
RE	Extensas de Regossolos
PL/SS	Planossolos e Solonetz Solodizados

LV	Latosolos Vermelhos-Amarelos
PV	Podzólicos Vermelho-Amarelos
NC	Brunos Não Cálcicos
AQ	Areias Quartzosas
PIB	Produto Interno Bruto
IDHM	Índice de Desenvolvimento Humano Municipal
LASSOP	Laboratório de Otimização e Controle de Processos
UFAL	Universidade Federal de Alagoas
T.O.	Teor de óleo
DIC	Delineamento Inteiramente Casualizado
ANAVA	Análise de variância
Mo	Massa de óleo
AOCS	American Oil Chemists' Society
GL	Número de graus de liberdade
SQ	Soma de quadrados
QM	Quadrado médio
F	Valor calculado do teste F
T	Números de tratamentos
r	Número de repetições do experimento
q	Valor da amplitude total estudentizada no nível de 5% de probabilidade
s	Estimativa do desvio padrão do erro experimental
R ²	Coefficiente de determinação
REQM	Raiz do erro quadrático médio
P	Erro médio relativo

χ^2	Chi-quadrado reduzido
n	Coeficiente n do modelo Page

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	19
2	OBJETIVOS.....	23
2.1	Objetivo geral.....	23
2.2	Objetivos específicos.....	23
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	24
3.1	O Nim: Caraterísticas e Aplicações.....	24
3.1.1	O Nim indiano.....	24
3.1.2	Características morfológicas e fenológicas.....	25
3.1.3	Clima e solo.....	27
3.1.4	Produtividade.....	28
3.1.5	Mercado de produtos do Nim.....	29
3.1.6	Tratos culturais – Formigas e plantas daninhas.....	30
3.1.7	Crescimento.....	31
3.1.8	Aplicação no controle de pragas.....	32
3.1.9	Aplicação na pecuária e veterinária.....	34
3.1.10	Aplicação na agricultura.....	34
3.1.11	Aplicação na biorremediação.....	35
3.1.12	Aplicação na indústria têxtil.....	36
3.1.13	Aplicação cosmetológica.....	36
3.1.14	Aplicação madeireira.....	36
3.1.15	Aplicação medicinal.....	37

3.1.16	Toxicologia.....	39
3.2	Processos de geração do óleo de Nim.....	39
3.3	Etapas do processo de geração do óleo de Nim.....	40
3.3.1	Colheita dos frutos.....	40
3.3.2	Limpeza e despulpamento dos frutos.....	40
3.3.3	Secagem das sementes.....	41
3.3.3.1	Umidade.....	41
3.3.3.2	Secagem.....	42
3.3.3.3	Taxa de secagem em sólido porosos e não porosos.....	46
3.3.3.4	Modelos de secagem.....	47
3.3.3.5	Parâmetros estatísticos.....	49
3.3.3.6	Métodos de secagem.....	50
3.3.3.7	Procedimento de secagem.....	52
3.3.4	Extração do óleo.....	52
3.3.4.1	Extração mecânica.....	52
3.3.4.2	Extração por solvente.....	55
3.3.4.3	Procedimento de extração.....	56
3.3.5	Análises físico-químicas.....	56
3.3.5.1	Procedimento pós-extração.....	57
3.4	Região de plantio do Nim.....	58
3.4.1	Caracterização da área de estudo: povoado de Olho d'Águinha – zona rural - Delmiro Gouveia-AL.....	58
3.4.1.1	Características físicas e biológicas.....	59

3.4.1.2	Aspectos Socioeconômicos.....	61
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	63
4.1	Matéria-prima.....	63
4.2	Comparativo do teor de óleo presente nas sementes colhidas em diferentes estágios de maturação.....	63
4.2.1	Coleta dos frutos.....	63
4.2.2	Despolpamento dos frutos.....	65
4.2.3	Secagem das sementes.....	66
4.2.4	Extração do óleo da semente por solvente orgânico.....	67
4.2.5	Análise estatística dos dados.....	69
4.3	Estudo da secagem e construção das curvas cinéticas.....	69
4.3.1	Coleta e secagem dos frutos.....	69
4.3.2	Construção das curvas cinéticas.....	70
4.3.3	Extração mecânica das sementes.....	71
4.3.4	Análise estatística dos dados.....	72
4.4	Pré-tratamento e secagem das sementes no povoado Olho d'Águinha.....	72
4.4.1	Coleta das sementes.....	72
4.4.2	Escolha do local para secagem das sementes.....	72
4.4.3	Extração mecânica das sementes.....	73
4.4.4	Análise estatística dos dados.....	74
4.5	Análises físico-químicas.....	74
4.5.1	Ácidos graxos livres.....	74

4.5.2	Índice de Iodo.....	74
4.5.3	Índice de saponificação.....	74
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	75
5.1	Comparativo do teor de óleo presente nas sementes colhidas em diferentes estágios de maturação.....	75
5.2	Estudo da secagem e construção das curvas cinéticas.....	80
5.2.1	Construção das curvas cinéticas.....	84
5.2.2	Extração mecânica das sementes.....	92
5.3	Pré-tratamento e secagem das sementes no povoado Olho d'Águinha.....	101
5.4	Análises físico-químicas: ácidos graxos livres, índice de saponificação e índice de iodo.....	104
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	106
7	PERSPECTIVAS DE NOVOS TRABALHOS.....	108
	REFERÊNCIAS.....	109
	APÊNDICE A- Umidade adimensional para cada temperatura e pré-tratamento.....	118

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da sociedade humana sempre esteve ligado à produção de alimentos. A Revolução Industrial já apontava para um melhoramento na produção frente ao aumento da população, principalmente em áreas urbanas (PEDLOWSKI et al., 2006).

Até a década de 50, o crescimento na produção agrícola acontecia, basicamente, devido ao aumento de área plantada. Já em meados da década de 60, a modernização na agricultura através do uso de máquinas, adubos, defensivos agrícolas passaram a ser fatores fundamentais no aumento de produção. A partir da década de 70, segundo dados da Fundação Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística-IBGE, o uso de adubos químicos intensificou, havendo um aumento de cerca de 1.380%, entre 1965 e 1980. O mesmo aconteceu com a utilização de defensivos agrícolas com um aumento de 377% no mesmo período. De acordo com o Sindicato das indústrias de Adubos e Corretivos de Estado de São Paulo, o defensivo que mais cresceu em uso foram os herbicidas com incremento de 8.000% (AGRA e SANTOS, 2001).

São considerados defensivos agrícolas, segundo *Food and Agriculture Organization (FAO)*, qualquer substância ou misturas de substâncias utilizadas para prevenir, destruir e controlar qualquer praga. Os agrotóxicos incluem inseticidas (controle de insetos), fungicidas (controle de fungos), herbicidas (combate às plantas invasoras), fumigantes (combate às bactérias do solo), algicida (combate a algas), avicidas (combate a aves), nematicidas (combate aos nematoides), moluscicidas (combate aos moluscos), acaricidas (combate aos ácaros), além de reguladores de crescimento, desfoliantes (combate às folhas indesejadas) e dissecantes (BRAIBANTE e ZAPPE, 2012).

Vários compostos fazem parte do grupo dos agrotóxicos, entre eles: organoclorados, organofosforados, carbamatos, clorofenoxiácidos, triazinas e glifosato (MAZONI, 2008).

Os estudos que evidenciam os impactos socioambientais decorrentes do uso indiscriminado de defensivos agrícolas não foram bem difundidos pelo mundo, principalmente nas regiões tropicais que buscavam aumentar sua produção de frutas e legumes e as pragas são mais fáceis em se propagar (PEDLOWSKI et al., 2006).

A alta toxicidade dos produtos químicos juntamente à falta de informações quanto à manipulação e riscos à saúde por grande parte dos agricultores têm sido responsáveis pelo grau de contaminação e consequentes problemas de saúde (PEDLOWSKI et al., 2006).

O uso em excesso de defensivos afetou não somente as pragas, mas diversos organismos vivos. Entre as diversas consequências estão a contaminação dos recursos hídricos, quebra da matéria orgânica, interferência da respiração dos solos, o desequilíbrio biológico entre presa e

predadores. Além disso outra problemática preocupante é a resistências das pragas aos aditivos (AGRA e SANTOS, 2001; PEDLOWSKI et al., 2006).

Em geral, as propriedades utilizam os compostos químicos, mesmo sem a presença das pragas na lavoura, como uma ação preventiva. Contudo, essa forma de uso não é sugerida pela maioria das pesquisas, indicando a aplicação somente a partir de níveis de infecção de pragas que podem danificar a produção. Essa maneira de manipular aditivos químicos é uma das causas para a forte resistência de pragas de insetos, além de gerar um custo dispensável (JADEJA, MAHESHWARIB e NAIKA, 2011; BITTENCOURT, 2006; EMBRAPA, 2012).

Em 1988 no E.P.A (Environment Protection Agency), já existiam 50.000 produtos químicos registrados para serem utilizados na agricultura, devido à rapidez no surgimento de novas variedades de insetos diante da ação dos aditivos (GARCIA, 2010).

O Manual de Vigilância da Saúde de Populações Expostas a Agrotóxicos, produzido pela Organização Pan-Americana de Saúde (OPAS, 1996) divide os danos causados pelo uso dos aditivos em três tipos de intoxicação: aguda, subaguda e crônica. Os efeitos crônicos são os mais difíceis de se diagnosticar pois podem surgir em torno de 15 a 30 anos depois com o surgimento de um câncer, defeitos de nascimento e danos no sistema nervoso (PEDLOWSKI et al, 2006).

Nos últimos anos, tem se observado uma rejeição ao uso de produtos alimentícios que foram submetidos a essas substâncias e uma forte tendência para o consumo de produtos denominados “orgânicos” (MAZONI, 2008).

Orgânico é um termo que certifica que o produto foi gerado atendendo as normas específicas de produção orgânica que não permite o uso de quaisquer agroquímicos. No Brasil, o sistema orgânico de produção é regulamentado pela Lei Federal nº 10.831 de 23 de dezembro de 2003, contendo normas disciplinares para produção, tipificação, processamento, envase, distribuição, identificação e certificação da qualidade dos produtos orgânicos, sejam de origem animal ou vegetal (BORGUINI e TORRES, 2006).

O uso de inseticidas botânicos é um meio barato, no alcance de produtores e que pode eliminar riscos de prejuízos e problemas de saúde. As características biodegradáveis e ausência de toxicidade incentivam a demanda crescente por produtos mais seguros, livres de químicos e 'ecologicamente corretos' no manejo de produção (BITTENCOURT, 2006).

Extratos e óleos de planta têm sido um potencial meio para o controle de pragas sem fazer uso de agro-químicos sintéticos. O Nim (*Azadirachta indica* A. Juss), planta indiana da família Meliaceae, vem liderando como a mais indicada e utilizada para esse fim (JADEJA, MAHESHWARIB e NAIKA, 2011; BITTENCOURT, 2006; BAPTISTUSSI, 2010).

Conhecida como Margosa, o Nim foi introduzido no Brasil em 1986 com sementes originárias das Filipinas pelo Instituto Agrônomo do Paraná (IAPAR) com o fim de estudar a atividade inseticida da planta. Mais tarde, as sementes passaram a ser cultivadas em diversas regiões no Brasil incluindo o Nordeste, Centro-oeste e Sul do país (BITTENCOURT, 2006).

A planta possui diversos compostos biologicamente ativos tais como Azadiractina, Nimbina, Salanina, Azadirachtol, Nimbidina, Gedunida e outros. São tais compostos, em especial a Azadiractina, que são encontrados em maior concentração nas sementes do fruto. As diferenças de concentração e composição são causadas por condições ambientais, fatores genéticos e tratamento durante o processamento (JADEJA, MAHESHWARIB e NAIKA, 2011; MAZONI, 2008).

O Nim tem atraído a atenção devido ao seu amplo campo de atuações. Por apresentar atividade inseticida contra cerca de 430 espécies de pragas, incluindo insetos, nematóides, fungos, bactérias e até vírus, o Nim vem sendo utilizado no controle de diversas espécies como inseticida, fungicida, nematicida, herbicida natural e no tratamento das mais variadas doenças. Dentre as enfermidades possíveis de tratamento com a planta estão: hanseníase, problemas intestinais, desordens respiratórias, constipação, reumatismo, sífilis crônica, úlceras, infecções de pele e escabiose (SOUZA FILHO et al., 2009; JADEJA, MAHESHWARIB e NAIKA, 2011; BITTENCOURT, 2006).

O cultivo do Nim em regiões tropicais é ideal para um crescimento adequado, resistindo a longos períodos de estiagem e a solos pedregosos, pouco profundos e de baixo teor de nutrientes (IBGE, 2017).

A região de Delmiro Gouveia no estado de Alagoas está localizada na Mesorregião do Sertão Alagoano e é característica de clima semi-árido, seco e quente. Os solos são pouco profundos e com baixo teor de matéria orgânica. A cidade se destaca no setor agropecuário, com ênfase na produção de feijão e milho e na criação de caprino, equino, ovino e suíno (IBGE, 2017).

O governo do estado de Alagoas em 2007 deu início a um projeto visando à produção de medicamentos utilizando o Nim com o apoio do Laboratório Industrial e Farmacêutico de Alagoas (LIFAL). Para que fosse possível a realização do projeto, foi cultivado no povoado de Olho d'Águinha, em Delmiro Gouveia, um núcleo de mudas com 70 hectares de Nim. Sendo considerada uma das maiores áreas plantadas do Nordeste (GAZETA DE ALAGOAS, 2015).

Com o fim do LIFAL, a região cultivada pelo Nim não tem sido aproveitada por dificuldades dos produtores em relação aos processos de beneficiamento da semente e extração do óleo e hoje é apenas um cenário verde e agradável em meio a caatinga.

Face à problemática ambiental no uso de agrotóxicos sintéticos para o controle de pragas e doenças e a existência de uma grande área de plantação de Nim sem aproveitamento diante de um mercado consumidor agropecuário na cidade de Delmiro Gouveia, o projeto empreendido nessa dissertação propõe contribuir com informações sobre as etapas do processo de produção do óleo de Nim, produto de maior valor agregado, visando ao aproveitamento das condições ambientais que a região do Sertão oferece, visualizando a necessidade dos pequenos e médios produtores do Povoado e propondo um processo simples, de fácil operação e que reduza o preço do produto que já é comercializado no mercado.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Desenvolver um processo de produção de óleo de Nim, direcionado aos pequenos e médios produtores do povoado Olho d'Águinha, que faça uso dos benefícios da região.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos desse trabalho foram:

- ✓ Determinar o estágio de maturação dos frutos de Nim a serem colhidos que garantam maior teor de óleo;
- ✓ Avaliar o efeito da temperatura e do pré-tratamento da semente nos perfis de umidade e curvas cinéticas de secagem;
- ✓ Avaliar o efeito da temperatura e do pré-tratamento na extração mecânica do óleo;
- ✓ Avaliar o efeito do pré-tratamento das sementes secas no povoado Olho d'Águinha na extração mecânica do óleo;
- ✓ Caracterizar o óleo bruto quanto aos ácidos graxos livres, índice de iodo e índice de saponificação.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 O Nim: Características e aplicações

3.1.1 O Nim indiano

Azadirachta indica A. Juss, também conhecida popularmente como Nim, é uma planta pertencente à família *Meliaceae*. A real idade do Nim não é certa, contudo há relatos de uma folha de Nim fossilizada que foi encontrada em uma caverna no período Eoceno em Rajastham, Índia. Contudo, existem outros autores que atribuem a origem do Nim a regiões áridas da Índia, Paquistão, Sri Lanka, Malásia, Indonésia, Tailândia e Burma (EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY, 2017; BITTENCOURT, 2006).

No oriente, a planta funcionava nas áreas da medicina no tratamento de inflamações, infecções virais, hipertensão e febre, também usada como repelente, material para construção, combustível, lubrificantes e adubos. Em países como Índia, China, EUA, França, Alemanha e Itália, o Nim ganhou enfoque importante devido ao seu potencial uso como pesticida herbáceo e quanto a prevenção e tratamento de doenças. Já é encontrado em cerca de 78 países no mundo e seus produtos são usados em 9 países adicionais (EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY, 2017; MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; NDE, BOLDOR e ASTETE, 2015).

Existem estimativas que apontam cerca de 64 a 91 milhões de árvores de Nim espalhadas pelo mundo, principalmente, no sul da Ásia e África Subssariana, chegando a produzir nessas regiões em torno de 0,7 a 3,2 e 1 a 4,6 milhões de toneladas de frutos por ano, respectivamente (NDE, BOLDOR e ASTETE, 2015).

Os benefícios presentes no Nim são gerados pelos compostos fitoquímicos, antioxidantes, flavonóides e demais substâncias (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

No Brasil, oficialmente, foi a fundação IAPAR nos anos de 1986 e 1989 que introduziram as primeiras sementes da planta no país originárias das Filipinas, Índia, Nicarágua e República Dominicana, sendo plantadas em Londrina, Paranaíba (PR), Jaboticabal (SP) e Brasília (DF) para avaliação de desenvolvimento. Depois de alguns anos, em 1993, foram realizados plantios experimentais na região do cerrado no estado de Goiás (EMBRAPA, 2009; BITTENCOURT, 2006).

Devido à facilidade de plantio e crescimento no campo, juntamente ao elevado potencial de uso, o Nim ganhou um forte incentivo comercial no país. Já no final dos anos 90, a planta era cultivada em vários estados (São Paulo, Minas Gerais, Pernambuco, Goiás, Bahia, Mato

Grosso, Tocantins, Pará e outros). No entanto, o cultivo não foi acompanhado de orientação técnica e pesquisa, sendo, no início do plantio, escassa as informações a respeito de características básicas como rendimento do fruto e o da madeira segundo seu uso final (como lenha ou serraria) (EMBRAPA, 2009; EMBRAPA, 2008).

Os ingredientes ativos do Nim estão presentes em todas as partes das árvores, desde folhas, sementes, casca e raiz. A lenha é de boa qualidade, com as folhas é possível fazer extratos aquosos e alcoólicos que substituem o uso de inseticidas sintéticos, reduzindo os custos na produção e a degradação ao meio ambiente. Das sementes, pode-se extrair o óleo que é utilizado na produção de inseticidas, fungicidas, xampu, sabonetes, pasta de dente e pomadas. O subproduto da extração do óleo (torta) é requisitado por floricultores e agricultores orgânicos funcionando como adubo e defensivo agrícola (EMBRAPA, 2009; EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY, 2017).

3.1.2 Características morfológicas e fenológicas

O Nim, no Brasil, apresenta uma copa densa de formato arredondado ou oval que pode chegar a 20 m de diâmetro. A altura da árvore pode chegar até 20 m com diâmetro à altura do peito (DAP) de no máximo 40 cm. O tronco é curto variando entre 2 e 3 m de altura do chão e a casca que o cobre é fissurada na cor cinza escuro com espessura em torno de 1 cm (EMBRAPA, 2008).

O Nim é uma árvore perenifólia, ou seja, possui folhas durante todo o ano. Na seca, acontece dois fenômenos simultâneos, a queda e a brotação de novas folhas, de forma que ela nunca fica desnuda. As folhas são do tipo imparipenadas e de coloração verde-escura. As folhas do Nim são muito utilizadas, principalmente, devido à sua propriedade biocida advinda da presença do composto principal da planta, a Azadiractina (EMBRAPA, 2008).

As flores do Nim são brancas, pequenas, pentâmeras, hermafroditas, reunidas em inflorescências densas de cerca de 25 cm de comprimento. Exalam um perfume semelhante ao mel, o que atrai a presença de abelhas, morcegos e outros insetos (BITTENCOURT, 2006; MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

Os frutos são do tipo drupa, com 1,5 a 2,0 cm de comprimento, elipsóides, liso, com uma polpa doce envolvendo as sementes. Quando surgem, os frutos apresentam-se na cor verde-claro, e quando maduros, tornam para a cor amarela e tegumento branco contendo um óleo marrom no interior da semente (BITTENCOURT, 2006; MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

As raízes, do tipo pivotante longa, conseguem penetrar profundamente no solo através da raiz principal e das laterais auxiliares, facilitando a absorção de água e nutrientes, principalmente, em tempos de seca. O Nim é facilmente propagado tanto pela plantação da semente, mudas, árvores novas, e algumas vezes, pela brotação de raiz (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

Figura 1- Nim a) Fruto; b) Folha; c) Flor.

a)



b)



c)



Fonte: Autora, 2018.

Os períodos de floração e frutificação são determinados pelo clima e temperatura da região onde a árvore foi cultivada (BITTENCOURT, 2006).

De forma geral, as primeiras flores começam a surgir após cerca de 18 meses de idade e a formação de frutos se torna estável quando já passaram de 8 a 12 anos após sua plantação, podendo produzir até 50 kg de frutos por ano. Os 50 kg de frutos maduros, normalmente,

possuem cerca de 30 kg de sementes, dos quais é possível obter 6 kg de óleo e 24 kg de pasta (BITTENCOURT, 2006).

Geralmente, a frutificação ocorre apenas uma vez no ano, porém em condições locais favoráveis com temperaturas médias de 30°C e baixa precipitação é possível observar duas florações e duas frutificações. A primeira inicia entre julho e setembro, e a segunda florada no período de novembro a janeiro (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; EMBRAPA, 2008; EMBRAPA, 2003; BITTENCOURT, 2006).

3.1.3 Clima e solo

Na Índia, o Nim é encontrado em regiões de clima subtropical e de baixa altitude. A árvore também é adequada para regiões de clima tropical. A planta desenvolve-se bem em clima seco e temperaturas altas, porém é sensível ao frio. São consideradas boas e ótimas condições, seja qual for o objetivo do cultivo, plantações em regiões com temperatura média anual de 21 °C a 23 °C e ≥ 23 °C, respectivamente. Regiões no Brasil onde a temperatura média anual é inferior a 20 °C são consideradas inaptas para o cultivo de Nim (EMBRAPA, 2008; EMBRAPA, 2009).

A planta indiana pode ser cultivada em áreas com diferentes regimes de chuvas, desde que haja um período de seca bem definido (EMBRAPA, 2008). Segundo MARTINEZ (2002), a precipitação média para o bom desenvolvimento da planta é em torno de 800 mm a 1800 mm ao ano. No entanto, há plantações com bons rendimentos para a produção de frutos desde a região de Petrolina/PE e Juazeiro/BA com chuvas anuais de 600 mm e 7 meses de seca e também em Mogeiro/PB com chuvas de 432 mm/ano.

Especificamente para a produção de madeira, o cultivo de Nim é indicado para regiões com precipitações inferiores a 900 mm/ano. Para a produção de sementes e extração de óleo, que é a finalidade mais nobre do Nim, o clima seco e quente é o mais indicado (EMBRAPA, 2008).

No Brasil, os solos encontrados, naturalmente, apenas na região Nordeste são os mais apropriados para a plantação do Nim por apresentarem pH entre 5,5 e 7,0 com baixos teores de alumínio trocável, elevados teores de bases trocáveis e saturação de bases $> 50\%$. Em solos com pH $< 5,5$, é necessário corrigir a acidez com calagem ou gessagem devido à exigência de cálcio e fósforo (EMBRAPA, 2008).

Contudo, as características físicas podem ser mais comprometedoras que as químicas. A espécie resiste a solos muito secos e é prejudicada em solos encharcados. Uma plantação de

Nim na região de Timbaúba/PE obteve resultados satisfatórios com o cultivo em solos muito rasos e pedregosos, em relevo plano ou declivoso, sem encharcamento, com má distribuição de chuvas (550mm/ano a 1200 mm/ano). Um cultivo de Nim na região central de Tocantins em solos profundos, relevo plano, chuvas além de 1800 mm/ano, foi comprometido devido ao encharcamento do solo em algumas épocas do ano (EMBRAPA, 2008).

3.1.4 Produtividade

O maior interesse no cultivo de Nim está na produção de folhas, frutos e sementes, amplamente utilizados na agricultura, pecuária, cosmética e medicina.

As folhas do Nim são bastante úteis no meio rural. Geralmente, elas são obtidas como produto secundário já que sua produção é fácil e abundante devido a copa frondosa das árvores. Após secas, elas podem ser usadas como vermífugo para o gado bovino, ou também pode ser utilizado o extrato aquoso ou alcoólico para controle de pragas e na armazenagem dos grãos (EMBRAPA, 2008).

O objetivo mais nobre para o cultivo do Nim é a produção de frutos e sementes e tem como compartimento principal a copa da árvore (EMBRAPA, 2008). O princípio ativo mais importante é a Azadiractina. O conteúdo do óleo e suas moléculas ativas estão em maior concentração nas sementes e é por isso que é dada um enfoque maior para elas (MAZONI, 2008; EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY, 2017).

Através do isolamento da Azadiractina como inseticida natural, muitas pesquisas voltadas para as sementes aumentaram. A rota para síntese desse princípio ativo é bastante complexa, não sendo factível a sua produção sintética para o uso em inseticidas comerciais (MAZONI, 2008).

As diversas propriedades do Nim são usadas na confecção de sabão, pesticidas e produtos farmacêuticos. O Nim também possui propriedades antibacterianas, antifúngicas e medicinais (EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY, 2017; MAZONI, 2008).

No entanto, as práticas de cultivo das árvores quando frutíferas é diferente de quando o objetivo é a produção da madeira. São princípios próprios que devem ser estabelecidos tecnicamente para cada espécie. Para beneficiar o crescimento da copa das árvores, é necessário o plantio de forma que possibilite o crescimento livre com insolação por todos os lados, ou seja, espaçamento amplo e quadrado. Espaçamentos com distâncias menores que a ideal, causa fechamento prematuro de copas e prejudica o crescimento dos frutos (EMBRAPA, 2008).

O cultivo de Nim é favorecido em regiões quentes e de solos quimicamente ricos com pH neutro ou pouco ácido. Em virtude dessas condições, a produção direcionada para obtenção de madeira é relevante, principalmente em médias e pequenas propriedades (EMBRAPA, 2009).

A madeira do Nim pode ser utilizada para fabricação de móveis, da mesma forma que outras espécies (mogno, andiroba, cinamomo etc.). Contudo, devido a orientação do cultivo ser para o crescimento das copas, com troncos curtos menores que 2 m, o Nim serve apenas para o uso de lenha. No noroeste de São Paulo (Ibirá/ SP, no âmbito da Floresta Estacional Semidecidual), foi encontrada uma plantação rara de Nim voltada para a produção de madeira para serraria. O incremento médio anual não ultrapassou 21 m³/ha, que equivale à metade da produção esperada para uma floresta de Eucaliptos. Além da formação de frutos ser considerada muito baixa (EMBRAPA, 2009).

3.1.5 Mercado de produtos do Nim

A Índia produzia em 1965 em torno de 413 mil toneladas de sementes de Nim, das quais eram obtidas 83 mil toneladas de óleo e 330 mil toneladas da torta da semente, conhecida como 'neem cake'. Em 2006, a produção já era de 3,5 milhões de toneladas de semente ao ano, com potencial para a produção do óleo de Nim de 700 mil toneladas (BITTENCOURT, 2006).

Os Estados Unidos se destaca como grande importador das sementes de Nim que provém da Índia. Essa posição é justificada pelo uso da planta na produção de dois grandes produtos inseticidas patenteados nos EUA: Margosan-o e o Bioneem (BITTENCOURT, 2006).

Segundo BITTENCOURT (2006), diante do cenário onde o aumento da produtividade, através do uso de aditivos químicos, mecanização de mão de obra e melhoramento genético vem sendo questionado como gerador de riscos ambientais e a própria saúde, tendo em vista a qualidade da mercadoria obtida, vem estimulando o uso de produtos orgânicos.

O Nim tornou-se um dos principais insumos para o cultivo orgânico, devido ao seu potencial em auxiliar pequenos e médios produtores a obter uma fonte de renda alternativa na América Latina e no Brasil. A planta é um gerador de oportunidades de trabalho e renda através do cultivo e do processamento (NEEM FOUNDATION, 2019).

Uma árvore de Nim vive entre 100 e 200 anos, sendo possível utilizar para fins econômicos qualquer parte da planta. Com o valor obtido através da comercialização das partes da planta é possível recuperar todos os gastos com o plantio. A partir do segundo ano, a produção de Nim já gera um valor de receita considerável, quando é possível colher as folhas que serão utilizadas no controle de pragas, doenças de plantas e animais (EMBRAPA, 2012).

O quilograma da folha pode ser vendido por um valor variando entre R\$ 0,50 e R\$ 1,50 com produtividade constante a partir do quarto ano (aproximadamente 25 toneladas) (EMBRAPA, 2012).

O óleo que é obtido através da semente é utilizado para diversos fins. A torta (subproduto da prensagem das sementes) também é comercializada e complementa a renda do produtor. O preço do quilograma do fruto é vendido por até R\$ 2,00 (EMBRAPA, 2012).

A maior agregação de valor na cadeia produtiva do Nim está nos intermediários que seriam as indústrias de processamento primário. É nessa etapa que o óleo obtido das sementes é introduzido no mercado e onde há maior *markup* de comercialização dos produtos (EMBRAPA, 2008).

O mercado de produtos à base do Nim divide-se em três grandes nichos: produtos agrícolas (defensivos orgânicos), produtos para a pecuária (vermífugo) e de cosméticos e para a saúde humana. Contudo, é certo que a indústria de processamento primário fornece uma quantidade de produtos inferior a demanda, garantindo maiores preços (EMBRAPA, 2008).

O fornecimento das sementes de Nim em tempo hábil e de boa qualidade é essencial para uma comercialização bem sucedida. Instalações de extração de óleo podem ser utilizadas para produção de extratos brutos direcionadas para uso agropecuário. Para obter extratos voltados para a indústria farmacêutica e cosmética, os cuidados com a colheita, secagem, extração e armazenamento devem ser de alto padrão (NEEM FOUNDATION, 2019).

O valor no mercado atual do óleo de Nim puro, sem adição de qualquer substância após o processo de extração, direcionado para a aplicação agropecuária, varia em torno de R\$ 50,00 a R\$ 100,00 por litro. O preço do óleo puro direcionado para a indústria farmacêutica e cosmética, varia em torno de R\$ 200,00 a R\$ 500,00 por litro (OFERTAS AGRÍCOLAS, 2018; MUNDO DOS ÓLEOS, 2018; BIOSEMENTES, 2018; EBAY, 2018).

3.1.6 Tratos culturais – Formigas e plantas daninhas

Vários insetos já foram observados alimentando-se do Nim, contudo apenas causam danos leves. Com exceção das formigas-cortadeiras (*Acromyrmex* spp.) e saúvas (*Atta* spp.) que causam a desfolhagem das árvores e podem chegar a eliminar plantas jovens e gerar danos graves em plantas adultas. As formigas saúvas, após carregarem as folhas para dentro dos ninhos, cumprem em devolvê-los para a superfície, indicando possível toxicidade do Nim (EMBRAPA, 2008).

O controle eficaz pode ser realizado utilizando formicida granulado ou em pó, continuamente (EMBRAPA, 2008). A escolha da melhor formulação do produto em acordo com as condições ambientais, o estado do formigueiro e os equipamentos disponíveis determinarão a rapidez e sucesso do tratamento (BITTENCOURT, 2006).

O controle de ervas daninhas é feito com o uso de gradagem leve nas entrelinhas do plantio e uma capina manual. Esses recursos só são utilizados, quando necessário, após o 6º, 12º e 24º meses do plantio. Quando a planta já está bem desenvolvida, esses cuidados não são necessários devido ao fechamento das copas e o sombreamento que impede o desenvolvimento de vegetação rasteira. Quando não houver o fechamento das copas, o tratamento é necessário (BITTENCOURT, 2006).

3.1.7 Crescimento

O crescimento do Nim em cada região é dependente das condições de solo e clima e do genótipo da planta, sendo seu desenvolvimento lento em regiões com clima frio e elevadas altitudes (BITTENCOURT, 2006).

O Nim cresce, em média, de 10 a 20 cm ao ano. Na África, as plantas chegam a atingir 1,5 m em um ano e 2 m após dois anos (BITTENCOURT, 2006). KOUL, ISMAN e KETKAR (1990) mostraram que em Cuba, o Nim chega a uma altura de 14,2 m e diâmetro de 27 cm em oito anos.

EMBRAPA (1998) concluiu através de um estudo sobre o crescimento em altura das plantas do semiárido brasileiro que o desenvolvimento dessas foi superior ao crescimento do Nim em solos africanos considerados favoráveis para a produção do Nim. Dessa forma, é possível observar a aptidão em regiões do semiárido brasileiro, para a produção do Nim.

Tabela 1- Altura média das plantas de Nim aos 12 e 24 meses de idade na região de Petrolina-PE.

Espaçamento (m)	12 meses Altura (m)	24 meses Altura (m)
3 x 1	1,99	1,93
3 x 2	2,21	2,36
3 x 3	2,38	2,24
3 x 4	2,12	2,26
3 x 5	2,05	2,08
3 x 6	2,15	2,52

Fonte: BITTENCOURT, 2006.

3.1.8 Aplicação no controle de pragas

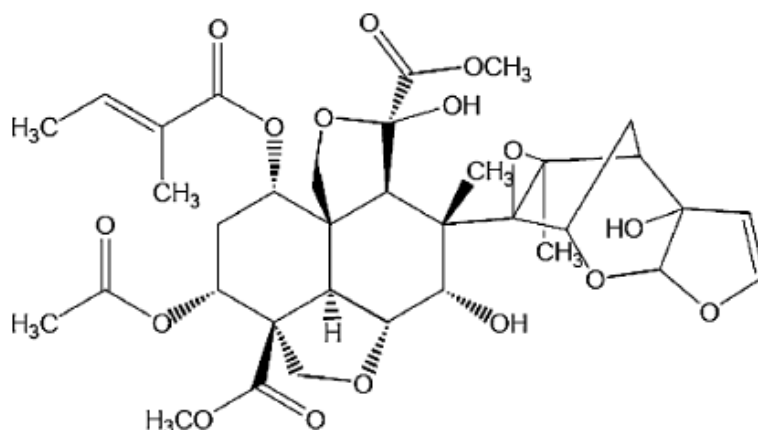
Para o controle de pragas em áreas de interesse econômico, geralmente, são utilizados produtos químicos sintéticos. Contudo, devido aos seus efeitos indesejáveis com o uso contínuo, como intoxicação e contaminação ambiental, além de elevar os custos da produção, há uma busca por meios alternativos naturais, eficientes e econômicos (EMBRAPA, 2008; BITTENCOURT, 2006).

A ação inseticida do Nim já é conhecida da Índia há mais de 2 mil anos, utilizando as folhas secas misturadas a grãos armazenados e entre as roupas para repelir os insetos (KOUL, ISMAN e KETKAR, 1990).

Os produtos biologicamente ativos presentes da planta são, em geral, limonóides com habilidade de bloquear atividades de pragas agrícolas, sendo a Azadiractina o principal composto de maior ação inseticida. Os frutos são a sua principal fonte, além da casca e folhas. A concentração de Azadiractina cresce com o amadurecimento da espécie e também no armazenamento, dependendo de alguns fatores como: modo de colheita, teor de umidade, presença de luz, temperatura e variações de pH. A maior quantidade de Azadiractina registrada já obtida foi de 10g/kg de semente (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; MAZONI, 2008). Segundo MAZONI (2008), a prensagem mecânica das sementes de Nim chegam a produzir no máximo 47% de rendimento de óleo contendo 10% de Azadiractina.

O princípio ativo possui um amplo espectro de atuação, não é tóxica ao homem e não agride ao meio ambiente, sendo considerada biodegradável (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; BITTENCOURT, 2006).

Figura 2- Estrutura química da Azadiractina.



Fonte: JADEJA, MAHESHWARIB e NAIKA, 2011.

O modo de aplicação, modo de ação, dosagem, formulações, manuseio, armazenamento, extratos feitos de diversas partes da árvore, condições ambientais e diversidade de insetos são variáveis que classificam os efeitos dos extratos de Nim em várias espécies de insetos (EMBRAPA, 2008).

Alguns insetos sofrem danos através de um efeito antialimentar (reduzindo o consumo de alimentos pelo inseto), anti-hormonal, efeito repelente de postura de ovos (inibindo a fêmea de depositar ovos), efeito regulador de crescimento, interferências em funções bioquímicas e fisiológicas, efeitos sobre a reprodução, e até mesmo, a morte. Segundo estudos realizados pelo IAPAR, as espécies mais facilmente afetadas pela ação do Nim foram as lagartas, pulgões, cigarrinhas e besouros mastigadores (MAZONI, 2008).

A planta também provoca resultados inseticidas contra nematóides, caramujos, crustáceos, viroses de plantas e fungos. Os compostos presentes também atuam de forma benéfica no crescimento de insetos que não prejudicam as plantações, como no caso das minhocas que são utilizadas para melhoramento de solos (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005;).

MURUGESAN e MURUGESH (2008) testaram dez extratos diferentes das folhas de Nim, extrato das folhas de *Calotropis gigantea*, extrato das folhas de *Lantana camara*, torta de Nim, óleo de Nim, *Nimbecidine*®, extrato das folhas de *Pongamia glabra*, extrato de folhas de *Prosopis juliflora* L., extrato de folhas de *Vitex negundo*, e extrato de alho (*Allium sativum*). O teste mostrou uma redução na população do besouro Hadda (*H. vigintioctopunctata*) entre 71,97 e 87,86% depois de três dias de pulverização, sendo o melhor resultado obtido com o uso do óleo de Nim.

O efeito inseticida de extratos de Nim também foi demonstrado reduzindo a postura, o desenvolvimento larval e pupal da mosca-das-frutas (*Anastrepha fraterculus*). As larvas morreram sem completar a ecdise, as pupas apresentaram mal formações e os adultos não conseguiram expandir suas asas (SALLES e RECH, 1999).

BLEICHER, GONÇALVES e SILVA (2007) estudaram a ação dos extratos de folhas, sementes de Nim e umas formulações à base de Azadiractina aplicados por pulverização sobre ninfas da mosca branca (*Bemisia tabaci*). A Azadiractina provocou uma redução de 98% na média de ninfas vivas, enquanto que as sementes de Nim causaram uma redução significativa. Os extratos de folhas não foram eficientes no controle das ninfas.

CARVALHO et al. (2008) comprovou a eficácia do uso do extrato de óleo de Nim no controle de artrópodes-pragas como os pulgões *Brevicoryne brassicae* e *Myzus persicae*.

VIANA e PRATES (2003) estudaram o efeito do extrato aquoso de folhas de Nim sobre o desenvolvimento e mortalidade de lagartas recém-eclodidas de *Spodoptera frugiperda* em folhas de milho, sendo a ação causadora de 100% de mortalidade e garantindo potencial controle das lagartas.

Outros estudos relatam sua ação contra mosquitos de diversos gêneros, dentre eles: *Aedes*, *Culex* e *Anopheles*. Um efeito repelente importante também está no controle de pragas durante a armazenagem de grãos. O óleo de Nim usado em tais casos tem demonstrado resultados (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

FORMENTINI, ALVES e SCHAPOVALOFF (2016) utilizaram um produto comercial à base de óleo de Nim em solução a 5% sobre umas das principais pragas da erva-mate (*Gyropsylla spegazziniana*). Os testes foram realizados em mudas pré e pós-infestação da praga. Foi verificado que os tratamentos via pulverização foram eficientes contra a praga, principalmente na aplicação pós-infecção, com 80% de mortalidade.

3.1.9 Aplicação na pecuária e veterinária

O Nim tem revelado ações contra a mosca-do-chifre, carrapatos, no controle de pulgas e piolhos, cicatrização e assepsia de ferimentos, cura da sarna e também como vermífugo (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

O uso da torta de Nim (subproduto da extração mecânica) como suplemento alimentar tem obtido resultados satisfatórios, com relação à economia e segurança, podendo até substituir as rações convencionais em determinados casos (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

A ração foi utilizada por RAO, KOWALE e VERMA (2003) na alimentação de cabras e os resultados obtidos através de testes sanguíneos indicaram uma diminuição lipídica e aumento de ácidos graxos insaturados, reduzindo níveis de colesterol sem alterar a qualidade da carne.

3.1.10 Aplicação na agricultura

Para obtenção do extrato e de soluções de óleo emulsionável, geralmente as folhas e sementes são moídas e em seguida colocadas em contato com algum solvente (água, álcool etc.). A técnica mais simples é realizar a extração utilizando água. Geralmente, essa mistura é deixada em repouso por cerca de 12 h e, posteriormente, é filtrada e pulverizada nas áreas desejadas. O

composto obtido tem sido aplicado no tratamento de insetos e outras pragas foliares (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; MAZONI, 2008).

Apenas a incorporação das folhas do Nim ao solo, sejam elas, secas ou frescas, tem reduzido a população de nematoides. Quanto maior a degradação, maior é sua ação no solo. Inclusive, plantações de tomate, berinjela, couve-flor quando cultivadas intercalando com plantações de Nim, tiveram por resultado uma redução significativa de nematoides (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

Os inseticidas vegetais, tais como outros naturais, possuem uma persistência limitada nas condições de campo. Alguns fatores como temperatura, luz ultravioleta, o pH nas partes das plantas tratadas e a chuva influenciam na ação inseticida do extrato à base de Nim devido a durabilidade do composto Azadiractina. O efeito residual do produto, dependendo desses fatores, varia de 5 a 7 dias, sendo necessário fazer novas aplicações após esse período de tempo (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; EMBRAPA, 2008).

O uso do extrato de Nim, através de pulverização foliar, em plantações de pimenta e tomate, diminuiu a incidência de doenças e foi possível obter produção de frutos mais saudáveis. O uso em cultivos de algodão também tem sido relevante, inclusive para aplicação em larga escala, devido a economia, eficiência e segurança (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

O efeito inibitório do óleo de Nim também sobre plantas daninhas foi estudado por SOUZA FILHO (2009). A germinação das sementes e o desenvolvimento da radícula das plantas do tipo malícia (*Mimosa pudica*) e mata-pasto (*Senna obtusifolia*) nas áreas de pastagens cultivadas foram os fatores mais inibidos pelo uso do óleo. Sendo notável que conforme maior concentração do óleo utilizado, maior era a inibição de tais plantas.

3.1.11 Aplicação na biorremediação

O Nim também tem sido utilizado na descoloração de corantes têxteis sintéticos através do uso dos resíduos da casca da planta, sendo rica em lignina e outros compostos fenólicos. A casca também tem demonstrado resultados quanto a absorção de metais pesados tóxicos presentes em lixo aquoso, tais como Cd^{+2} , Hg^{+2} e Cr^{+3} (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

Como alternativa ao uso do carvão ativado, pó de folhas de Nim tem sido utilizado na inibição da cor Verde Brilhante em soluções aquosas (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

3.1.12 Aplicação na indústria têxtil

Segundo EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY (2017), fibras de lã e seda foram pré-tratadas com o uso de óleo de Nim para melhorar o tingimento e a atividade antimicrobiana a fim de reduzir o odor e evitar a descoloração e formação de manchas nas fibras, aumentando a durabilidade e qualidade do tecido. Após tratadas com Nim, o tingimento dos tecidos com clorofila, corantes naturais de açafrão vermelho e amarelo atingiu maiores valores nos parâmetros de cor quando comparado com as amostras que não foram tratadas. Devido aos princípios ativos presentes no óleo do Nim, a morfologia da superfície das fibras de lã foi alterada. As modificações de aumento no diâmetro e inchaço das fibras condicionou uma maior penetração dos corantes no tecido.

A atividade antimicrobiana contra bactérias e fungos das amostras tratadas com óleo de Nim apresentou maior porcentagem de inibição que as não tratadas (EL-KHATIB, ALI e EL-MOHAMEDY, 2017).

3.1.13 Aplicação cosmetológica

O óleo de Nim também é utilizado na fabricação de xampu, condicionadores, óleos para cabelos, tônico capilar e unha, sabonetes, pasta dental e filtro solar (BITTENCOURT, 2006).

3.1.14 Aplicação madeireira

Da mesma família que o mogmo (*Swietenia macrophylla*) e do cedro-rosa (*Cedrela sp*), a madeira do Nim é bastante valorizada devido a sua alta qualidade. Em razão da forte resistência ao ataque de insetos, a madeira do Nim é usada em ambientes externos como postes de rede elétrica, palanques para cerca, vigas para a construção civil e móveis. Também há aplicação em batentes e portas, caixas e caixotes, lenha, carvão etc. (BITTENCOURT, 2006; MAZONI, 2008).

Segundo estudo de ARAÚJO, RODRIGUES e PAES (2000) a madeira do Nim também possui potencial energético.

3.1.15 Aplicação medicinal

O estudo do Nim em atividades farmacológicas e aplicações medicinais são realizadas pelo uso de diversas partes das plantas. Na Índia, a árvore já sendo usada devido a sua aplicabilidade médica há cerca de 2.000 anos.

Os componentes presentes no caule, folhas e frutos tem sido utilizados no tratamento de diversas doenças, inclusive o câncer. Segundo HAO et al. (2014), extratos de folhas, flores e frutos demonstraram efeitos quimiopreventivos e antitumorais em diferentes tipos de câncer. Como principais efeitos anticancerígenos dos componentes do Nim estão: inibição da proliferação celular, indução da morte celular, supressão da angiogênese do câncer, restauração do equilíbrio celular de redução/oxidação (redox) e aumento das respostas imunes do hospedeiro contra células tumorais. Os efeitos dos extratos de Nim também atuam sensibilizando as células cancerígenas à imunoterapia e radioterapia. O Nim também aumenta a ação quimioterápica no tratamento do câncer.

Já há registros de ações antissépticas, antiúlcera, anti-inflamatória, anti-fertilidade, antiparasitária, antimicrobiana, imunoestimulante, hipolipidêmica, hepatoprotetora e capacidade de promover a cicatrização de feridas. A ação hepatoprotetora tem sido verificada quando o Nim é administrado antes do uso do paracetamol. O uso do extrato estabilizou o aparecimento de enzimas marcadoras de dano hepático, sendo possível prevenir e reverter significativamente o dano hepatotóxico, através da indução por drogas antituberculares em ratos (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

No uso do extrato das folhas como gel dental, a sua ação é verificada na redução de placa bacteriana, tratamento de gengivites e periodontites. Com o uso do extrato da casca, efeitos gastroprotetores tem sido observados com a mesma eficácia que medicamentos como a ranitidina e ao omeprazol, assim como a inibição da ulceração gástrica através da indução de indometacina em ratos (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

De acordo com ZHANG et al. (2010), o óleo de Nim apresentou atividades antibacterianas, apontando ação significativa contra as bactérias *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* e *Salmonella enteritidis*.

Em ratos normais e diabéticos, houve uma redução nos níveis de glicose após administração de *Azadirachta indica* combinado com *Vernonia amygdalina* (ATANGWHO et al., 2012; SHORI, 2012; MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

Com o uso de um extrato hidroalcoólico de folhas, o sistema cardiovascular de gatos e rãs sofreu efeitos hipotensivos e redutores de atividades cardíacas.

Potenciais ações espermicidas foram observadas com o uso do extrato de folhas, sendo que o uso de 3 mg de extrato foram necessários para matar 100% de 1 milhão de espermatozoides em 20 segundos (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; GARG, TALWAR e UPADHYAY, 1994).

O Nim também está associado a atividade contraceptiva de natureza não-hormonal, tendo efeitos colaterais menores que os provocados pelo uso de contraceptivos esteróides. A ação contraceptiva tem sido observada por via oral, intravaginal, subcutânea e via intra-uterina. Segundo KAUSHIC (1992), após administração do extrato de Nim, a ovulação ocorreu normalmente e os níveis de hormônio ovariano permaneceram similares aos animais que não foram tratados com o extrato. O bloqueio da fertilidade chegou a ser observado por um período de 7 meses a 1 ano (GARG, TALWAR e UPADHYAY, 1994).

O estudo do efeito profilático e terapêutico das folhas em ratos sobre o carcinoma de Ehrlich e melanoma B16, tem como resultado que o extrato é capaz de proteger contra o crescimento do tumor no animal, atuando como um agente quimiopreventivo (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

As propriedades antivirais do Nim também tem sido estudadas. O extrato aquoso de folhas de Nim mostrou ação inibitória *in vitro* e *in vivo* sobre a replicação do vírus da Dengue tipo 2 (PARIDA et al., 2001).

Há pesquisas que envolvem o estudo da ação antimalárica do Nim, sendo verificado o uso do extrato da semente no desenvolvimento dos estágios sexual e assexual do parasita humano da Malária (*Plasmodium falciparum*) (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005; BISWAS et al., 2002; MURUGAN et al., 2016).

Segundo estudos realizados por MANDAL (2011), o efeito do óleo de Nim também foi registrado como ação repelente contra o mosquito vetor da filariose (*Culex quinquefasciatus*). A eficácia do óleo foi analisada em concentrações de 50% e 100% em óleo de coco e os resultados apontaram 90,26% e 88,83% de proteção em um tempo de até 240 minutos, respectivamente. Entre 120 min e 180 min, não houve nenhuma mordida do mosquito indicando 100% de proteção alcançada através do uso do óleo de Nim.

O composto de maior potencial, a Azadiractina, tem demonstrado efeitos sobre o agente causador da Doença de Chagas, *Trypanosoma cruzi* devido a ação do composto sobre o inseto barbeiro (*Rhodnius prolixus*) (MOSSINI e KEMMELMEIER, 2005).

3.1.16 Toxicologia

O efeito dos extratos quanto a toxicidade depende da quantidade utilizada. Altas doses, segundo MOSSINI e KEMMELMEIER (2005), podem causar disfunções tireoidiana e efeitos hepatotóxicos.

De acordo com ASHAFI, OREKOYA e YAKUBU (2012), extratos etanólicos da casca do caule do Nim, em determinadas doses, tiveram efeitos significativos nos parâmetros bioquímicos e na massa corporal dos animais estudados, sendo indicada a ingestão com precaução e somente quando necessário.

3.1.17 Processos de geração do óleo de Nim

O óleo de Nim é o principal produto adquirido por meio do processamento das sementes. O uso da prensagem e de solventes orgânicos são os procedimentos mais utilizados, sendo descrita a obtenção do óleo por diversos autores através de diferentes metodologias.

Segundo EMBRAPA (2008), a coleta dos frutos é a primeira etapa desse processo e deve ocorrer quando os frutos estiverem amarelados e maduros. Quando coletados do chão, essa etapa consiste no rastelamento o qual amontoa frutos, folhas e um pouco de pedra e terra. Em propriedades economicamente mais fortes, a coleta é realizada com o uso de lonas dispostas no chão para facilitar a separação dos frutos. BENÍCIO, NETO e SOUZA (2010), LIAUW et al. (2008), PARCKERT e FINZER (2016), SATYANANDAM et al. (2011) e PAES et al. (2015) sugerem que, após a colheita, seja feita a separação dos frutos de contaminantes e impurezas, a lavagem em água corrente e despolpação manual dos frutos.

Posteriormente, as sementes são secas em ambiente ventilado (PAES et al., 2015; BENÍCIO, NETO e SOUZA, 2010) ou secas em 50°C até obter umidade constante (LIAUW et al., 2008). Segundo EMBRAPA (2003), a secagem pode ser realizada ao sol e, posteriormente em ambiente sombreado. Após a secagem, as amêndoas são separadas das cascas e realizada a extração utilizando solvente (PAES et al., 2015; BENÍCIO, NETO e SOUZA, 2010).

BENÍCIO, NETO e SOUZA (2010) relatam o uso do n-hexano como solvente e teor de óleo de 56,02%. Já LIAUW et al. (2008) e SATYANANDAM et al. (2011) realizaram a extração utilizando a quantidade de sementes de Nim e o volume de solvente (etanol, n-hexano e éter de petróleo) numa fração de 1:5. O teor de óleo relatado por LIAUW et al. (2008) foi de 44,29% utilizando o n-hexano e de 41,11% extraído com álcool. Outros autores como PAES et al.

(2015) relatam um teor de óleo de 53,55% e ADEWOYE e OGUNLEYE (2012) obteve 43,48% de óleo provindo da semente do Nim.

3.2 Etapas do processo de geração do óleo de Nim

3.2.1 Colheita dos frutos

O óleo puro de Nim é aquele que é obtido sem o acréscimo de qualquer substância química ou material. No Brasil, vários tipos de óleos puros de Nim são produzidos, dentre eles, o óleo bruto, óleo para uso cosmético e para uso medicinal. O óleo bruto é, em sua maioria, destinado para a agropecuária (EMBRAPA, 2008).

O melhor período para colheita está na fase de maturação, quando os frutos mudam a coloração verde para a amarela. Dependendo da finalidade do óleo, a sua coleta é feita através de técnicas diferentes. O óleo que é direcionado para a área médica, deve ser coletado da própria árvore. Quando o óleo é utilizado pela área de cosméticos, as sementes são colhidas no chão, utilizando lonas, evitando que os frutos entrem em contato com a umidade do solo e aumente a possibilidade no aparecimento de fungos. Já para o óleo bruto, a coleta é feita, comumente, no chão de terra, sem os cuidados de limpeza e contaminação das sementes. Ou eventualmente, acontece em lonas estendidas no chão (EMBRAPA, 2008; BITTENCOURT, 2006).

3.3.2 Limpeza e despulpamento dos frutos

Após a colheita dos frutos, é iniciado o processo de limpeza. Nessa etapa são retirados todos os materiais estranhos como folhas, caules e pedras com o uso de água corrente. Após a limpeza, os frutos são despulpados quando escarificados manualmente com o auxílio de uma peneira (PAES et al., 2015). Para facilitar o despulpamento, os frutos podem permanecer imersos em água por algumas horas para amaciar a polpa. Geralmente, esse processo é usado quando o objetivo é a obtenção das sementes. Sendo o interesse a polpa do fruto, a despulpagem também pode ser realizada utilizando um despulpador. O equipamento consiste em separar a polpa dos resíduos sólidos (EMBRAPA, 2005).

3.3.3 Secagem das sementes

3.3.3.1 Umidade

O teor de umidade de um produto corresponde a duas diferentes formas na qual a água pode estar contida nos alimentos: água livre e água ligada. A água livre é a principal causa de deterioração do produto, sendo ela utilizada para reações físicas, químicas e microbiológicas no alimento. São as moléculas da água que estão fracamente ligadas ao soluto. Já a água ligada tem mobilidade restrita com relação à água não ligada, não pode ser removida, nem utilizada para qualquer tipo de reação (MARCINKOWSKI, 2006).

Diferentes métodos para determinar a umidade são conhecidos. A sua maioria é baseada na secagem em estufa com temperaturas superiores à 100° C. Quando o produto é sensível a temperatura de operação, é possível utilizar estufas com temperaturas e pressões reduzidas. A água é quantificada pela diferença de massa entre o produto úmido e o seco (MARCINKOWSKI, 2006).

A quantidade de água é baseada no peso de água contido no material. Há duas formas de quantificar a quantidade de água presente em uma determinada amostra: A umidade de base úmida $X(b.u.)$ e a umidade de base seca $X(b.s.)$ (NETO, 2015).

A umidade em base úmida é a razão entre a massa contida da água e a massa total do sólido.

$$X(b.u.) = 100 * \frac{Massa\ de\ água}{Massa\ Total} \quad (1)$$

Onde *Massa de água* é a massa de água contida no sólido e *Massa Total* é a massa do sólido, medida na balança, antes de iniciar o processo de secagem.

A umidade em base seca é a razão entre a massa contida de água e a massa seca.

$$X(b.s.) = 100 * \frac{Massa\ de\ água}{Massa\ Seca} \quad (2)$$

Onde a *Massa Seca* é a massa do sólido após o processo de secagem.

Sendo a *Massa de água* encontrada pela expressão (3).

$$\text{Massa de água} = \text{Massa Total} - \text{Massa Seca} \quad (3)$$

Existem vários métodos para determinar a massa seca. O método da estufa é um dos mais usados. A amostra úmida é deixada em estufa com circulação de ar forçada e, em determinados intervalos de tempo, é feita a medição da massa do material. Não havendo mais variação de massa, após certo tempo na estufa, é a massa final da amostra tida como massa seca (NETO, 2015).

A umidade é uma variável muito importante no estudo da secagem de materiais. A amostra de material molhada com determinado teor de umidade é exposta a uma corrente de ar com umidade e temperatura específicos. Após determinado tempo, a umidade do material exposto permanece constante. Essa é a umidade de equilíbrio que foi atingida após a amostra ser submetida ao ar de secagem. O teor de umidade no equilíbrio geralmente é expresso na base seca (GEANKOPLIS, 1993).

A depender da estrutura física do material, o teor de umidade no equilíbrio pode variar. Para sólido não-porosos e insolúveis, geralmente o valor é menor que quando comparado com materiais esponjosos, material orgânico e de origem biológica. A temperatura no ar de secagem que é utilizada também influencia no valor da umidade em equilíbrio. Quanto maior a temperatura, menor valor de umidade é obtido (GEANKOPLIS, 1993).

3.3.3.2 Secagem

A secagem é o processo onde a aplicação de calor, sob condições controladas, é capaz de remover grande parte da água livre presente no sólido, tendo por objetivo principal do processo, a garantia de preservação da amostra (MARCINKOWSKI, 2006).

A redução do teor de umidade é necessária até um nível onde não haja desenvolvimento microbiano e as taxas das reações químicas e enzimáticas degradativas sejam minimizadas. Quando utilizadas temperaturas baixas, a secagem não é capaz de inativar microrganismos e enzimas, contudo inibe sua ação degradativa. A vantagem econômica são os menores custos com transporte e armazenamento (MARCINKOWSKI, 2006).

Os processos de secagem podem ser classificados segundo as condições físicas utilizadas para adicionar calor ao ambiente e retirar o vapor de água que é formado. As três principais condições são: 1) Contato direto do ar quente em pressão atmosférica e retirada de vapor de água pelo próprio ar; 2) No vácuo, utilizando baixas pressões para uma evaporação

mais rápida, sendo o calor adicionado, indiretamente, por uma parede de metal ou por radiação;
 3) Por liofilização, onde a água é sublimada ao se utilizar um material congelante (GEANKOPLIS, 1993).

É possível determinar a velocidade de secagem experimentalmente utilizando uma balança acoplada a um sistema com passagem de ar de secagem. A variação da massa do material é feita em determinados intervalos de tempo até atingir o equilíbrio, sem interrupção do processo. A amostra utilizada não deve ter uma massa muito pequena, mas também a quantidade deve ser suportável no equipamento (GEANKOPLIS, 1993).

A partir dos dados de ensaio de secagem, é possível obter o gráfico de teor de umidade contra o tempo e o gráfico de velocidade de secagem por função do teor de umidade. Inicialmente, é determinado o teor de umidade da amostra no tempo t (X_t) com base nas massas inicial (M_i) e, após o tempo t , final (M_f) do material (GEANKOPLIS, 1993).

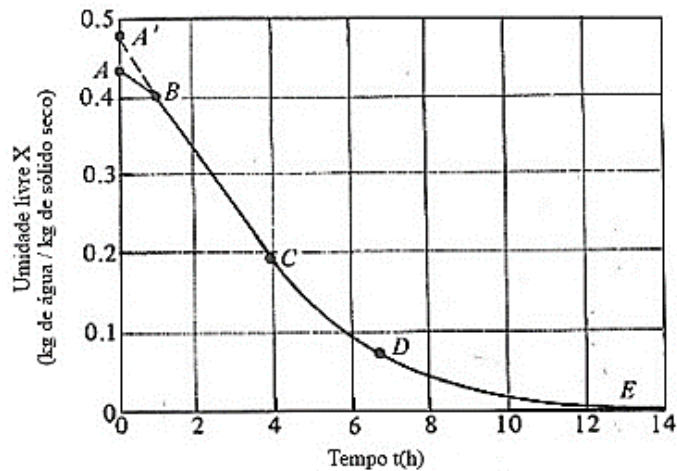
$$X_t = \frac{(M_i - M_f)}{M_f} \frac{\text{kg de água}}{\text{kg sólido seco}} \quad (4)$$

A água livre por kg de sólido seco é calculado (X) para cada X_t , sabendo o teor de umidade em equilíbrio (X^*) no final da análise.

$$X = X_t - X^* \quad (5)$$

A partir desses dados é possível plotar o Gráfico 1, X versus t significando a umidade livre presente ainda na amostra.

Gráfico 1- Curva de secagem típica em condições constantes de secagem; teor de umidade em função do tempo.



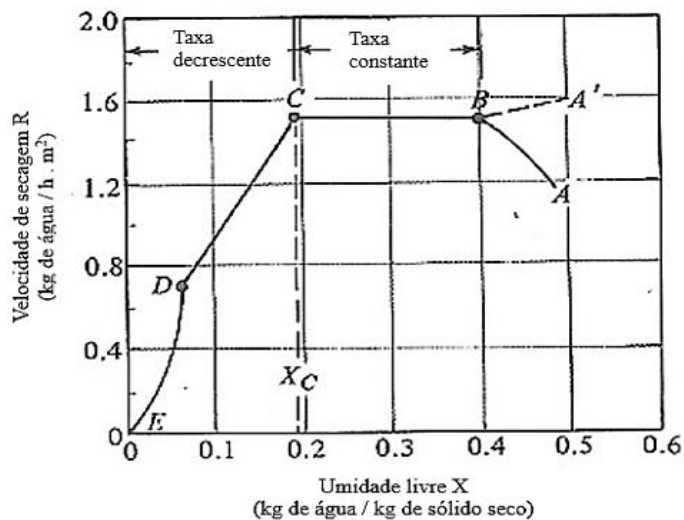
Fonte: GEANKOPLIS, 1993.

Já a curva de velocidade de secagem (Gráfico 2) pode ser obtida através das tangentes à curva do Gráfico 1, que são determinadas através da diferenciação de X em relação a t (GEANKOPLIS, 1993).

$$R = \left(-\frac{Ls}{A} \right) \frac{dX}{dt} \frac{\text{kg água}}{\text{h m}^2} \quad (6)$$

Sendo Ls a massa de sólido seco usado e A é a área de superfície do sólido exposto.

Gráfico 2- Curva da taxa de secagem típica em condições constantes de secagem; taxa (velocidade) de secagem em função do teor de umidade.



Fonte: GEANKOPLIS, 1993.

Após o contato do sólido com o meio secante, a temperatura da amostra vai ajustar-se até encontrar um regime permanente. Quando nessa condição, a temperatura da superfície do sólido e a temperatura do bulbo úmido do meio secante são as mesmas. Uma vez atingida essa igualdade, as temperaturas permanecem estáveis e a taxa de secagem permanece constante. Esse período é determinado como sendo *secagem à taxa constante*. O período termina quando o material utilizado no processo de secagem atinge teor de umidade crítico ou teor de umidade de equilíbrio que é o menor que se pode alcançar no processo de secagem. Após esse ponto, a temperatura da superfície da amostra eleva-se e a taxa de secagem cai (FOUST, 1982).

O segmento AB de ambas as curvas é o período do regime transiente. A temperatura do sólido, geralmente, é menor que o meio de secagem até ser atingido o equilíbrio no ponto B, estabelecendo a condição de estado permanente. Se o sólido encontrar-se mais quente que o meio, o processo se inicia no ponto A'. Sendo assim, pode acontecer velocidade crescente ou decrescente (FOUST, 1982; GEANKOPLIS, 1993).

Dependendo do tipo de material e das condições de secagem, é possível obter diferentes curvas, contudo o período de *taxa constante* e de *taxa decrescente*, em sua maioria, estão presentes.

No segmento BC, a inclinação e velocidade são constantes nesse período. Nessa etapa, toda a superfície externa do material está saturada de água e a secagem acontece como que a evaporação de uma massa de líquido, sem uma influência direta do sólido. Com velocidade constante, o líquido que é retirado da superfície é substituído pelo líquido no interior da amostra. No ponto C, o teor de umidade é mínimo para cobrir a superfície (FOUST, 1982; GEANKOPLIS, 1993).

O segmento CD é o primeiro período de *taxa decrescente*. Nessa etapa, a superfície do sólido fica mais pobre em líquido devido a velocidade de líquido que migra do interior para a superfície ser menor que a velocidade da massa de líquido que é retirada da superfície.

No ponto D, não há área saturada de líquido. O vapor em níveis mais internos que se difunde do interior para a superfície e então para a corrente gasosa. Esse processo é muito lento quando comparado com a evaporação de líquido na superfície quando está saturada.

Em teores mais baixos de umidade que o ponto D, toda a evaporação que acontece é dentro do sólido. No equilíbrio, a secagem cessa e a pressão de vapor sobre o sólido é igual à pressão parcial do vapor no gás secante afluyente, é denominado como *segundo período de taxa decrescente* (FOUST, 1982; GEANKOPLIS, 1993).

3.3.3.3 Taxa de secagem em sólido porosos e não porosos

A estrutura do material determina a velocidade de retirada do líquido no interior do sólido. Tratando-se de uma superfície rugosa, a água que é retirada da superfície é, rapidamente, substituída pela água contida no interior do sólido, permanecendo nessa condição, até a água provinda do interior não seja suficiente para manter a velocidade constante de evaporação (FOUST, 1982; GEANKOPLIS, 1993).

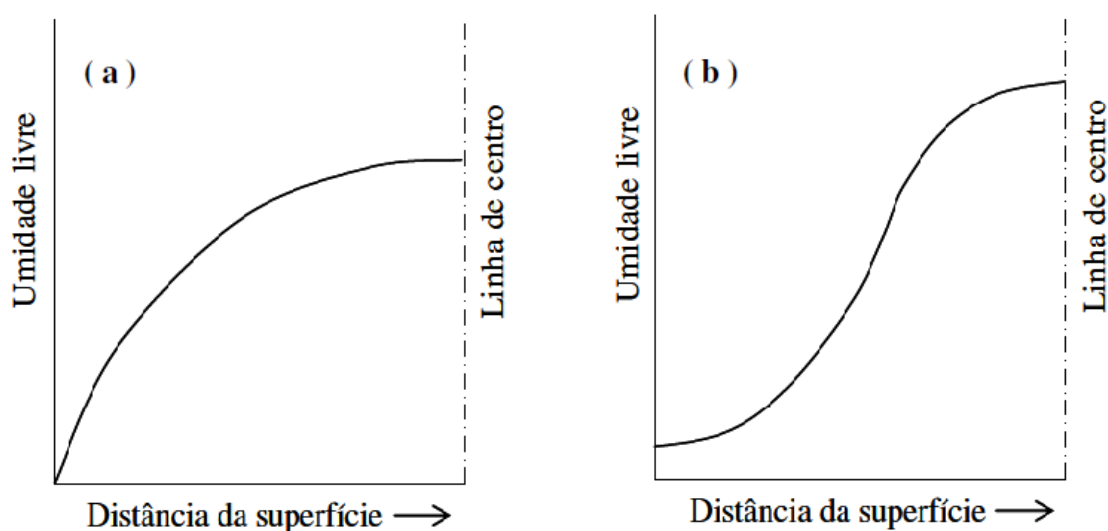
Nesses materiais rugosos, a velocidade é controlada pelas tensões superficiais e força da gravidade dentro do sólido. Já em materiais com estruturas amorfas ou fibrosas (não porosos), o movimento acontece devido a difusão dentro do sólido, caracterizando o processo de secagem como lento (FOUST, 1982; GEANKOPLIS, 1993).

Quando se tratando de sólido não porosos, a resistência da transferência do líquido que se encontra na superfície do sólido é desprezível, sendo a velocidade de secagem controlada pela difusão da água no interior do sólido para a superfície (FOUST, 1982; GEANKOPLIS, 1993). A distribuição da umidade em função da distância da superfície é observada na Figura 3 a).

Para sólidos porosos, o comportamento da distribuição de umidade no sólido não é o mesmo que para sólidos não porosos, conforme Figura 3 b). Um ponto de inflexão na curva divide o comportamento de secagem em dois momentos, sendo possível observar uma região côncava e uma convexa (MCCABE, SMITH e HARRIOTT, 1985).

O fluxo de água nesses sólidos acontece por capilaridade. Devido à presença de poros de diferentes tamanhos que se interconectam, quando a água é removida por vaporização, é formado um menisco que condiciona a força capilar devido a tensão superficial entre o sólido e a água. E é justamente essa força que dá a propulsão para que a água no interior do material chegue até a superfície (MCCABE, SMITH e HARRIOTT, 1985).

Figura 3- Distribuição da umidade em a) sólidos não porosos e em b) sólido poroso.



Fonte: MARCINKOWSKI, 2006.

3.3.3.4 Modelos de secagem

Através da modelagem matemática aliada a simulação numérica realizada com os dados obtidos experimentalmente, é possível descrever o processo de secagem e monitorar os fenômenos físicos com um tempo suficientemente menor e de baixo custo quando comparado com cálculos feitos a mão (BORTOLAIA, 2011; DALPASQUALE e SPERANDIO, 2010).

Esse estudo de modelos tem sido amplamente investigado há mais de 90 anos, tendo bastante resultado bibliográfico (BORTOLAIA, 2011).

Para analisar a secagem de produtos biológicos, dois métodos são bastante usados: o empírico e o teórico. O modelo empírico descreve a curva de secagem, contudo não fornece dados de transporte da água e energia no interior do material. Já o modelo teórico tem por base a matemática da difusão e transferência de calor e massa, sendo possível descrever o perfil de distribuição de água no interior de determinado produto desde que seja possível correlacionar as dimensões do material com um sólido perfeito, além de uma correlação funcional entre temperatura, coeficiente de difusão e o teor de água (CARLESSO et al., 2007).

Contudo, apenas relações empíricas ou semiteóricas tem sido utilizadas no projeto de secadores devido à precisão ser maior que as equações teóricas (CARLESSO et al., 2007).

Na secagem de produtos agrícolas, grande parte das pesquisas utilizam o modelo empírico proposto por Lewis e Sherwood a respeito da secagem dos sólidos por convecção. A

lei de Newton para o resfriamento é utilizada como base para justificar o movimento do líquido ou vapor durante o processo de secagem na etapa decrescente (CARLESSO et al., 2007).

No modelo de Lewis, a variação da umidade no tempo é proporcional à diferença instantânea entre a umidade do sólido no tempo e a umidade no equilíbrio (AFONSO JÚNIOR e CORRÊA, 1999).

Sendo k a constante de secagem, s^{-1} .

Integrando a Equação 7, tendo k por constante e variando o tempo entre 0 e t , partindo da umidade do sólido (X) para a umidade inicial (X_0) no período decrescente, chega-se a Equação 8 (MARCINKOWSKI, 2006).

$$\frac{\partial X}{\partial t} = -k(Xt - X^*) \quad (7)$$

$$\frac{(Xt - X^*)}{(X_0 - X^*)} = RU = e^{(-kt)} \quad (8)$$

Sendo possível definir RU como unidade adimensional ou Razão de umidade.

O numerador representa a quantidade de água livre que pode ser retirada do sólido no tempo t , enquanto que o denominador representa a quantidade de água total presente no sólido que pode ser retirada.

A Equação 8 é também conhecida como Lei Exponencial ou Modelo Logaritmo de secagem e tem sido constantemente usada para modelagem da taxa de secagem de grãos. No entanto, o uso da equação não fornece dados precisos, concedendo valores muito baixos da taxa de umidade inicial e valores altos da taxa de umidade no equilíbrio (BORTOLAIA, 2011).

O modelo de Henderson e Pabis é uma variação do modelo de difusão, diferenciando apenas com a adição de uma constante (a).

$$RU = a e^{(-kt)} \quad (9)$$

Com vistas ao aperfeiçoamento do modelo exponencial de Lewis, a equação de Page foi formulada para corrigir deficiências, utilizando uma constante de secagem modificada.

$$RU = e^{(-kt^n)} \quad (10)$$

Sendo n uma constante.

Algumas equações, bastante utilizadas no estudo da secagem de produtos agrícolas, são consideradas variação do Modelo Exponencial ou Logarítmico original através da adição de um segundo coeficiente ou de um termo exponencial. As equações 11 e 12 são conhecidas, respectivamente, por Modelo Exponencial Simples de três parâmetros e Modelo Exponencial Duplo de quatro parâmetros (CARLESSO et al., 2007).

$$RU = a e^{(-kt)} + b \quad (11)$$

$$RU = a e^{(-kt)} + b e^{(-k't)} \quad (12)$$

Em 2002, MIDILLI, KUCUK e YAPAR apresentaram um novo modelo empírico para o processo em camada única.

$$RU = a e^{(-kt^n)} + b t \quad (13)$$

3.3.3.5 Parâmetros estatísticos

A escolha do melhor modelo matemático que prediz a cinética de secagem de um material é decidida com base em alguns parâmetros estatísticos, dentre eles estão o coeficiente de determinação (R^2), a raiz do erro quadrático médio (REQM), o chi-quadrado reduzido (χ^2) e o erro médio relativo (P) (GÜNHAN, DEMİR e YAĞCIOĞLU, 2014).

O coeficiente de determinação é considerado um dos principais critérios na escolha do modelo (GÜNHAN, DEMİR e YAĞCIOĞLU, 2014). Alguns autores consideram valores de $R^2 \geq 0,93$ aceitáveis para descrição do modelo de secagem em termos de engenharia (PANCHARIYA, POPOVIC e SHARMA, 2002; MADAMBA, DRISCOLLB e BUCKLEB, 1996). ZANOELO, DI CELSO e KASKANTZIS (2007) julga confiável resultados com $R^2 \geq 0,90$. Contudo, segundo BABU et al. (2018) e SHINDE, DAS e DATTA (2013), geralmente para bons ajustes estatísticos, valores de $R^2 \geq 0,97$ são apreciáveis.

Segundo WILLMOTT (1981), apenas a análise de R^2 para definição do melhor modelo não é adequado. O autor demonstra que correlações com valores muito diferentes entre os experimentais e os previstos pelos modelos matemáticos facilmente se aproximam de 1,0. Como também pode acontecer de haver diferenças pequenas entre os dados observados e os

calculados pelos modelos e o valores de R^2 chegam a ser baixos e até negativos. Sendo assim, se faz necessário o uso de outros parâmetros para definição do melhor modelo.

Para um melhor o ajuste, o valor de R^2 deve ser maior enquanto os valores de $REQM$, χ^2 e P devem ser menores. Quando $REQM$, χ^2 e P aproximam de “zero”, maior é a previsão do modelo aos dados experimentais (AVHAD e MARCHETTI, 2016; GÜNHAN, DEMİR e YAĞCIOĞLU, 2014; MENGES e ERTEKIN, 2006; SUNDARAM, SUDHAKAR e YOGESHWARAN, 2016).

As Equações 14 a 17 apresentam os cálculos dos parâmetros que determinam o melhor ajuste: R^2 , χ^2 , $REQM$ e P , respectivamente.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (RU_{exp,i} - \overline{RU_{prev,i}}) * (RU_{exp,i} - \overline{RU_{prev,i}})}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (RU_{exp,i} - \overline{RU_{prev,i}})^2 * \sum_{i=1}^N (RU_{exp,i} - \overline{RU_{prev,i}})^2}} \quad (14)$$

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (RU_{exp,i} - RU_{prev,i})^2}{N - n} \quad (15)$$

$$REQM = \sqrt{\frac{1}{N} * \sum_{i=1}^N (RU_{exp,i} - RU_{prev,i})^2} \quad (16)$$

$$P = \frac{100}{N} * \frac{\sum_{i=1}^N |RU_{exp,i} - RU_{prev,i}|}{RU_{exp,i}} \quad (17)$$

Onde: $RU_{exp,i}$ é o valor de razão de umidade obtido experimentalmente; $RU_{prev,i}$ é o valor de razão de umidade previsto pelo modelo; N é o número de dados observados; n é o número de constantes de cada modelo matemático.

3.3.3.6 Métodos de secagem

Os métodos de secagem são classificados como naturais ou artificiais.

O método de secagem natural consiste na exposição do produto ao sol ou à sombra em ambiente seco para que água presente seja removida por evaporação, usando energia solar e eólica. A prática é utilizada quando o material possui baixa umidade e o ambiente no qual ele está exposto é de clima seco, sem riscos de chuvas repentinas.

Segundo TORRES (2006), é o procedimento mais utilizado e mais difundido, principalmente por médio e pequenos agricultores. As vantagens do uso desse método são:

- a) baixo custo de instalação associado ao emprego da fonte natural de aquecimento;
- b) uso de energia barata, limpa e ausente de resíduos;
- c) baixos riscos de contaminação mecânica;
- d) não necessita de conhecimentos técnicos.

As possíveis desvantagens do uso do método são:

- a) o processo é lento (para acelerar o processo é possível fazer uso de uma peneira, possibilitando a passagem tanto por cima quanto por baixo das sementes);
- b) depende das condições climáticas da região e da época do ano.

A secagem solar tem como principal desvantagem a vulnerabilidade das condições climáticas. Durante a noite, não há continuidade do processo de secagem e assim interrompe o procedimento. Contudo, NETO (2015) afirma que, quando um produto é submetido diretamente a radiação solar até que cerca de 50 a 70% da umidade seja reduzida, posteriormente, é necessário que o material permaneça a sombra para preservar a cor e o aroma natural. Sendo assim, é de revelante importância a etapa de secagem que ocorre durante a noite e proporciona tais condições.

Sendo o Brasil um país com altos índices de radiação solar, a utilização dessa energia limpa, barata e renovável é bastante visada. No Nordeste é onde se encontra a maior incidência de radiação solar, e tendo em vista, a necessidade frente à disponibilidade, a substituição de secadores que fazem uso de energia elétrica pela utilização da energia solar é bastante desejável (NETO, 2015).

No método de secagem artificial, é possível a modificação e controle da temperatura de secagem e o fluxo de ar. As vantagens em relação ao método natural de secagem são:

- a) Rápida redução da umidade das sementes, permitindo a conservação da qualidade e evitando a ação de fungos e insetos;
- b) Facilidade de operação, pois necessita de menos mão de obra.

Como desvantagens, é possível listar:

- a) alto custo na aquisição dos equipamentos e instalações;
- b) é um processo caro em termos de energia calorífica (aquecimento do ar) e/ou mecânica (movimento do ar de secagem);
- c) Necessita de mão de obra qualificada.

3.3.3.7 Procedimento de secagem

A secagem do Nim é realizada através de diferentes métodos. Os grãos podem ser deixados ao sol em terrenos cimentados por um dia e, posteriormente, secos à sombra por mais dois dias (EMBRAPA, 2003; BENÍCIO, NETO e SOUZA, 2010). Quando em períodos de chuvas, EMBRAPA (2003) recomenda o uso de cobertura plástica para proteção dos grãos. Para o acondicionamento das sementes, é utilizado sacos de aniagem que promove aeração, diminuindo a incidência de fungos patogênicos. Satisfeitas essas condições, é possível que o produto permaneça armazenado em boas qualidades por um período de um ano (BITTENCOURT, 2006).

LIAUW et al. (2008) descrevem o processo de secagem das sementes utilizando a temperatura de 50° C até umidade constante. Já SATYANANDAM et al (2011) realizam a secagem das amêndoas (região interior das sementes) por 50° C até umidade constante.

3.3.4 Extração do óleo

3.3.4.1 Extração mecânica

Os métodos de extração básicos mais utilizados comercialmente são: prensa hidráulica por batelada, prensa mecânica contínua e a extração que faz uso de solventes específicos (PIGHINELLI, 2007).

Para pequenas cooperativas e organizações de países em desenvolvimento, a prensa contínua vem substituindo a prensa em batelada por possuir vantagens como: maior eficiência na extração, menos custo agregado na aquisição da máquina e maior simplicidade de operação (PIGHINELLI, 2007).

A prensagem por batelada é um dos métodos de extração de óleo mas antigos que existe, sendo ainda possível encontrá-lo nos dias atuais. Em Marrocos, produtores rurais de azeite de oliva realizam o processo utilizando uma grande tina, onde as azeitonas são esmagadas por uma roda de pedra acionada por tração animal. A mistura, ao final, é filtrada em cestos feitos com palha de tamareira (RAMALHO E SUAREZ, 2012).

Figura 4- Processo de extração de óleo da semente de oliva em Marrocos no ano de 2011: a) Moagem com roda de pedra sendo movida por tração animal; b) filtros feitos da palha de tamareira; c) Escoamento do óleo depois de filtrado.



Fonte: RAMALHO e SUAREZ, 2012.

O uso dessa tecnologia é aplicada há milênios pelo ser humano na extração de óleo e gorduras. Há relatos que indicam o uso da prensagem por moinhos de pedra com tração animal em várias cidades no norte da África. Nos dias de hoje, a prensagem mecânica é realizada por equipamentos mais sofisticados e que apresentam maior eficiência (RAMALHO E SUAREZ, 2012).

A prensagem mecânica contínua não necessita de mão de obra qualificada. O processo não faz uso de produtos químicos o que o torna seguro e bastante viável para pequenos produtores rurais. É adaptável a qualquer tipo de oleaginosa, sendo a extração do óleo decorrida em curto período de tempo (PIGHINELLI, 2007).

Contudo, a extração por prensa mecânica, seja ela contínua ou não, também possui algumas desvantagens como: menor rendimento de óleo obtido quando comparado com a extração por solvente, contaminação e necessidade de tratamento após a extração para eliminação das impurezas, grande dependência da umidade do grão e perda de óleo durante o processo (BHUIYA et al., 2015).

Na prensa contínua, os grãos ou frutos entram em parafusos do tipo rosca sem fim que comprimem e movimentam o material para frente. Na saída, existe um cone que pode ser

regulado para aumentar ou diminuir a abertura da saída do material, determinando a pressão no interior do equipamento. No final do processo, é possível obter a torta (subproduto da prensagem) e o óleo ou gorduras brutas que podem conter partículas sólidas resultante da prensagem (RAMALHO E SUAREZ, 2012).

Após a prensagem, o óleo ou gordura bruta passa por um processo de filtragem através de um filtro-prensa. A torta é encaminhada para o processo de extração com solvente. (EMBRAPA, 2008; RAMALHO E SUAREZ, 2012). O óleo ou gordura que foi extraído, após filtrado, é encaminhado para os processos de purificação (RAMALHO E SUAREZ, 2012).

A temperatura de prensagem e o teor de umidade das amostras, segundo estudos, são alguns parâmetros que influenciam no processo mecânico de extração de óleo. O preparo da matéria-prima e o uso de melhores equipamentos de prensagem garantem maiores rendimentos.

Vários tratamentos anteriores ao processo de extração são utilizados com o fim de obter um maior teor de óleo ao final do processo. Dentre eles são aplicados tratamentos físicos, térmicos, hidrotérmicos e químicos. Contudo, o excessivo número de etapas que antecedem a extração do óleo, aumenta o custo associado ao processo, requer maior treinamento para qualificação dos operadores e maior consumo de energia (PIGHINELLI, 2007).

É necessário, portanto, otimizar-se o processo através de alternativas simples e eficientes (PIGHINELLI, 2007).

Influência do teor de umidade

Para alcançar maior rendimento, é necessário encontrar o teor de umidade ótimo. Valores elevados de umidade prejudicam a extração do óleo quando reduzem a fricção entre os grãos e valores baixos causam danos ao equipamento de prensagem (PIGHINELLI et al., 2009).

Influência da temperatura dos grãos

Os benefícios do aquecimento dos grãos são observados no aumento do rendimento na extração do óleo e devido à eliminação de toxinas presentes no óleo e na torta.

O comportamento é justificado devido ao aumento da temperatura no grão provocar a quebra das células de óleo, a coagulação de proteínas e a diminuição na viscosidade, facilitando o escoamento do óleo no equipamento (PIGHINELLI, 2007).

Entretanto, um aumento excessivo da temperatura pode prejudicar a qualidade do óleo. Quando um óleo é cozido, algumas mudanças são observadas. No grão, o óleo se apresenta

como emulsão estabilizada por agentes de superfície ativos. Após o aquecimento, um desses agentes que é a proteína desnatura, diminuindo a viscosidade do óleo e melhorando o efeito de escoamento. Contudo, essa desnaturação pode provocar a inativação de enzimas e degradar o óleo comprometendo a sua qualidade (PIGHINELLI, 2007).

3.3.4.2 Extração por solvente

Também denominada como lavagem ou lixiviação, as partes solúveis de um material sólido também podem ser extraídas mediante contato com solvente apropriado. A fim de que a extração seja eficiente, é necessário que o sólido seja finamente fragmentado para que o solvente possa entrar em contato com todo ele (FOUST, 1982).

A extração sólido-líquido é utilizada industrialmente na obtenção de óleo de várias sementes, dentre elas, a soja a partir do uso do hexano (FOUST, 1982).

O Soxhlet é uma técnica clássica utilizada como padrão na comparação dos processos de extração. O uso dessa técnica comumente é preferível em relação a prensagem por garantir maiores rendimentos na obtenção do óleo. Segundo DRUMMOND et al. (2008), teores de óleo extraídos com solventes orgânicos chegaram a atingir 51% de rendimento.

Contudo, a aplicação dessa técnica possui algumas desvantagens como: o uso de um maquinário de alto custo e pessoas treinadas que possam operá-lo, elevado consumo de energia e longo tempo de extração, emissão de compostos orgânicos voláteis na atmosfera, inflamabilidade, necessidade de concentração e purificação após a extração, grandes quantidades de solventes empregados e produtos de baixa qualidade devido às altas temperaturas de processamento (PIGHINELLI, 2007; UQUICHE, JERÉZ e ORTÍZ, 2008; OFORI-BOATENG, TEONG e JITKANG, 2012; MAZONI, 2008).

O alto custo empreendido no processo é a principal causa que desestimula o uso da extração por solvente em pequenas e médias propriedades (CUNHA, 2008).

Quando comparado ambos os métodos mais conhecidos, a prensagem mecânica do óleo é considerada menos trabalhosa, e que demanda menos tecnologia que a extração sólido-líquido. Os fatores simplicidade e segurança tornam o processo mais vantajoso, mesmo que menos eficiente. Outro aspecto que garante maior benefício é a conservação de propriedades nativas ausentes de produtos químicos (UQUICHE, JERÉZ e ORTÍZ, 2008).

Influência do tamanho da partícula e do tipo de solvente

Existem diversos fatores que influenciam no teor de óleo obtido ao final do processo, tais como: tamanho da partícula e tipo de solvente utilizado (BHUIYA et al., 2015).

Para que haja maior contato entre a amostra e o solvente, quanto menor o tamanho da partícula, mais eficiente será o procedimento de extração (BHUIYA et al., 2015).

A escolha do solvente depende da estrutura química, principalmente quanto às propriedades de polaridade do material utilizado, para que haja maior seletividade e, consequente, maiores rendimentos. A viscosidade do solvente não deve ser alta para que o líquido possa recircular livremente pelo equipamento (BHUIYA et al., 2015).

3.3.4.3 Procedimento de extração

Segundo LIAUW et al. (2008), a extração das sementes de Nim foi realizada com dois solventes (n-hexano e etanol) durante 3 horas com proporção do peso do pó da semente para o volume de solvente de 1:5. O teor de óleo obtido foi de 44,29% para n-hexano e 41,11% para o etanol. SATYANANDAM et al. (2011) utilizaram também dois solventes (Éter de petróleo e etanol) e a proporção de 1:5 quanto ao peso do pó e volume de solvente. O tempo de extração foi de 6 horas, obtendo entre 29,4 a 40,1% de óleo dependendo do tipo de solo de produção e a temperatura de extração. PAES et al. (2015), utilizaram 5 horas de extração com etanol e obteve 53,55%. AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013) utilizaram éter de petróleo e obteve 49% de óleo. BENÍCIO, NETO e SOUZA (2010) relataram o uso do n-hexano como solvente e teor de óleo de 56,02%.

3.3.5 Análises físico-químicas

Os índices de iodo, ácido graxo livre e saponificação podem indicar o nível de degradação do óleo e, consequentemente, determinar sua qualidade.

As elevadas temperaturas utilizadas na extração podem dar início a esse processo de degradação. Segundo LIAUW et al. (2008), os valores de ácido e saponificação aumentam enquanto o valor de iodo diminui, após elevação da temperatura.

O valor de ácido é um indicador da degradação do óleo causado pelo processo de hidrólise, oxidação ou fermentação. Tais processos quase sempre alteram a concentração de íons de hidrogênio. A presença de enzimas lipase no óleo vegetal, quando a temperatura de

extração for maior que 35-40°C (temperatura ótima da enzima), gera a formação de ácidos graxos livres e glicerol expressa em termos de índice de acidez (LIAUW et al., 2008; MENDONÇA, 2015). O alto teor de ácidos graxos é um indicador de baixa qualidade, de manuseio e armazenamento impróprios ou de condições inadequadas no processo de extração (MENDONÇA, 2015).

A saponificação denota o peso molecular médio dos triglicerídios presentes no óleo. Em altas temperaturas, acontece a quebra das moléculas de lipídio, reduzindo o peso molecular e aumentando o valor se saponificação que é inversamente proporcional.

O valor de iodo indica o nível de insaturação do óleo. Com o aquecimento, as cadeias de carbono tendem a saturar, e conseqüentemente, diminuir o teor de iodo (LIAUW et al., 2008).

3.3.5.1 Procedimento pós-extração

Segundo LIAUW et al. (2008), após a extração por solvente orgânico, as amostras foram retiradas e centrifugadas para separar a fração sólida da solução.

O filtrado foi aquecido e evaporado para se obter o óleo livre do solvente (SATYANANDAM et al., 2011; LIAUW et al., 2008). Havendo vestígios de solvente, o óleo foi colocado em um balão de fundo redondo e em um banho de água por 12 horas a 60-70°C (SATYANANDAM et al., 2011). Posterior a isso, o óleo é pesado para calcular sua concentração na solução.

Para caracterizar o óleo obtido, AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013) realizaram análises físico-químicas (densidade, viscosidade, valor de saponificação, iodo, ácido, peróxido e ácido graxo livre) utilizando a associação de Métodos Oficiais de Análise Química (AOAC 1990).

ADEWOYE e OGUNLEYE (2012) analisaram o óleo quanto ao pH, índice de refração, valor de ácido, saponificação e iodo utilizando AOAC (2000).

Segundo MAZONI (2008), determinar o teor de ácidos graxos é muito importante para apontar a qualidade do óleo. De acordo com KUMAR e PARMAR (1996), KAUSHIK (2002) e DJENONTIN et al. (2012), análises de cromatografia realizadas indicaram uma concentração maior de ácido oleico (43,5%) presente na amostra, seguido pelo linoleico (18,7%), palmítico (17,8%) e esteárico (17,4%). A predominância de ácidos graxos garante maior fluidez ao óleo de Nim. A determinação do perfil de ácidos graxos por AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013) foi determinada utilizando a Cromatografia Gasosa (HP 6890 alimentada com *software* HP ChemStation).

LIAUW et al. (2008) analisaram o óleo quanto aos parâmetros de valor de saponificação, iodo, ácido graxo e peróxido.

De acordo com DJENONTIN et al. (2012), AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013), ADEWOYE e OGUNLEYE (2012) e LIAUW et al. (2008) os valores de saponificação e iodo foram registrados entre 167-201 e 75-90, respectivamente. Com relação a porção insaponificável, a maior concentração é do β -sitosterol, α -tocoferol e γ -tocoferol.

A torta de Nim obtida ao final da extração por prensa apontou um elevado teor de proteínas, contendo 17 aminoácidos. Dentre eles, os de maior concentração foram arginina, leucina, aspártico e ácidos glutâmicos.

3.4 Região de plantio do Nim

3.4.1 Caracterização da área de estudo: povoado de Olho d'Águinha – zona rural - Delmiro Gouveia-AL

Os dados utilizados nessa pesquisa foram obtidos de plantações do Nim localizadas no município de Delmiro Gouveia, no povoado Olho d'Águinha. A propriedade conta com 70 hectares plantados com o Nim indiano. O acesso à cidade de Delmiro Gouveia a partir de Maceió, capital do estado, é realizado através de rodovias pavimentadas BR- 316, BR-101 e AL-220, num percurso de 394 km. A entrada no povoado só é possível através de uma estrada de barro distando cerca de 10 km (BRASIL, 2005).

O município de Delmiro Gouveia com uma área territorial de 626,690 km², situa-se no extremo oeste do estado de Alagoas. Localizado no paralelo 9° 23' 11" de latitude Sul e meridiano 37° 59' 48" de longitude Oeste, Delmiro está inserida na Mesorregião do Sertão Alagoano e é limitada ao norte com os municípios de Água Branca e Pariconha, ao sul com o Paulo Afonso (BA) e Canindé do São Francisco (SE), faz divisa a oeste com Jatobá (PE), Paulo Afonso e Glória (BA) e a leste com Olho d'Água do Casado. O município dista cerca de 6 km do rio São Francisco (EMBRAPA, 2002; MARTINS E COSTA, 2016; IBGE, 2017; BRASIL, 2005).

A cidade de Delmiro Gouveia, segundo censo do IBGE em 2010, conta com uma população de aproximadamente 48.096 habitantes e densidade demográfica em torno de 79,13 hab/km².

Figura 5- Limites territoriais do município de Delmiro Gouveia.



Fonte: Google Maps, 2018.

3.4.1.1 Características físicas e biológicas

Clima

De acordo com a classificação de Köppen e Geiger, o clima é BSh. É considerado semi-árido, seco e quente. A temperatura média do município é de 25,4° C com índice pluviométrico de 511 mm/ano e maior precipitação no verão (PREFEITURA MUNICIPAL DE DELMIRO GOUVEIA, 2017).

Segundo SANTOS et al. (2017), o período de estiagem em Delmiro Gouveia inicia em junho e termina apenas em fevereiro. No meses de agosto, setembro e novembro, o clima é considerado Semidesértico e em outubro é classificado como Desértico, mês que ocorre a menor precipitação pluvial. No meses de janeiro, fevereiro, abril, junho, julho e dezembro, o clima é considerado Seco. O período chuvoso é observado apenas nos meses de março e maio.

Relevo

O município de Delmiro está localizado na unidade geoambiental da *Depressão Sertaneja*, que representa paisagem típica do semi-árido nordestino. As superfícies de

pediplanação abrangem quase todo território municipal. São um pouco inclinadas no sentido norte-sul, com relevo suave ondulado em sua maior parte e regiões planas. As superfícies de pediplanação estão situadas entre altitudes de 250 m (a partir da margem do rio São Francisco) a 355 m. Nessas áreas, destaca-se a presença de trechos inselbergues e perfis íngremes. Esses relevos isolados refletem os ciclos de erosão que atingiram grande parte do sertão (EMBRAPA, 2002; BRASIL, 2005).

Hidrografia

O sistema de drenagem no município é bastante denso e tem por componentes principais os rios São Francisco (limita o sul da cidade com a Bahia num percurso de aproximadamente 55 km) e o Moxotó (limita o noroeste do município com o estado de Pernambuco num percurso de 13 km). Os rios são perenes e correm na direção oeste-leste para o oceano Atlântico. Suas águas fornecem abastecimento rural, favorecendo o desenvolvimento agrícola na região, e urbano. Também funcionam como divisores políticos municipal e estadual. O volume de água nesses rios são maiores nas épocas chuvosas, devido à ocorrência de chuvas concentradas, enquanto que nos demais meses no ano eles secam (EMBRAPA, 2002).

Geologia

Apresenta em sua grande maioria rochas do Complexo Migmatito-Granitóide pertencente à unidade do Pré-Cambriano Indiviso, sendo as principais rochas granitóides, diatexitos, granitos, migmatitos e gnaisses. Nos leitos dos rios e riachos, é possível encontrar depósitos aluvionares arenosos (EMBRAPA, 2002).

Solos

De modo geral, os solos são pouco profundos com baixa capacidade de armazenamento de água, alta suscetibilidade a erosão e baixo teor de matéria orgânica. É composta por áreas extensas de Regossolos (RE), Planossolos e Solonetz Solodizados (PL/SS) e Solos Litólicos (R). Numa menor proporção, ocorrem áreas com Latossolos Vermelhos-Amarelos (LV), bem como Podzólicos Vermelho-Amarelos (PV), Brunos Não Cálcicos (NC) e Areias Quartzosas (AQ) (EMBRAPA, 2002).

Vegetação

A vegetação predominante na região é composta por Caatinga Hiperxerófila e trechos de floresta Caducifólia.

A Caatinga Hiperxerófila é uma vegetação que surge, geralmente, em solos pouco profundos com a presença de plantas de baixo e médio porte. A floresta caducifólia caracteriza a queda das folhas durante o período de estiagem. As espécies mais importantes são: catingueira, favela, angico, juazeiro, marmeleiro, jurema preta e branca, mandacaru, umbuzeiro e aroeira. A maioria das espécies armazenam água em seus caules e raízes como cactos e umbuzeiros (MARTINS e COSTA, 2016; BRASIL, 2005).

3.4.1.2 Aspectos Socioeconômicos

Trabalho e rendimento

Em 2015, o salário médio mensal dos trabalhadores formais era em torno de 1,7 salários mínimos e a proporção de pessoas ocupadas em relação à população total era de 10% (IBGE, 2017).

Quando comparado com outros municípios do país, quanto ao salário mensal dos trabalhadores, Delmiro ocupava a posição 3666 de 5570. Em relação aos municípios do estado de Alagoas, a cidade fica na posição 51 de 102 (IBGE, 2017).

Educação

Em 2015, o município contava com 33 estabelecimentos de ensino fundamental (IBGE, 2017).

Economia

Em 2015, o Produto Interno Bruto (PIB) per capita de Delmiro era de R\$ 9.330,46. Em comparação com outros municípios do país, chegou a ocupar a posição 3877 de 5570. Em relação aos municípios do estado, ficou na colocação 33 de 102 (IBGE, 2017).

Pecuária

Em 2016, o efetivo de rebanho bovino colocou a cidade em 64° de 102 municípios de Alagoas e 3484° de 5570 município no país Alagoas (IBGE, 2017).

Em relação ao efetivo de caprino, equino, galináceo, mel de abelha, ovino, suíno, as posições foram 2°, 18°, 51°, 23°, 2° e 28°, respectivamente, dos 102 municípios do estado de Alagoas (IBGE, 2017).

Produção agrícola- Lavoura permanente

Em 2016, a quantidade produzida de cachos de banana, colocou a cidade de Delmiro no ranking 54° dos 102 municípios de Alagoas e 3213 de 5570 municípios do Brasil. Já quanto a quantidade de castanha de caju produzida, a cidade está na posição 7° dos 102 municípios de Alagoas e 187° das 5570 das cidades do país (IBGE, 2017).

Pessoas ocupadas em estabelecimentos agropecuários

Pessoas que se encontram em estabelecimentos agropecuários do sexo masculino em Delmiro Gouveia são 1.160 pessoas, ocupando o ranking de 77° dos 102 municípios de Alagoas. Em relação ao sexo feminino, o número de pessoas é de 370 na posição 63° dos 102 municípios de Alagoas (IBGE, 2017).

Saúde

Em 2014, a taxa de mortalidade infantil registrada foi de 15,05 óbitos a cada mil nascidos vivos. Comparando com outros municípios do Brasil, a colocação da cidade de Delmiro foi de 2026 de 5570. Quando comparado com os municípios do estado, a posição foi 54 de 102 (IBGE, 2017).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

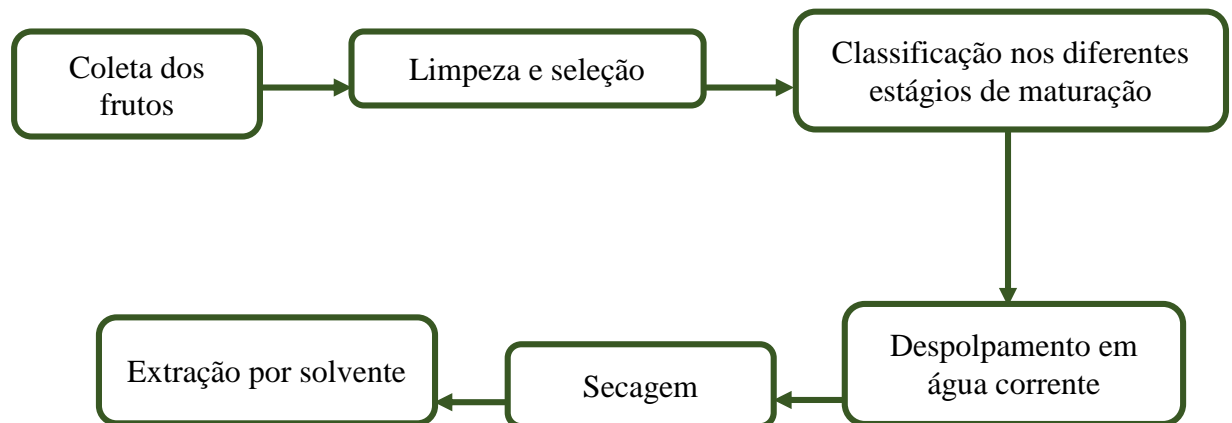
4.1 Matéria-prima

Os experimentos foram realizados utilizando sementes de Nim provenientes da cidade de Delmiro Gouveia (AL), no povoado Olho d'Águinha.

As análises das sementes foram realizadas no Laboratório de Otimização e Controle de Processos da Universidade Federal de Alagoas (LASSOP/UFAL).

4.2 Comparativo do teor de óleo presente nas sementes colhidas em diferentes estágios de maturação

O processamento dos frutos de Nim visando à obtenção da semente para extração compreendeu as seguintes etapas:



4.2.1 Coleta dos frutos

Os cachos de frutos de Nim foram colhidos manualmente das árvores, em diferentes estágios de maturação segundo Tabela 2. O transporte foi efetuado em sacolas plásticas até a chegada na capital do estado.

Em Maceió, o material foi selecionado, retirando-se ramos e folhas, insetos ainda presentes no cachos e partes doentes e danificadas, restando apenas os frutos. Para cada cacho, separou-se os frutos verdes e maduros em diferentes sacolas.

As amostras colhidas foram numeradas e classificadas segundo a porcentagem de amadurecimento em cada cacho pela equação 13.

$$\%amadurecimento = \frac{\text{Quantidade de frutos maduros no cacho}}{\text{Quantidade de frutos total no cacho}} \quad (13)$$

Os estágios de maturação foram definidos em intervalos segundo a porcentagem de amadurecimento. Foram selecionados quatro cachos para cada estágio de maturação a serem analisados. Os dados obtidos foram dispostos na Tabela 2.

O processo de amadurecimento dos frutos verdes foi observado a cada 24 horas. Considerou-se o estado de “fruto maduro”, não somente quanto a coloração amarelada do fruto, mas também quando a polpa que reveste o endocarpo possui pouca aderência à semente, saindo com facilidade após uma leve pressão manual. Essa condição pode acontecer mesmo em sementes ainda esverdeadas.

Figura 6- a) Frutos de Nim nos cachos em Delmiro Gouveia; b) Sacolas plásticas com os frutos após classificação; c) Sacola enumerada segundo a porcentagem de amadurecimento com frutos verdes e maduros.

a)



b)



c)



Fonte: Autora, 2018.

Tabela 2- Classificação das amostras em diferentes estágios de maturação.

Estágios de maturação (%)	% amadurecimento das amostras			
	Repetições			
	I	II	III	IV
0-20	12	11	15	20
20-40	22	39	22	27
40-60	60	60	59	44
60-80	77	66	62	65
80-100	88	92	94	87

Fonte: Autora, 2018.

4.2.2 Despulpamento dos frutos

O despulpamento foi iniciado após o amadurecimento de todos os frutos colhidos.

Os frutos de cada amostra, com o uso de uma peneira de nylon 3 mm x 3 mm, foram despulpados manualmente, pressionando-os levemente em movimentos circulares com o auxílio de água corrente (LIAUW et al., 2008; PARCKERT e FINZER, 2016).

As sementes foram guardadas em ambiente fresco e ventilado para secagem da água de lavagem presente na superfície e, após 24 horas, as sementes foram submetidas ao processo de secagem.

Figura 7- a) Peneira utilizada para realizar o despulpamento em água corrente dos frutos de Nim; b) Sementes após lavadas e despulpadas.

a)



b)



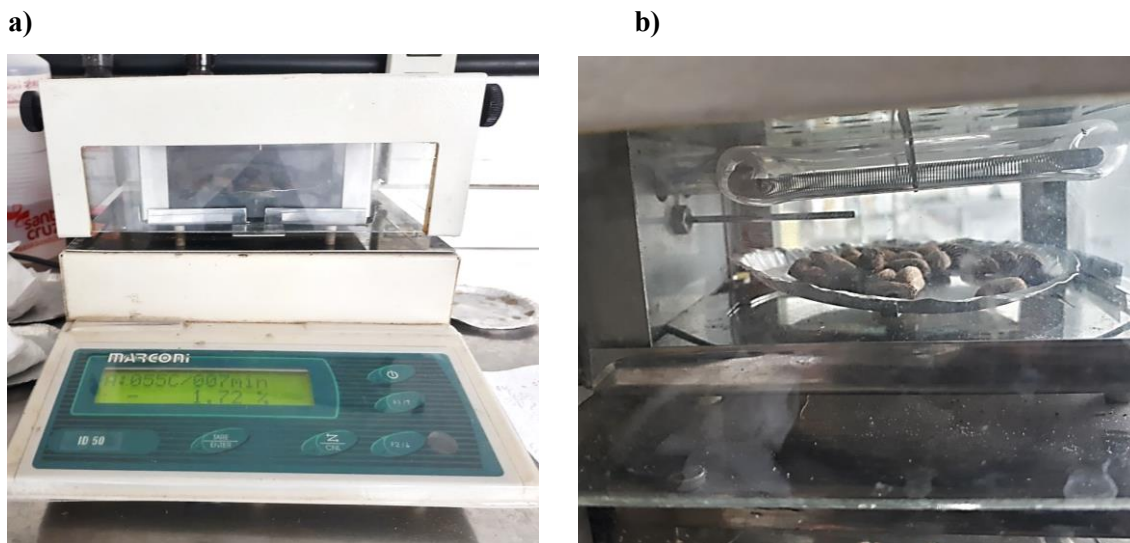
Fonte: Autora, 2018.

4.2.3 Secagem das sementes

As sementes foram secas em Balança Determinadora de Umidade Infravermelho-Marte-ID50 a 50°C até atingir o teor de umidade constante (LIAUW et al., 2008; SATYANANDAM et al., 2011; ADEWOYE et al., 2012; AWOLU, OBAFAYE e AYODELE, 2013). O teor de umidade e a massa final da amostra foram registradas pela balança ao final do processo.

Em seguida, a casca (tegumento) das sementes de Nim foram quebradas e separadas das amêndoas (cotilédones). As amêndoas foram trituradas e resfriadas em dessecador por 24 h (PAES et al., 2015; ADEWOYE et al., 2012).

Figura 8- a) Balança Determinadora de Umidade Infravermelho-Marte-ID50 utilizada para secagem das sementes; b) Sementes em prato de alumínio durante o processo de secagem.



Fonte: Autora, 2018.

4.2.4 Extração do óleo da semente por solvente orgânico

As amostras de amêndoas trituradas foram pesadas em balança analítica, postas em cartucho confeccionado em papel de filtro (Figura 10) e transferidas para um extrator tipo Soxhlet acoplado a um balão de 300 mL, contendo 200 mL de álcool etílico absoluto e mantido sob refluxo durante 5 horas (PAES et al., 2015).

Após a extração, o papel de filtro com as amêndoas foi seco na estufa a 80°C durante 1 h. O material foi deixado resfriar no dessecador por 10 min e foi novamente pesado em balança analítica. A massa das amêndoas foi calculada sendo descontada a massa do papel de filtro.

A extração foi realizada separadamente para frutos verdes e maduros e, através dos valores de massa inicial e final das sementes de ambos, o teor de óleo de cada cacho foi calculado pela equação 14.

$$T.O.\% = \left(\frac{M_i - M_f}{M_i} \right) * 100 \quad (14)$$

Sendo que: T.O. = Teor de óleo (%); M_i = Massa inicial das sementes (g); M_f = Massa final das sementes (g).

Figura 9- Sementes de Nim trituradas em pilão após o processo de secagem.



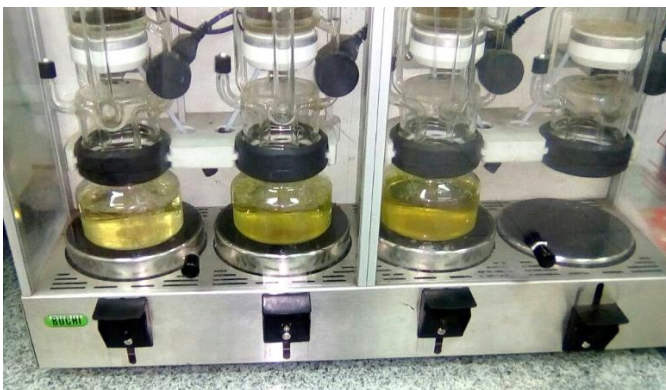
Fonte: Autora, 2016.

Figura 10- Extração por solvente das sementes de Nim: a) Sementes secas e papeis de filtro utilizados para a extração; b) Balões com solvente e óleo de Nim durante processo de extração.

a)



b)



Fonte: Autora, 2018.

4.2.5 Análise estatística dos dados

Na análise estatística dos dados foi utilizado o Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC). O DIC é considerado um delineamento estatístico básico e leva em conta somente os princípios da repetição e da casualização, não possuindo, o princípio do controle local. Sendo assim, é necessário que os experimentos sejam realizados em ambientes uniformes. A partir dessa análise, é possível aplicar o Teste F (usado para comparar variâncias) e, quando existe diferença significativa entre os tratamentos, o Teste de Tukey. Esse último é utilizado para comparar o contraste existente entre duas médias de tratamentos (FERREIRA, 2011).

Os dados foram submetidos à Análise de Variância (ANAVA) com auxílio do programa STATISTICA, versão 9.0.

4.3 Estudo da secagem e construção das curvas cinéticas

Nessa etapa, as sementes de Nim foram submetidas à secagem em diferentes temperaturas e pré-tratamentos. Posteriormente, as sementes foram extraídas por prensa hidráulica e o teor de óleo foi avaliado para cada condição proposta.

4.3.1 Coleta e secagem dos frutos

Apenas frutos de Nim no estágio de maturação 40-60% foram coletados e armazenados em sacolas plásticas até a chegada em Maceió para serem submetidos às análises.

O material foi selecionado, retirando-se ramos e folhas, partes doentes e danificadas, restando apenas os frutos.

Os frutos maduros foram separados em três amostras a fim de receberem três diferentes pré-tratamentos. Posteriormente, as três amostras foram particionadas e submetidas à secagem em seis temperaturas diferentes até umidade constante conforme Tabela 3.

A secagem foi realizada utilizando secador com convecção forçada pesando, aproximadamente, 4 g de sementes em cada amostra. O teor de umidade no decorrer do tempo, em intervalos determinados, foi registrado até umidade constante. Cada tratamento foi avaliado em triplicata.

Os valores de umidade foram calculados através da Equação 15.

$$X_t = \frac{(M_i - M_f)}{(M_i)} \quad (15)$$

Sendo que: X_t = Umidade da semente (base úmida); M_i = Massa inicial das sementes (g); M_f = Massa final das sementes (g).

Tabela 3- Tipos de pré-tratamento e temperaturas de secagem aplicadas aos frutos de Nim.

Tipos de pré-tratamentos					
Sementes com polpa		Sementes sem polpa		Sementes sem polpa e trituradas	
Temperaturas de secagem para cada tipo de pré-tratamento					
50°C	60°C	70°C	80°C	90°C	100°C

Fonte: Autora, 2018

4.3.2 Construção das curvas cinéticas

As curvas foram determinadas segundo as variações de pré-tratamento e temperatura de secagem contidas na Tabela 3. Os dados experimentais foram expressos na forma de razão de umidade (RU) segundo Equação 8.

Para descrição da cinética de secagem foram utilizados os modelos de regressão não-linear propostos por Lewis, Page, Henderson e Pabis, Modelo Exponencial Simples, Modelo Exponencial Duplo e Midilli.

As curvas obtidas experimentalmente foram ajustadas aos modelos matemáticos, por meio da análise de regressão não linear pelo método Quasi-Newton, utilizando o programa computacional STATISTICA 9.0.

O método Quase-Newton investiga a função em diferentes pontos para retornar as derivadas de primeira e segunda ordem. A partir dessa informação, o método traça um caminho com mínima discrepância entre dados experimentais e os previstos pelo modelo utilizado (SILVA et al., 2011).

A avaliação do grau de adequação aos dados propostos pelo modelo e os observados experimentalmente foi realizada por meio de cálculos dos parâmetros estatísticos e pelos

critérios: O maior coeficiente de determinação (R^2), menor desvio entre os valores previstos e os medidos da raiz do erro quadrático médio (REQM), menor intervalo de variação do chi-quadrado reduzido (χ^2) e o menor valor do erro médio relativo (P). Os parâmetros foram calculados pelas Equações 14, 15, 16 e 17.

4.3.3 Extração mecânica das sementes

Para cada amostra, conforme o pré-tratamento e temperatura de secagem, as sementes foram trituradas e submetidas à extração mecânica.

O óleo foi extraído das sementes por extração em prensa hidráulica por batelada do modelo P15 ST, marca BOVENAU com capacidade de 15 toneladas (Figura 11).

Ao fim da extração, o óleo e a torta foram pesados em balança analítica.

O rendimento do óleo foi calculado pela equação 16.

$$T.O.\% = \left(\frac{M_i - M_t}{M_i} \right) * 100 \quad (16)$$

Sendo que: T.O. = Teor de óleo (%); M_i = Massa inicial das sementes (g); M_t = Massa da torta (g).

Figura 11- Prensa hidráulica por batelada.



Fonte: Autora, 2018.

4.3.4 Análise estatística dos dados

Na análise estatística dos dados foi utilizado dos experimentos fatoriais aplicado ao DIC. Os experimentos fatoriais são utilizados quando existem combinações entre dois ou mais grupos de tratamento. Quando utilizado, não é considerado um delineamento estatístico mas um esquema orientado de desdobramento de graus de liberdade de tratamentos, por isso é necessária sua aplicação à um delineamento estatístico, no caso, o DIC. A partir dessa análise, é possível aplicar o Teste F (usado para comparar variâncias) e, quando existe diferença interação significativa entre os tratamentos, é necessário fazer os desdobramentos de cultivares dentro de cada nível (FERREIRA, 2011).

Os dados foram submetidos à Análise de Variância (ANAVA) com auxílio do programa STATISTICA, versão 9.0.

4.4 Pré-tratamento e secagem das sementes no povoado Olho d'Águinha

4.4.1 Coleta das sementes

Os frutos de Nim, com 40-60% maturação, foram colhidos e o material selecionado, retirando-se ramos e folhas, partes doentes e danificadas.

4.4.2 Escolha do local para secagem das sementes

Os frutos foram dispostos por 7 dias em lonas estendidas no chão para secagem com incidência direta da luz solar (BAWA et al, 2007; EMBRAPA, 2008). Cada amostra, conforme os pré-tratamentos dispostos na Tabela 3, foram submetidas à secagem na temperatura da região. Foram preparadas 9 amostras, sendo 3 repetições para cada pré-tratamento. A temperatura e umidade do local no momento da secagem foram determinadas com o uso de do Termo-Higrômetro Digital Incoterm.

Figura 12- Sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas expostas em lonas para secagem no povoado Olho d'Águinha.



Fonte: Autora, 2019.

Figura 13- Pilão utilizado para triturar as sementes no povoado Olho d'Águinha.



Fonte: Autora, 2019.

4.4.3 Extração mecânica das sementes

As sementes secas no povoado Olho d'Águinha foram transportadas para Maceió e trituradas a fim de serem submetidas à extração do óleo.

O óleo foi extraído em prensa hidráulica por batelada do modelo P15 ST, marca BOVENAU com capacidade de 15 toneladas. O rendimento do óleo foi calculado pela equação 16.

4.4.4 Análise estatística dos dados

Na análise estatística dos dados foi utilizado o Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC).

Os dados foram submetidos à Análise de Variância (ANAVA) com auxílio do programa STATISTICA, versão 9.0.

4.5 Análises físico-químicas

O óleo bruto de Nim, extraído por prensa hidráulica, foi caracterizado no Laboratório de Química- IFAL segundo algumas metodologias.

4.5.1 Ácidos graxos livres

O método utilizado na determinação do teor de ácidos graxos livres, por titulometria, é o 325/IV das Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). É definido como o número de mg de NaOH necessário para neutralizar os ácidos graxos livres presente em 1 g de amostra.

4.5.2 Índice de Iodo

Esse índice mede a insaturação dos lipídios sendo expresso em número de centigramas de iodo absorvidos por grama de amostra. O método utilizado é o 329/IV das Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

3.5.3 Índice de saponificação

O índice de saponificação indica o peso molecular médio dos ácidos graxos na amostra e representa a quantidade de hidróxido de potássio (KOH) necessário para saponificar 1 g de amostra, sendo expresso em número de miligramas. O método utilizado é 328/IV das Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Comparativo do teor de óleo presente nas sementes colhidas em diferentes estágios de maturação

Os teores de óleo presente nas amostras, após extração por solvente, estão dispostos na Tabela 4. O experimento foi realizado com quatro repetições.

Tabela 4- Teor de óleo das amostras em cada estágio de maturação.

Estágios de maturação (%)	Teor de óleo das amostras (%)			
	Repetições			
	I	II	III	IV
0-20	36,38	28,90	25,64	39,96
20-40	37,29	35,04	37,94	43,40
40-60	43,47	42,87	42,22	52,37
60-80	25,50	25,54	26,25	33,17
80-100	17,60	16,21	13,89	18,80

Fonte: Autora, 2018.

Com o auxílio do programa STATISTICA 9.0, o conjunto de dados (teor de óleo) para cada tratamento (estágio de maturação) foi analisado quanto à média dos valores, mediana e desvio padrão, conforme Tabela 5.

Tabela 5- Estatística descritiva dos dados de teor de óleo para cada estágio de maturação.

Estágio de maturação	Média	Mediana	Desvio padrão
0-20%	32,72	32,63	6,70
20-40%	38,42	37,62	3,55
40-60%	45,23	43,17	4,79
60-80%	27,61	25,90	3,72
80-100%	16,63	16,91	2,11

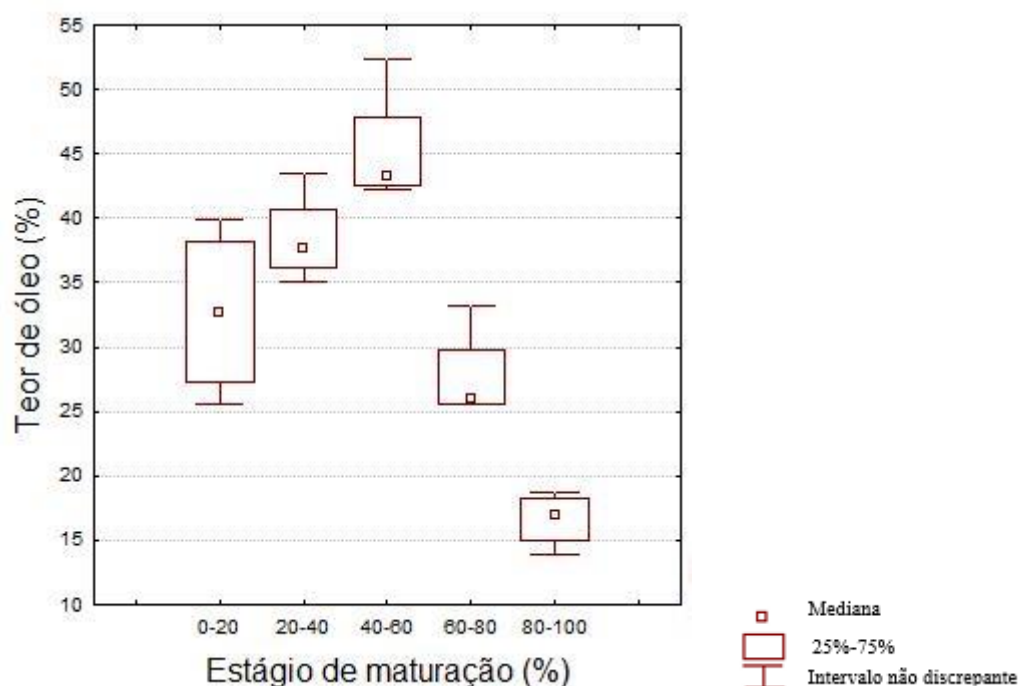
Fonte: Autora, 2018.

Sendo os valores de média e mediana próximos, refletindo a simetria dos dados, o desvio padrão foi calculado em torno da média para quantificar a variabilidade dos dados.

O estágio de maturação de 0-20% obteve maior valor no desvio padrão, seguido do estágio 40-60% com segundo maior valor de desvio padrão e maior média dentre todos.

O diagrama de caixas (*Box Plot*) representa os dados de cada tratamento, conforme Gráfico 3.

Gráfico 3- Diagrama de caixas do teor de óleo em função do estágio de maturação.



Fonte: Autora, 2018.

O teor de óleo das sementes calculado nos diversos estágios foi comparado com estudo de outros autores que também realizaram a extração do óleo de Nim. Segundo BENÍCIO, NETO e SOUZA (2010), a extração da farinha de amêndoas de Nim em extrator Soxhlet usando n-hexano resultou na obtenção de 56,02% de óleo.

LIAUW et al. (2008) realizaram a extração do óleo de Nim utilizando n-hexano e etanol como solventes, em refluxo por 3 horas, e obteve 44,29% de óleo para o n-hexano e 41,11% para o etanol. PAES et al. (2015), utilizaram 5 horas de extração com etanol e obteve 53,55%. SATYANANDAM et al. (2011) garantiram 42,6% de óleo extraído com éter de petróleo e 39,17% com etanol. AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013) utilizaram éter de petróleo e obtiveram 49% de óleo.

MAZONI (2008), utilizando sementes de Nim moídas, obteve 47,37% de óleo com hexano. Na extração com etanol, o valor encontrado foi de 53,47% e na extração com metanol de 66,49%.

Segundo KUMAR E PARMAR (1996) E KAUSHIK (2002), as sementes caracterizam-se pelo alto conteúdo de óleo (30-50%).

DRUMMOND et al. (2008) compararam a extração do óleo das sementes de mamona utilizando o Soxhlet com o uso da prensa instrutora. Os teores de óleo extraídos por Soxhlet com diferentes solventes foram 51% (com metanol), 47% (com etanol) e 41% (com hexano). A extração em prensa resultou em 34% de óleo.

Os teores de óleo encontrados em amostras nos estágios de maturação 20-40% e 40-60% foram encontrados dentro da faixa descrita pela literatura.

A partir desses valores, foi possível realizar uma análise estatística dos dados utilizando o Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC).

Considerando-se o experimento com 5 tratamentos (percentuais de maturação) e quatro repetições, dando um total de 20 parcelas, foi construído o quadro auxiliar da análise da variância (ANAVA).

Tabela 6- Teor de óleo das sementes de Nim em função dos cinco estágios de maturação.

Estágios de maturação (%)	Repetições				Totais de estágios de maturação
	I	II	III	IV	
A- 0-20	36,38	28,90	25,64	39,96	130,87
B- 20-40	37,29	35,04	37,94	43,40	153,68
C- 40-60	43,47	42,87	42,22	52,37	180,93
D- 60-80	25,50	25,54	26,25	33,17	110,46
E- 80-100	25,50	25,54	26,25	33,17	66,50
Total	-	-	-	-	642,44

Fonte: Autora, 2018.

O esquema da análise de variância é dado por:

Tabela 7- Análise de variância (ANAVA) do teor de óleo das sementes de Nim em função dos cinco estágios de maturação.

Causa de variação	GL	SQ	QM	F
Estágios de maturação	4	1.889,56	472,39	24,27**
Resíduo	15	291,92	19,46	
Total	19	2.181,48		

GL= número de graus de liberdade; SQ= soma de quadrados; QM= quadrado médio; F= valor calculado do teste F; t= números de tratamentos; r= número de repetições do experimento. Nota: (**) Significativo no nível de 1% de probabilidade.

Fonte: Autora, 2018.

Através do valor encontrado no teste F, constatou-se que o F calculado é superior ao F tabelado, dentro das condições do experimento, indicando que houve diferença significativa no nível de 1% de probabilidade, ou seja, com mais de 99% de probabilidade deve existir pelo menos um contraste entre os estágios de maturação em que foram colhidas as sementes que difere de zero.

O coeficiente de variação foi 13,73%, indicando uma boa precisão experimental.

Sendo o teste F significativo, aplicou-se o teste de Tukey (Δ) na análise de variância para comparar todo e qualquer contraste entre duas médias de tratamento. Tratando-se do mesmo número de repetições para cada média dos tratamentos, calculou-se o valor de Δ pela equação 17.

$$\Delta(5\%) = q \frac{s}{\sqrt{r}} \quad (17)$$

Onde: q = valor da amplitude total estudentizada no nível de 5% de probabilidade; s= estimativa do desvio padrão do erro experimental; r= número de repetições do experimento.

O valor de Δ , após substituição dos valores, foi de 9,64.

Tabela 8- Teste de Tukey para o teor de óleo das sementes de Nim em função dos estágios de maturação.

	\hat{m}_A	\hat{m}_B	\hat{m}_C	\hat{m}_D	\hat{m}_E
\hat{m}_A	32,72 1/	5,70 ns	12,52*	5,10 ns	16,09*
\hat{m}_B		38,42	6,81 ns	10,80*	21,79*
\hat{m}_C			45,23	17,62*	28,61*
\hat{m}_D				27,61	10,99*
\hat{m}_E					16,63

(1/) Médias: $\hat{m}_A = 0-20\%$; $\hat{m}_B = 20-40\%$; $\hat{m}_C = 40-60\%$; $\hat{m}_D = 60-80\%$; $\hat{m}_E = 80-100\%$ Notas: (*) Significativo pelo teste de Tukey no nível de 5% de probabilidade. (ns) Não significativo pelo teste de Tukey no nível de 5% de probabilidade.

Fonte: Autora, 2018.

Comparando-se o valor de cada contraste disposto na Tabela 8 com o valor de Δ , pôde-se fazer as seguintes conclusões:

Os frutos colhidos com variação de 0-20% de maduros diferem estatisticamente dos frutos colhidos nos estágios 40-60% e 80-100%, apresentando teor de óleo maior que esse e menor que aquele.

Os frutos colhidos com variação de 20-40% apresentaram segundo maior teor de óleo quando comparado com os demais intervalos, diferindo estatisticamente dos intervalos 60-80% e 80-100%.

Os frutos colhidos no estágio de maturação de 40-60% apresentaram maior teor de óleo que os outros estágios, diferindo estatisticamente de todos, exceto do intervalo 20-40%.

O intervalo de 60-80% de sementes maduras não diferiu estatisticamente apenas do intervalo 0-20%, sendo o segundo menor teor de óleo registrado.

O menor teor de óleo nas sementes foi constatado no intervalo 80-100%, diferindo estatisticamente de todos os intervalos.

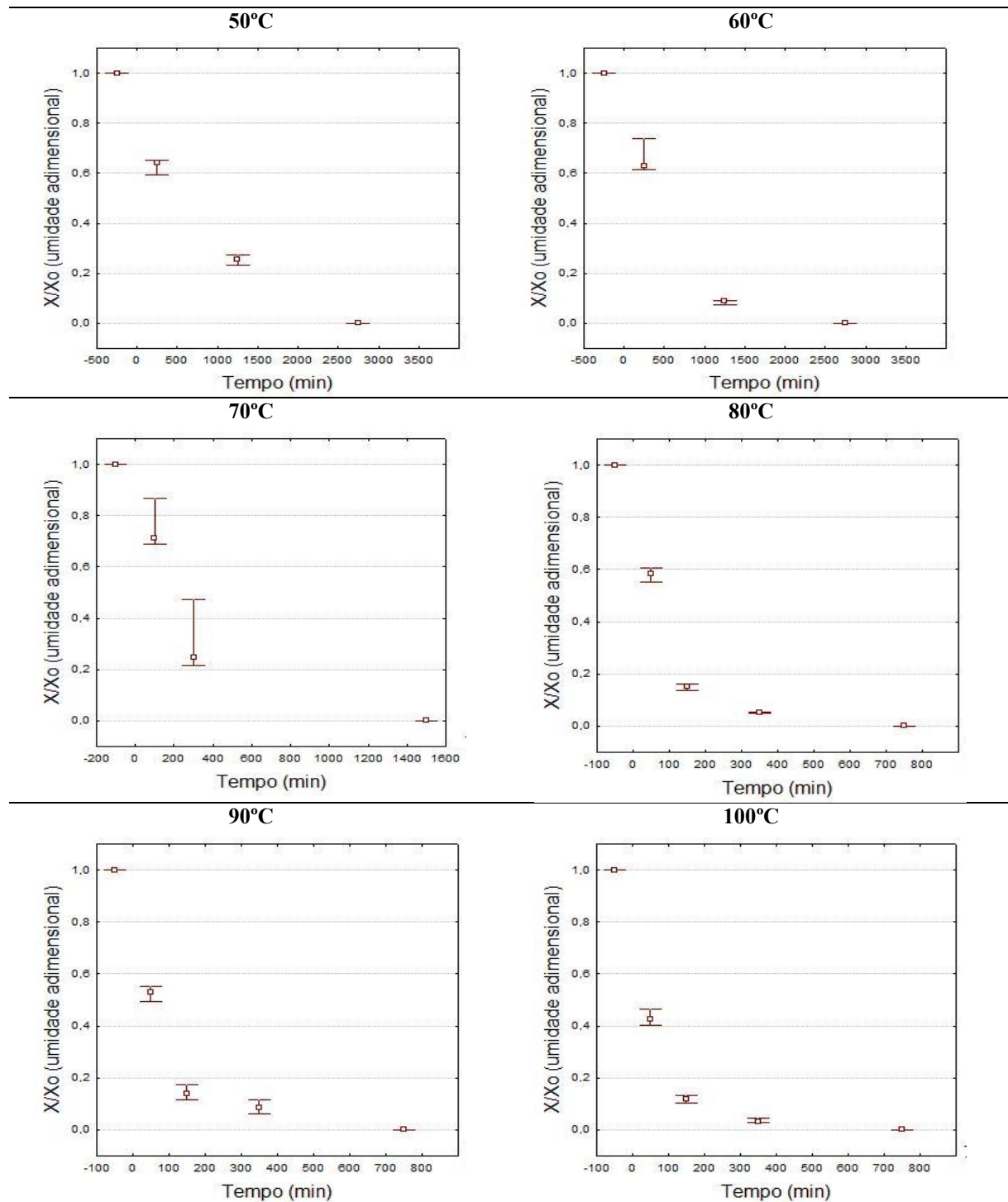
Quanto maior o tempo de permanência dos frutos no cacho, os primeiros que amadurecem tendem a cair do pé e poucos permanecem na árvore. Sendo assim, no momento da colheita, os frutos presentes no cacho são poucos e o teor de óleo é menor. Os cachos com porcentagem de maturação de 40-60%, ou seja, com frutos verdes, aproximadamente, na mesma quantidade de frutos maduros, além de apresentaram maior teor de óleo, também foi observado

que a quantidade de frutos no cacho é maior quando comparado com maiores porcentagens de maturação.

5.2 Estudo da secagem e construção das curvas cinéticas

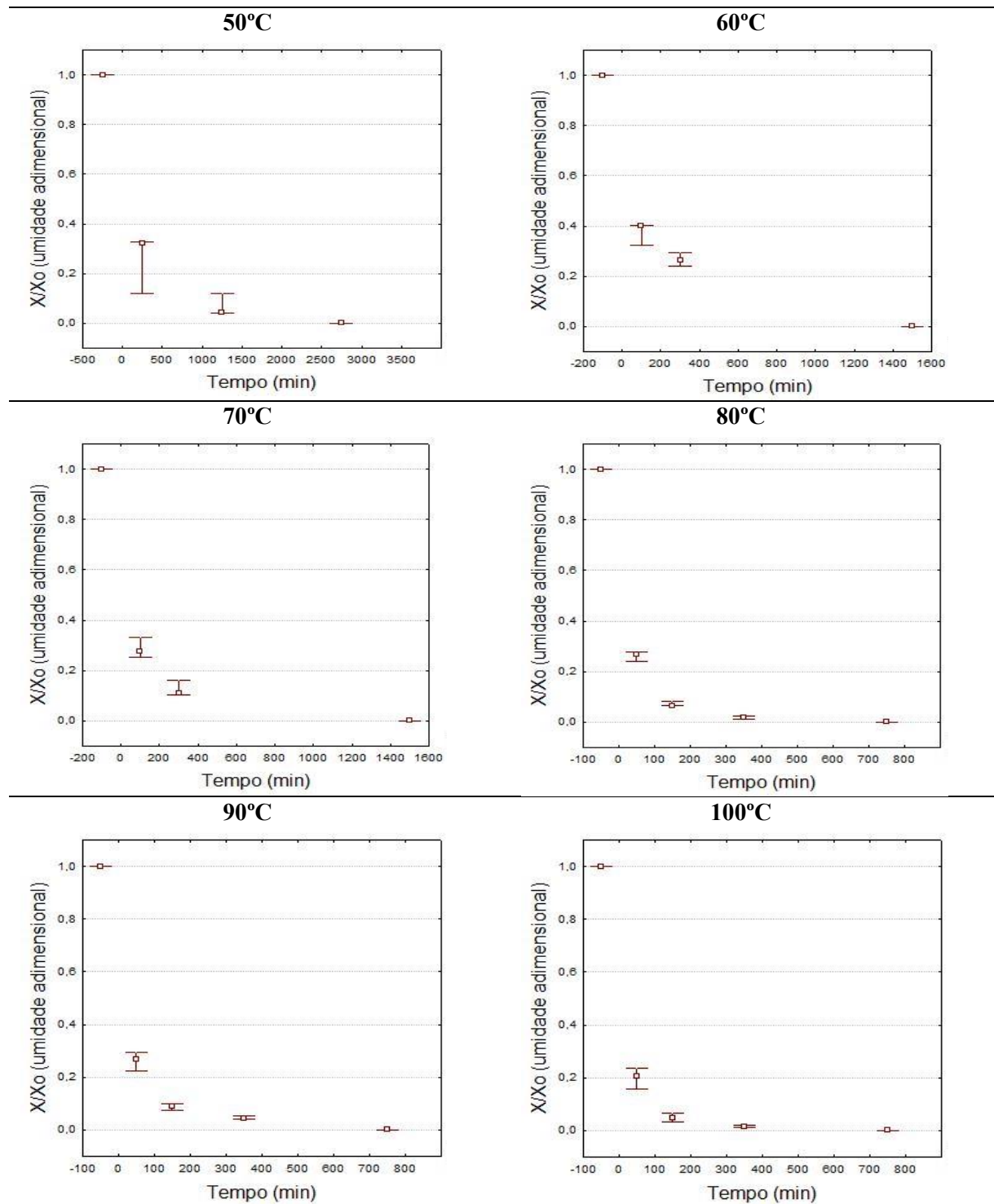
Os Gráficos 4 a 6 ilustram os resultados da secagem das sementes com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50, 60, 70, 80, 90 e 100°C, apresentando a umidade adimensional do produto ao longo do tempo. A escala da abscissa utilizada não é a mesma em todos os gráficos devido a diferença significativa nos tempos de secagem nas diversas temperaturas, sendo difícil visualizar os dados com a uniformização da escala. Os valores de umidade adimensional presentes nos gráficos estão disponíveis no Apêndice para consulta.

Gráfico 4 – Dados de secagem das sementes com polpa nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C – umidade adimensional em função do tempo (min).



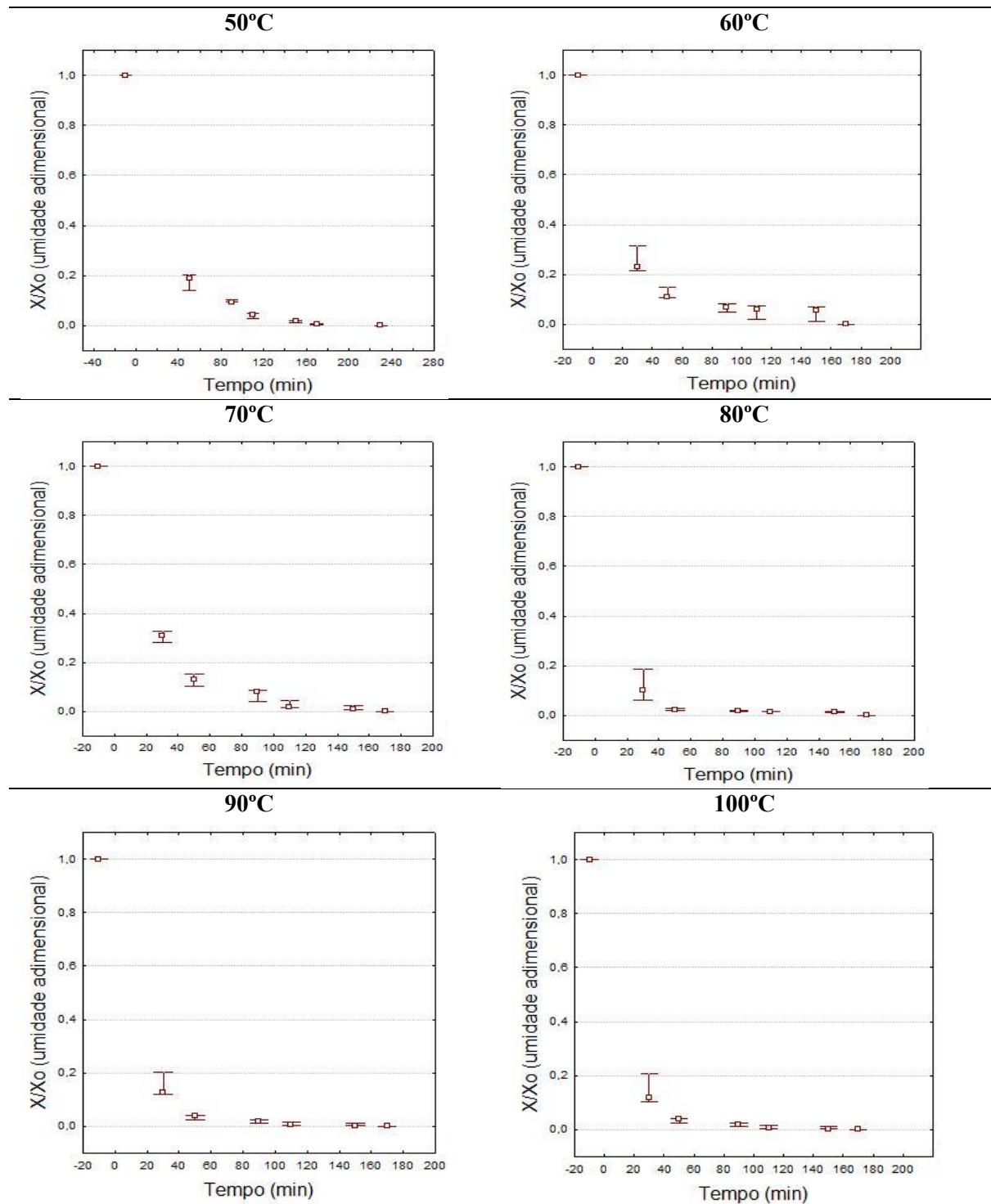
Fonte: Autora, 2019.

Gráfico 5 – Dados de secagem das sementes sem polpa nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C – umidade adimensional em função do tempo (min).



Fonte: Autora, 2019.

Gráfico 6 – Dados de secagem das sementes sem polpa e triturada nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C – umidade adimensional em função do tempo (min).



Fonte: Autora, 2019.

A partir dos dados procedentes dos Gráficos 4 a 6, a Tabela 9 aglutina e compara os tempos de secagem das sementes com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas diferentes temperaturas utilizadas.

Tabela 9 – Tempo de secagem (h) das sementes com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas de 50, 60, 70, 80, 90 e 100°C.

Temperatura de secagem (°C)	Com polpa	Sem polpa	Sem polpa e trituradas
	Tempo de secagem (h)		
50	48	48	4
60	48	24	3
70	24	24	3
80	12	12	3
90	12	12	3
100	12	12	3

Fonte: Autora, 2019.

Diante do exposto na Tabela 9, pode-se concluir que as sementes secas sem polpa e trituradas demandaram o menor tempo quando comparado com o tempo para os demais pré-tratamentos.

Para as sementes secas com polpa e sem polpa, o tempo de secagem foi similar. Apenas à temperatura de 60°C, o valor diferiu. A presença da polpa e do tegumento (casca) dificulta a remoção da água, localizada em maior concentração nas amêndoas (interior da semente). Quando secas sem polpa e trituradas, as amêndoas permanecem durante todo o processo expostas ao ar de secagem, facilitando a remoção da água.

5.2.1 Construção das curvas cinéticas

Nas Tabelas 10 a 12 estão apresentados os valores dos parâmetros estatísticos (R^2 , χ^2 , $REQM$ e P), conforme apresentadas as Equações 14 a 17, utilizados para avaliar a adequação dos valores experimentais aos modelos matemáticos propostos, considerando-se a temperatura do ar de secagem e os tipos de pré-tratamento para cada amostra. Na Tabela 13, encontram-se os coeficientes do modelo Page (k e n) ajustados por meio de regressão não linear aos dados experimentais de secagem das sementes de Nim.

Tabela 10- Coeficiente de determinação (R^2), raiz do erro quadrático médio (REQM), erro médio relativo (P) e chi-quadrado reduzido (χ^2) das sementes de Nim nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C em diferentes pré-tratamentos, segundo os modelos de Lewis e Page.

Parâmetro	Pré-tratamento	Temperatura (°C)						
		50	60	70	80	90	100	
Lewis	R^2	1	0,9957	0,9970	0,9966	0,9991	0,9971	0,9989
		2	0,9967	0,9364	0,9910	0,9986	0,9942	0,9987
		3	0,9998	0,9942	0,9985	0,9995	0,9997	0,9997
	REQM	1	0,0365	0,0317	0,0325	0,0165	0,0283	0,0176
		2	0,0323	0,1287	0,0522	0,0202	0,0398	0,0193
		3	0,0071	0,0351	0,0182	0,0111	0,0080	0,0084
	P	1	1,8113	17,4526	6,0012	11,3814	16,1441	20,6917
		2	23,8029	25,7504	24,9834	32,9004	35,3179	36,6231
		3	5,8810	41,4849	27,5377	47,8833	43,7214	44,8621
χ^2	1	0,0018	0,0013	0,0014	0,0003	0,0010	0,0004	
	2	0,0014	0,0221	0,0036	0,0005	0,0020	0,0005	
	3	0,0001	0,0014	0,0004	0,0001	0,0001	0,0001	
Page	R^2	1	0,9984	1,0000	0,9999	0,9993	0,9978	1,0000
		2	0,9997	0,9911	0,9995	1,0000	0,9997	1,0000
		3	0,9999	0,9995	0,9999	0,9998	0,9999	0,9999
	REQM	1	0,0224	0,0010	0,0049	0,0140	0,0245	0,0035
		2	0,0098	0,0489	0,0122	0,0016	0,0091	0,0017
		3	0,0050	0,0106	0,0049	0,0072	0,0039	0,0034
	P	1	2,3975	0,0683	0,2917	12,9527	15,3091	5,4007
		2	3,8887	7,9705	3,4351	4,2369	7,6930	4,7676
		3	17,3259	9,1781	6,3025	28,8021	24,0411	21,3688
χ^2	1	0,0010	0,0000	0,0000	0,0003	0,0010	0,0000	
	2	0,0002	0,0048	0,0003	0,0000	0,0001	0,0000	
	3	0,0000	0,0002	0,0000	0,0001	0,0000	0,0000	

1= Com polpa; 2= Sem polpa; 3= Sem polpa e triturada.

Fonte: Autora, 2018.

Tabela 11- Coeficiente de determinação (R^2), raiz do erro quadrático médio (REQM), erro médio relativo (P) e chi-quadrado reduzido (χ^2) das sementes de Nim nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100° C em diferentes pré-tratamentos, segundo os modelos de Henderson e Pabis e Modelo Exponencial Simples.

Parâmetro	Pré-tratamento	Temperatura (°C)						
		50	60	70	80	90	100	
Henderson e Pabis	R^2	1	0,9960	0,9972	0,9973	0,9991	0,9971	0,9989
		2	0,9967	0,9364	0,9910	0,9986	0,9942	0,9987
		3	0,9998	0,9942	0,9985	0,9995	0,9997	0,9997
	REQM	1	0,0350	0,0305	0,0287	0,0163	0,0282	0,0174
		2	0,0323	0,1287	0,0522	0,0202	0,0398	0,0193
		3	0,0071	0,0351	0,0181	0,0111	0,0080	0,0084
	P	1	2,2917	16,7598	5,2409	11,5422	16,2514	20,5293
		2	23,8214	25,9829	24,9895	32,9044	35,3466	36,6323
		3	5,8866	41,3872	27,3355	47,8839	43,7197	44,8609
χ^2	1	0,0024	0,0019	0,0016	0,0004	0,0013	0,0005	
	2	0,0021	0,0331	0,0055	0,0007	0,0026	0,0006	
	3	0,0001	0,0017	0,0005	0,0002	0,0001	0,0001	
Modelo Exponencial Simples	R^2	1	1,0000	0,9983	0,9974	0,9991	0,9982	0,9994
		2	0,9983	0,9700	0,9955	0,9992	0,9975	0,9994
		3	0,9998	0,9981	0,9991	0,9999	0,9999	0,9999
	REQM	1	0,0031	0,0241	0,0282	0,0162	0,0225	0,0133
		2	0,0234	0,0924	0,0370	0,0150	0,0259	0,0137
		3	0,0069	0,0204	0,0141	0,0053	0,0048	0,0052
	P	1	0,5355	12,8284	5,1292	10,8290	11,0648	7,9783
		2	12,4184	12,7176	12,5252	12,9559	12,5827	14,4625
		3	12,1114	10,8983	15,1467	10,4541	14,2548	16,5126
χ^2	1	0,0000	0,0023	0,0032	0,0007	0,0013	0,0004	
	2	0,0022	0,0342	0,0055	0,0006	0,0017	0,0005	
	3	0,0001	0,0007	0,0003	0,0000	0,0000	0,0000	

1= Com polpa; 2= Sem polpa; 3= Sem polpa e triturada.

Fonte: Autora, 2018.

Tabela 12- Coeficiente de determinação (R^2), raiz do erro quadrático médio (REQM), erro médio relativo (P) e chi-quadrado reduzido (χ^2) das sementes de Nim nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C em diferentes pré-tratamentos, segundo o Modelo Exponencial Duplo e Midilli.

Parâmetro	Pré-tratamento	Temperatura (°C)						
		50	60	70	80	90	100	
Modelo Exponencial Duplo	R^2	1	0,9960	0,9972	0,9973	0,9991	0,9971	0,9989
		2	0,9967	0,9364	0,9910	0,9986	0,9942	0,9987
		3	0,9998	0,9942	0,9985	0,9995	0,9997	0,9997
	REQM	1	0,0350	0,0305	0,0287	0,0329	0,0282	0,0174
		2	0,0323	0,1287	0,0522	0,0202	0,0398	0,0193
		3	0,0071	0,0351	0,0181	0,0111	0,0080	0,0084
	P	1	2,2917	16,7598	5,2409	11,5422	16,2514	20,5293
		2	23,8214	25,9829	24,9895	32,9044	35,3466	36,6323
		3	5,8866	41,3872	27,3355	47,8839	0,0079	44,8609
χ^2	1	-	-	-	0,0054	0,0040	0,0015	
	2	-	-	-	0,0020	0,0079	0,0019	
	3	0,0001	0,0029	0,0008	0,0003	0,0002	0,0002	
Midilli	R^2	1	1,000	1,0000	1,0000	0,8929	0,9979	0,8153
		2	1,000	1,0000	1,0000	0,8668	0,7519	0,8283
		3	0,8672	0,8198	0,8585	0,7750	0,7877	0,7876
	REQM	1	0,0000	0,0000	0,0000	0,1717	0,0238	0,2171
		2	0,0000	0,0000	0,0000	0,1882	0,2433	0,2130
		3	0,1670	0,1873	0,1707	0,2153	0,2099	0,2100
	P	1	0,0000	0,0002	0,0000	58,0087	14,2543	36,7048
		2	0,0000	0,0000	0,0000	148,1925	139,7664	95,9669
		3	256,4770	85,4150	158,7016	376,0465	484,0468	484,4889
χ^2	1	-	-	-	0,1474	0,0028	0,2356	
	2	-	-	-	0,1772	0,2960	0,2268	
	3	0,0651	0,0819	0,0680	0,1082	0,1028	0,1029	

1= Com polpa; 2= Sem polpa; 3= Sem polpa e triturada.

Fonte: Autora, 2018.

Analisando apenas o valor de R^2 como parâmetro para avaliar a adequação dos dados experimentais aos gerados pelos modelos matemáticos, verifica-se que o modelo Page e Exponencial Simples apresentaram, em todas as temperaturas analisadas e tipos de pré-

tratamentos, R^2 maior que 0,97, considerado apreciável segundo BABU et al. (2018) e SHINDE, DAS e DATTA (2013). Os demais modelos obtiveram, em pelo menos uma temperatura, valores de R^2 menores que 0,97.

Conforme já relatado anteriormente, segundo WILLMOTT (1982), apenas a análise de R^2 para definição do melhor modelo não é adequado. Quanto à variação da REQM, os modelos propostos oscilaram entre 0,0000 e 0,2433. O erro médio relativo (P) variou entre 0,0000 e 484,4890. O chi-quadrado reduzido (χ^2) esteve na faixa de 0,0000 e 0,2960.

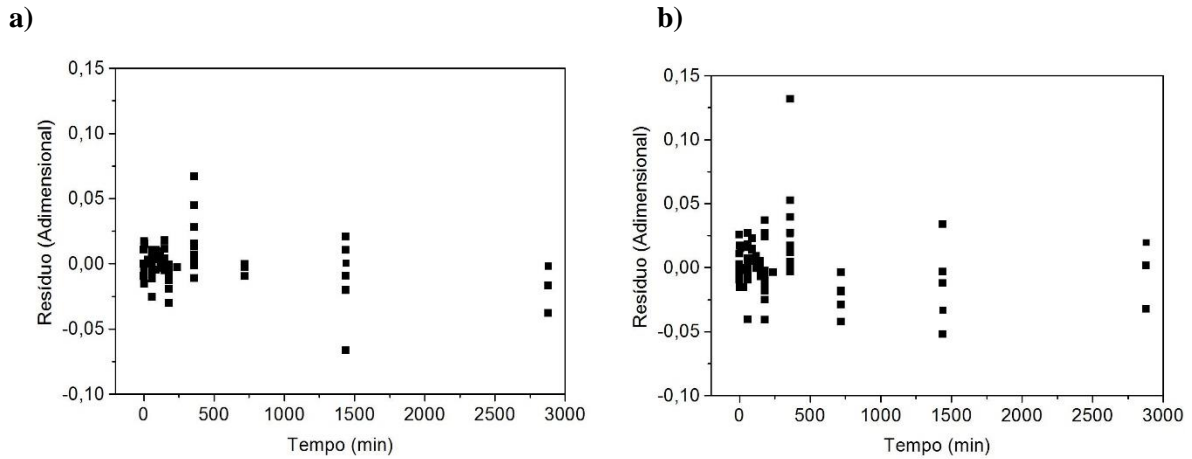
Para a escolha do modelo mais acurado, os valores da REQM, χ^2 e P devem ser os mais próximos de “zero” (AVHAD e MARCHETTI, 2016; GÜNHAN, DEMİR e YAĞCIOĞLU, 2014; MENGES e ERTEKIN, 2006; SUNDARAM, SUDHAKAR e YOGESHWARAN, 2016). Os menores valores da REQM e χ^2 foram registrados pelo modelo Page. O menor e o maior valor de P foi calculado pelo modelo Midilli.

Quanto à magnitude do intervalo de variação da REQM, entre todos os modelos, foram registrados valores entre 0,0479 e 0,2433. Os dados de $\Delta(\chi^2)$ estiveram entre 0,0048 e 0,2932 e os de $\Delta(P)$ ficaram na faixa de 15,9771 e 484,4890. O modelo Page e o Exponencial Simples atingiram os menores valores quanto ao $\Delta(\text{REQM})$, $\Delta(\chi^2)$ e $\Delta(P)$. Sendo assim, esses dois modelos podem ser considerados adequados para descrição do processo de secagem.

Além da avaliação quantitativa, segundo BYLER, ANDERSON e BROOK (1987), para um modelo matemático ser considerado apropriado para a descrição das curvas experimentais de secagem, é necessário que não haja qualquer relação funcional entre os resíduos e os valores que foram estimados para a razão de umidade ou com o tempo de secagem. Se assim for, os parâmetros encontrados não descrevem com veracidade os dados experimentais propostos.

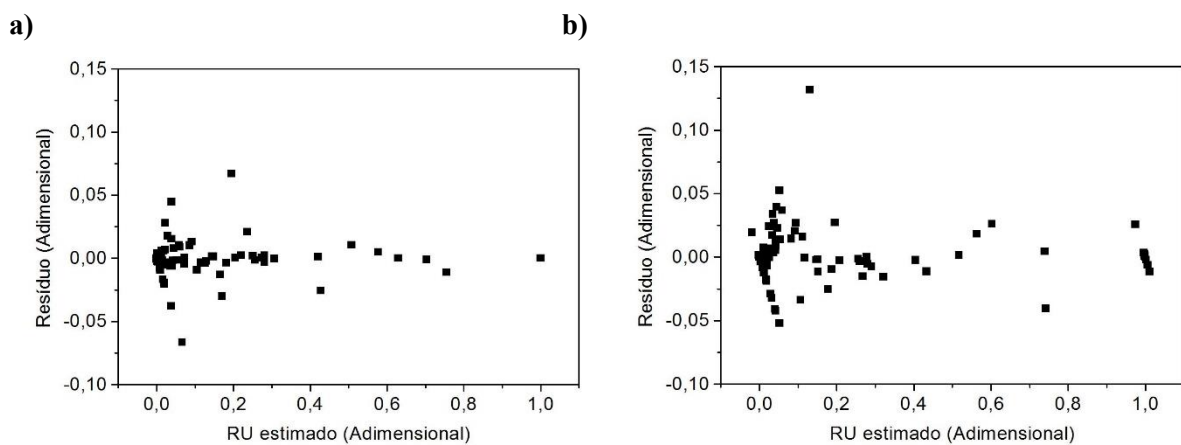
Nos Gráficos 7 e 8 estão apresentadas as dispersões dos resíduos em função dos tempos de secagem e da razão de umidade estimada conforme as equações propostas pelo modelo Page e Exponencial Simples para todos os tratamentos avaliados, respectivamente.

Gráfico 7- Dispersão dos resíduos em função do tempo para o modelo Page (a) e Exponencial Simples (b) na secagem das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C.



Fonte: Autora, 2019.

Gráfico 8- Dispersão dos resíduos em função da razão de umidade estimada para o modelo Page (a) e Exponencial Simples (b) na secagem das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C.



Fonte: Autora, 2019.

Um modelo matemático para a descrição de uma curva cinética de secagem é considerado ideal quando os resíduos em função do tempo e da razão de umidade estimada estão em torno do eixo zero e não formam figuras definidas, sendo assim o comportamento é dito por aleatório. Se a dispersão dos dados apresentar tendenciosidade, o modelo não é adequado para a descrição dos dados (SOUZA et al., 2011).

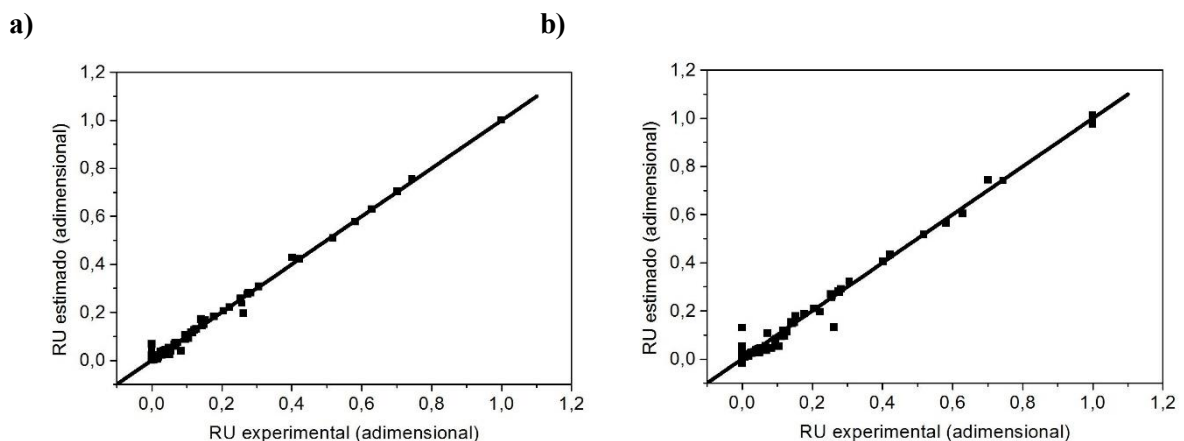
O Gráfico 7 mostra uma dispersão dos dados entre o início e o fim da secagem tanto para o modelo Page quanto para o modelo Exponencial Simples. Uma vez que somente

sementes com polpa secas à 50 e 60°C e sementes sem polpa secas à 50°C demandaram um maior tempo de secagem, poucos pontos são encontrados no fim do gráfico, havendo maior quantidade de dados concentrados no início do gráfico. O modelo Page aglomera maior quantidade de pontos próximo ao eixo zero, comparando-o com o comportamento observado pelo modelo Exponencial Simples.

No Gráfico 8, percebe-se um comportamento aleatório dos resíduos ao redor no eixo zero para ambos os modelos, com maior proximidade do eixo zero pelo pontos registrados pelo modelo Page. Sendo assim, o modelo Page e o Exponencial Simples indicam uma simulação satisfatória para o comportamento de secagem das sementes de Nim nos diversos tratamentos.

No Gráfico 9 é mostrada a correspondência entre os valores de RU estimados e experimentais.

Gráfico 9- Valores experimentais e estimados de RU para o modelo Page (a) e Exponencial Simples (b) na secagem das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C.



Fonte: Autora, 2019.

É possível verificar que os valores de RU estimados concentram-se próximos a linha reta, indicando como o modelo Page e Exponencial Simples ajustaram-se satisfatoriamente aos valores experimentais da secagem das sementes de Nim nos diversos tratamentos analisados. Contudo, havendo mais de um modelo que explica com a mesma acurácia e diferentes graus de complexidade um fenômeno, é necessário considerar o Princípio da Parcimônia (LARK, 2001). Dessa maneira, o melhor modelo que descreve a secagem das sementes de Nim é aquele que contém o menor número de parâmetros, ou seja, o modelo Page.

Portanto, o modelo Page pode ser considerado adequado para a descrição da secagem das sementes de Nim, sendo possível utilizá-lo na simulação de secagem e projeto de secadores.

Na Tabela 13, encontram-se os valores das constantes de secagem k e n referentes ao modelo Page em todas as condições experimentais de secagem avaliadas.

Tabela 13- Coeficientes do modelo Page para se calcular a razão de umidade (RU) das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C.

Parâmetro	Pré-tratamento	Temperatura (°C)					
		50	60	70	80	90	100
k	1	0,0339	0,0495	0,3520	0,5498	0,6768	0,8655
	2	0,5270	0,8490	1,2697	1,2935	1,2692	1,5842
	3	1,7055	2,0731	2,0401	3,2963	3,2107	3,2130
n	1	1,1804	1,2480	0,8133	1,0780	0,8730	0,8289
	2	0,5295	0,3650	0,3525	0,6766	0,5222	0,5736
	3	0,8917	0,5858	0,7868	0,6033	0,7498	0,7243

1= Com polpa; 2= Sem polpa; 3= Sem polpa e triturada.

Fonte: Autora, 2019.

Segundo MADAMBA, DRISCOLI E BUCKLE (1996) e BABALIS E BELESSIOTIS (2004), a constante de secagem (k) pode ser utilizada para caracterizar o efeito da temperatura por estar relacionada com a difusividade efetiva do processo de secagem no período decrescente. Para cada temperatura considerada, foi possível perceber um aumento da magnitude da constante (k) conforme cada pré-tratamento. Sendo os menores valores de k encontrados na secagem das sementes com polpa e os maiores valores na secagem das sementes sem polpa e triturada. O resultado estudado demonstra maior efeito da temperatura quando é retirada a polpa das sementes e o tegumento (casca), acelerando o processo de secagem.

A magnitude da constante k aumentou linearmente com a elevação da temperatura para as sementes secas com polpa. Quanto às sementes sem polpa, o aumento foi, inicialmente, linear até 70°C. De 80 à 90°C, o valor de k diminuiu em torno de 0,0243 e, posteriormente, voltou a subir até 100°C. Para as sementes secas sem polpa e trituradas, inicialmente, houve um aumento linear até 60°C. De 60 a 70°C, o valor de k diminuiu em 0,033. Com o aumento da temperatura, a constante cresceu linearmente até 80°C. De 80 a 90°C, houve uma redução de 0,0856. Após isso, a constante voltou a crescer linearmente até a temperatura de 100°C. Cada uma das reduções no valor de k observadas foram insignificantes frente ao aumento percebido com a elevação da temperaturas em todos os pré-tratamentos avaliados.

O coeficiente n do modelo Page não apresentou um comportamento preditivo quanto ao aumento da temperatura.

5.2.2 Extração mecânica das sementes

Os teores de óleo presente nas amostras, após extração mecânica, estão dispostos na Tabela 14.

Tabela 14- Teor de óleo das amostras das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C após extração mecânica.

	Repetições	Pré- tratamento	Temperatura (°C)					
			50	60	70	80	90	100
Teor de óleo das amostras (%)	1	1	5,33	6,27	7,05	8,03	10,68	7,09
		2	11,43	8,82	11,37	8,27	5,52	14,55
		3	7,01	16,98	21,29	13,47	11,37	8,76
	2	1	8,54	7,47	5,96	6,91	8,84	9,42
		2	11,31	10,32	12,33	6,81	8,42	7,67
		3	11,95	16,25	21,91	12,29	12,43	12,64
	3	1	8,76	7,00	7,16	5,96	5,81	8,05
		2	11,31	7,85	14,63	9,68	11,26	13,31
		3	7,03	16,75	21,77	8,49	18,02	9,73

1= Com polpa; 2= Sem polpa; 3= Sem polpa e triturada.

Fonte: Autora, 2019.

O conjunto de dados (teor de óleo) para cada tratamento avaliado, com o auxílio do programa STATISTICA 9.0, foi analisado quanto à média dos valores, mediana e desvio padrão, conforme Tabela 15.

Tabela 15- Estatística descritiva dos dados de teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C após extração mecânica.

	Pré- tratamento	Temperatura (°C)					
		50	60	70	80	90	100
Média	1	7,54	6,91	6,72	6,97	8,44	8,18
	2	11,35	9,00	12,78	8,26	8,40	11,84
	3	8,66	16,66	21,66	11,42	13,94	10,38
Mediana	1	8,54	7,00	7,05	6,91	8,84	8,05
	2	11,31	8,82	12,33	8,27	8,42	13,31
	3	7,03	16,75	21,77	12,29	12,43	9,73
Desvio padrão	1	1,92	0,61	0,66	1,04	2,46	1,17
	2	0,07	1,25	1,67	1,43	2,87	3,67
	3	2,85	0,37	0,33	2,60	3,57	2,02

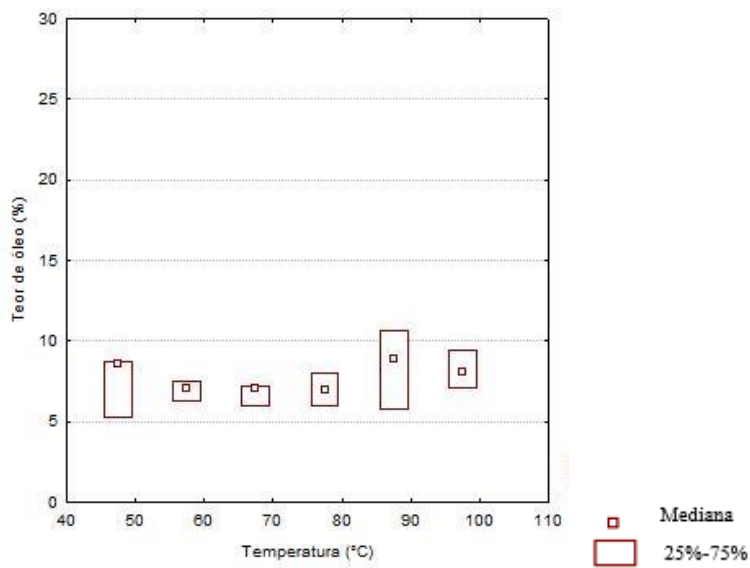
1= Com polpa; 2= Sem polpa; 3= Sem polpa e triturada.

Fonte: Autora, 2019.

As sementes secas sem polpa à 100°C e sem polpa e triturada à 90°C apresentaram maior desvio padrão quando comparadas com os demais tratamentos. Os restantes apresentaram desvio padrão entre 0,07 e 2,87.

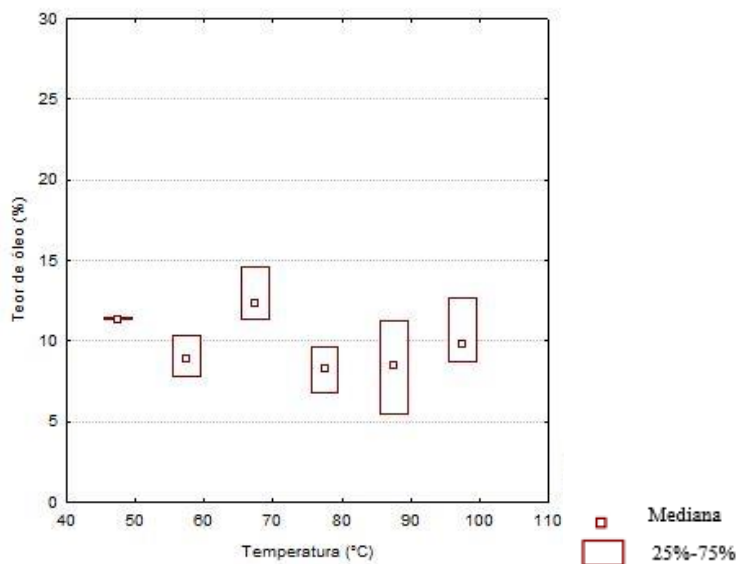
Os dados de cada tratamento e os respectivos valores de mediana estão apresentados nos Gráficos 10 a 12.

Gráfico 10- Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim com polpa em função da temperatura de secagem após extração mecânica.



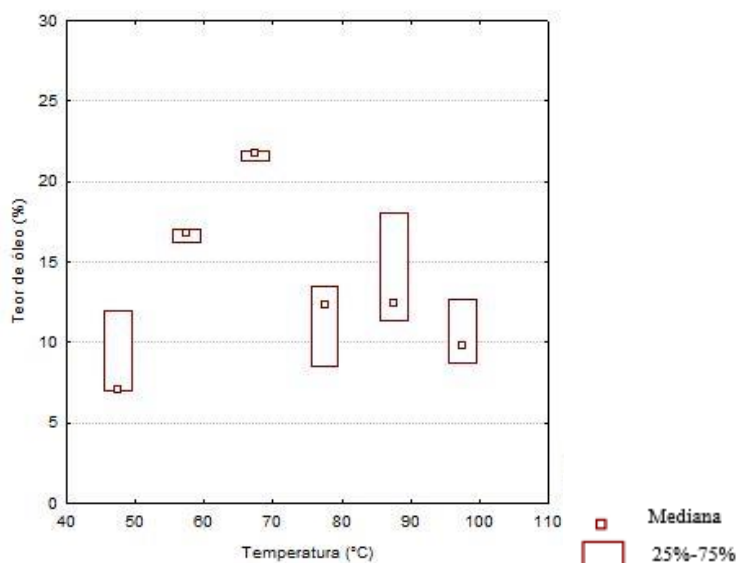
Fonte: Autora, 2019.

Gráfico 11- Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim sem polpa em função da temperatura de secagem após extração mecânica.



Fonte: Autora, 2019.

Gráfico 12- Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim sem polpa e trituradas em função da temperatura de secagem após extração mecânica.



Fonte: Autora, 2019.

No Gráfico 10, o teor de óleo, utilizando sementes secas com polpa, pouco variou com o aumento da temperatura. O teor de óleo divergiu entre 6,72 e 8,18%.

Para sementes secas sem polpa, segundo o Gráfico 11, à 70°C, foi registrado o maior rendimento de 12,78%. O teor de óleo se manteve no intervalo de 8,26% à 12,78%, oscilando segundo as diferentes temperaturas.

Quanto as sementes secas sem polpa e trituradas, os valores de teor de óleo variaram significativamente nas várias temperaturas. O maior teor de óleo (21,66%) foi registrado à 70°C. O rendimento obtido ficou entre 7,03 e 21,77%.

Na extração mecânica, as partículas se deformam e compactam aos espaços vazios no nível baixo de pressão. Com o aumento de pressão, os espaços diminuem e as sementes começam a resistir à pressão aplicada pelos pontos de contato entre as partículas. O óleo começa a fluir para fora das sementes após um aumento adicional de pressão (SOETAREDJO et al., 2008).

A eficiência das prensas pode ser melhorada a partir de estudos de otimização das variáveis envolvidas no processo. O prévio preparo da matéria-prima é fator diretamente influenciador no rendimento do óleo. A temperatura de prensagem e o teor de umidade são os mais significativos (MENDONÇA, 2015).

Segundo PURI (1999), sementes secas com polpa que são submetidas ao processo de extração mecânica tendem a ter menor rendimento devido à presença da polpa que absorve o

óleo liberado pela amêndoa durante a prensagem. O fato foi confirmado na extração das sementes de Nim, a presença da polpa provocou um baixo rendimento na extração do óleo comparado com os demais pré-tratamentos da semente. O teor de óleo pouco variou com a temperatura de secagem e não seguiu um padrão, as maiores médias no rendimento foram obtidas nas temperaturas de 50, 90 e 100°C.

O teor de óleo para as sementes secas sem polpa nas temperaturas 50, 60, 70, 80 e 100°C foram maiores que o rendimento para as sementes secas com polpa. O maior teor de óleo foi registrado à 70°C, em torno de 12,78%. Devido à ausência da polpa, o óleo foi extraído mais facilmente. A temperatura de secagem influenciou no processo de extração, contudo, da mesma forma que as sementes com polpa, essa influência não seguiu um padrão. Os maiores teores de óleo foram observados na secagem das sementes às temperaturas de 50, 70 e 100°C, que diferiram entre si em um máximo de 0,94%.

Quanto às sementes secas sem polpa e trituradas, os teores de óleo foram os maiores comparados com os demais pré-tratamentos. Na secagem da semente à 70°C, a média do rendimento chegou a 21,66%, quase o dobro do teor de óleo obtido na extração das semente sem polpa nessa mesma temperatura de secagem.

A temperatura de secagem também influenciou na porcentagem de óleo atingido com a extração, contudo não apresentou um padrão. Os maiores teores de óleo foram registrados nas temperaturas de secagem de 60, 70 e 90°C. Possivelmente, a ação do calor com a elevação da temperatura incidente diretamente sobre a amêndoa, gera modificações na estrutura, fornecendo as condições ideais para maior obtenção do óleo.

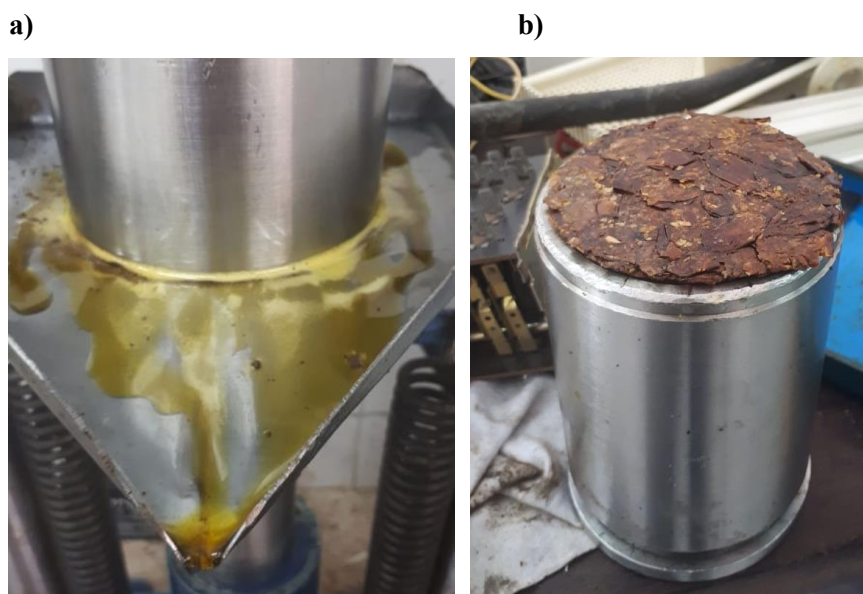
Contudo, esse aquecimento também se manifesta negativamente. Como observa-se no Gráfico 12, quando o aumento da temperatura foi maior que 70°C, ocorreu uma redução no rendimento do óleo. SOETAREDJO et al. (2008) também observou menor rendimento de óleo com o aumento da temperatura de secagem. Os autores relataram que as modificações na estrutura da semente com o aquecimento dificultaram a separação do óleo à torta.

Alguns autores observaram a influência da temperatura no rendimento de óleo obtido com a extração mecânica em todos os pré-tratamento avaliados.

Segundo SOETAREDJO (2008), sementes descascadas de Nim (sem polpa e sem casca) foram trituradas e, posteriormente, submetidas às temperaturas de 40; 50; 60; 70 e 80°C até umidade constante. A extração mecânica foi realizada com equipamento de extração hidráulica. O rendimento do óleo de Nim variou entre 18 e 32% nas temperaturas de 80 e 30°C, respectivamente.

Segundo EMBRAPA (2003), cerca de 30 kg de sementes de Nim despulpadas, secas à temperatura ambiente e expostas ao sol, produzem, aproximadamente, 6 kg de óleo, ou seja, atingem o rendimento de 20%. EMBRAPA (2008) realizou uma avaliação econômica e relatou a existência de unidades de processamento de óleo de Nim com prensa hidráulica de rosca helicoidal que atuam com capacidade média de processamento de 60 kg/h com 11% de umidade e rendimento médio de 30% de óleo.

Figura 14- a) Prensa hidráulica durante extração do óleo; b) Torta (Subproduto da prensagem).



Fonte: Autora, 2019

Na análise estatística dos dados foi utilizado dos experimentos fatoriais aplicado ao DIC. O esquema da análise de variância é dado por:

Tabela 16- Análise de variância (ANAVA) do teor de óleo das sementes de Nim em diferentes pré-tratamentos (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) nas temperaturas 50; 60; 70; 80; 90 e 100°C após extração mecânica.

Causa de variação	GL	SQ	QM	F
Temperatura (T)	5	135,33	27,07	6,30**
Pré-tratamento (PT)	2	361,31	180,65	42,04**
Interação TxPT	10	270,86	27,09	6,30**
Tratamentos	17	767,49	-	-
Resíduo	34	146,10	4,30	
Total	53	913,59		

GL= número de graus de liberdade; SQ= soma de quadrados; QM= quadrado médio; F= valor calculado do teste F; t= números de tratamentos; r= número de repetições do experimento. Nota: (**) Significativo no nível de 1% de probabilidade.

Fonte: Autora, 2019.

Com os resultados da análise de variância, pode-se encontrar o valor de F. A partir desse número, foi possível tomar algumas conclusões. Quanto à causa de variação sendo a temperatura, o teste F indicou que sendo o valor de F calculado superior ao tabelado, dentro das condições do experimento, houve diferença significativa no nível de 1% de probabilidade, indicando que existe diferença significativa entre as temperaturas de secagem em relação à porcentagem de óleo obtido na extração mecânica.

Sendo a causa de variação o pré-tratamento das sementes, toma-se por conclusão, através da análise do valor de F, que houve diferença significativa também no nível de 1% de probabilidade entre os pré-tratamentos da semente em relação à porcentagem de óleo obtido na extração mecânica.

Por fim, quando verificada a interação entre as duas causas de variação, ou seja, a influência da temperatura e do pré-tratamento no teor de óleo obtido com a prensagem mecânica, é percebido através do valor de F, que também houve diferença significativa no nível de 1% de probabilidade. Portanto, pode-se dizer que a porcentagem de óleo obtido na extração mecânica depende da temperatura e do pré-tratamento.

Existindo dependência entre os dois fatores avaliados, se faz necessário fazer desdobramentos de um fator dentro de cada nível de outro fator, segundo Tabela 17.

O coeficiente de variação foi 19,73%, indicando uma boa precisão experimental.

Tabela 17- Análise de variância do efeito das temperaturas (50; 60; 70; 80; 90 e 100°C) nos diversos pré-tratamentos das sementes (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) após extração mecânica.

Causa de variação	GL	SQ	QM	F
Temperatura (T)	5	135,33	-	-
Pré-tratamento na temperatura de 50°C	2	23,02	11,51	2,68 ns
Pré-tratamento na temperatura de 60°C	2	158,07	79,03	18,39**
Pré-tratamento na temperatura de 70°C	2	338,43	169,22	39,38**
Pré-tratamento na temperatura de 80°C	2	31,44	15,72	3,66*
Pré-tratamento na temperatura de 90°C	2	60,87	30,43	7,08**
Pré-tratamento na temperatura de 100°C	2	20,34	10,17	2,37 ns
Tratamentos	17	767,49	-	-
Resíduo	34	146,10	4,30	
Total	53	913,59		

GL= número de graus de liberdade; SQ= soma de quadrados; QM= quadrado médio; F= valor calculado do teste F; t= números de tratamentos; r= número de repetições do experimento. Nota: (ns) Não significativo no nível de 5% de probabilidade e (* e **) Significativo nos níveis de 5% e 1% de probabilidade, respectivamente.

Fonte: Autora, 2019.

Nas temperaturas de 60, 70 e 90°C, através da análise de variância, observou-se que existe diferença significativa entre os pré-tratamentos. Para as sementes secas à 80°C, a

diferença significativa foi no nível de 5% de probabilidade. Não houve variação significativa entre os pré-tratamentos para as temperaturas de 50 e 100°C.

Aplicou-se o teste de Tukey (Δ) para os tratamentos que obtiveram F significativo nos níveis de 5 e 1% de probabilidade.

Tabela 18- Efeito das temperaturas (60; 70; 80 e 90°C) nos diversos pré-tratamentos das sementes (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) após extração mecânica.

Pré-tratamento	Temperatura (°C)			
	60 ¹	70	80	90
Com polpa	6,91 a	6,72 a	6,97 a	8,44 a
Sem polpa	9,00 a	12,78 b	8,26 ab	8,40 a
Sem polpa e triturada	16,66 b	21,66 c	11,42 b	13,94 b
$\Delta(5\%)=4,15$				

Nota: (1) Nas colunas, as médias de pré-tratamento, dentro de cada temperatura, seguida de pelo menos uma mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey, no nível de 5% de probabilidade.

Comparando-se o valor de cada contraste disposto na Tabela 18 com o valor de Δ , pôde-se fazer as seguintes conclusões:

Na temperatura de 60°C, as sementes secas com polpa apresentaram menor teor de óleo e não diferiram estatisticamente das sementes sem polpa. As sementes sem polpa e trituradas diferiram estatisticamente dos demais pré-tratamentos e obtiveram o maior teor de óleo após a extração.

Na temperatura de 70°C, todos os pré-tratamentos diferiram estatisticamente entre si. O maior teor de óleo também foi encontrado quando as sementes foram secas sem polpa e trituradas e o menor para as sementes secas com polpa.

Para as sementes secas à 80°C, o teor de óleo das sementes sem polpa e trituradas diferiu estatisticamente somente das sementes com polpa. As sementes secas sem polpa e com polpa não diferiram entre si.

Em 90°C, o menor teor de óleo registrado foi para sementes secas sem polpa. Contudo, esse valor não diferiu estatisticamente das sementes secas com polpa. O maior teor de óleo foi encontrado nas sementes secas sem polpa e trituradas e o valor diferiu estatisticamente das demais.

5.3 Pré-tratamento e secagem das sementes no povoado Olho d'Águinha

Os teores de óleo presente nas amostras, após extração mecânica, estão dispostos na Tabela 19.

Tabela 19- Teor de óleo das amostras das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.

Pré-tratamento	Teor de óleo das amostras (%)		
	I	II	III
Com polpa	2,26	2,36	4,59
Sem polpa	9,83	5,67	8,27
Sem polpa e triturada	12,24	11,54	11,06

Fonte: Autora, 2019.

Os valores de média, mediana e desvio padrão foram calculados com o auxílio do programa STATISTICA 9.0 e apresentados na Tabela 19.

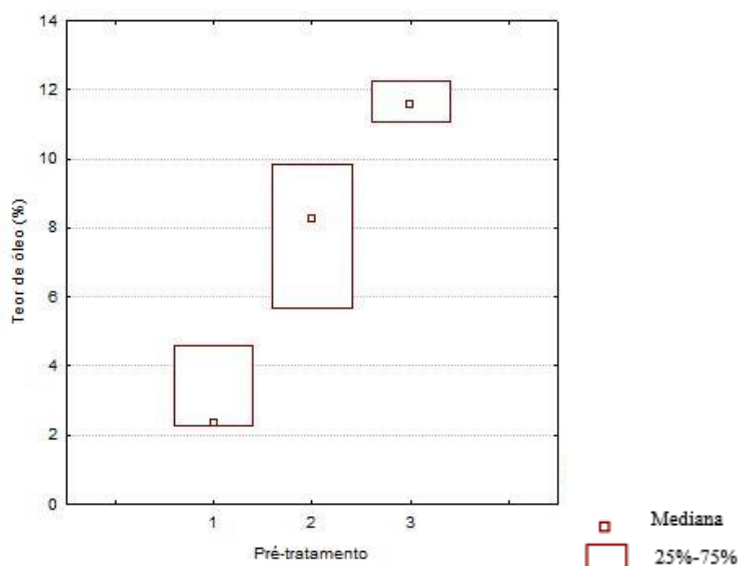
Tabela 20- Estatística descritiva dos dados de teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.

Pré-tratamento	Média	Mediana	Desvio padrão
Com polpa	3,07	2,36	1,31
Sem polpa	7,92	8,27	2,10
Sem polpa e triturada	11,61	11,54	0,59

Fonte: Autora, 2019.

Os dados obtidos e os valores de mediana foram exibidos no diagrama de caixas (*Box Plot*), conforme Gráfico 13.

Gráfico 13- Diagrama de caixas do teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.



Fonte: Autora, 2019.

Segundo Gráfico 13, o teor de óleo variou para cada pré-tratamento. As sementes secas sem polpa e trituradas foram as que obtiveram maior teor de óleo e menor desvio padrão. As sementes secas com polpa tiveram o menor rendimento.

A média dos valores de teor de óleo encontrada para as sementes sem polpa e trituradas foi próxima à média do rendimento das sementes secas também sem polpa e trituradas nas temperaturas 80, 90 e 100°C, conforme etapa anterior.

Quanto as sementes secas sem polpa, o teor de óleo foi próximo às sementes secas sem polpa à 80 e 90°C.

As sementes secas com polpa tiveram rendimento muito baixo. Na etapa anterior, o menor teor de óleo foi encontrado para as sementes secas com polpa à 70°C. O rendimento da semente seca no povoado chegou a ser 3,65% menor.

A temperatura da lona onde estavam dispostas as sementes para serem secas foi determinada pelo Termo-Higrômetro e chegou a atingir temperaturas maiores que 70°C.

A partir desses valores, foi possível realizar uma análise estatística dos dados utilizando o DIC.

O esquema da análise de variância é dado por:

Tabela 21- Análise de variância (ANAVA) do teor de óleo das sementes de Nim com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas secas no povoado Olho d'Águinha.

Causa de variação	GL	SQ	QM	F
Pré-tratamento	2	110,15	55,08	25,49**
Resíduo	6	12,97	2,16	
Total	8	123,12		

GL= número de graus de liberdade; SQ= soma de quadrados; QM= quadrado médio; F= valor calculado do teste F; t= números de tratamentos; r= número de repetições do experimento. Nota: (**) Significativo no nível de 1% de probabilidade.

Fonte: Autora, 2019.

Avaliando o valor de F encontrado, verificou-se que houve diferença significativa no nível de 1% de probabilidade entre os pré-tratamentos da semente em relação à porcentagem de óleo obtido na extração mecânica, apresentando a importância na escolha do pré-tratamento de modo a garantir maior rendimento de óleo.

O coeficiente de variação foi 19,51%, indicando uma boa precisão experimental.

Sendo o teste F significativo, aplicou-se o teste de Tukey (Δ).

Tabela 22- Efeito dos pré-tratamentos das sementes (com polpa; sem polpa; sem polpa e trituradas) secas no povoado Olho d'Águinha.

Pré-tratamento		
Com polpa ¹	Sem polpa	Sem polpa e triturada
3,07 a	7,92 b	11,61 c
$\Delta(5\%)=3,68$		

Nota: (1) As médias de pré-tratamento seguida de pelo menos uma mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey, no nível de 5% de probabilidade.

Fonte: Autora, 2019.

Comparando-se o valor de cada contraste disposto na Tabela 21 com o valor de Δ , verifica-se que todos os dados diferiram estatisticamente entre si, confirmando mais uma vez a relevância do pré-tratamento no rendimento do óleo obtido.

5.4 Análises físico-químicas: ácidos graxos livres, índice de saponificação e índice de iodo

Sementes de Nim maduras, secas no povoado Olho d'Águinha, foram submetidas à extração por prensa hidráulica. O óleo obtido foi utilizado nos procedimentos de caracterização físico-química para aquisição dos índices de ácido graxo livre; saponificação e iodo.

Processos de decomposição alteram a concentração de íons hidrogênio, sendo assim, a acidez do óleo é uma informação importante que indica seu estado de conservação. Esse valor pode ser expresso em termos de índice de acidez, em mL de solução normal por cento ou em g do componente ácido principal (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O índice de saponificação indica o peso molecular dos lipídios. O aumento na temperatura causa quebra das moléculas de lipídio, reduzindo o peso molecular do óleo. Sendo assim, quanto maior a degradação do óleo, menor é o peso molecular e maior é o valor de saponificação (LIAUW, 2008).

O índice de iodo é a medida de seu grau de instauração. Quanto maior o índice, maior é a qualidade do óleo.

A Tabela 23 apresenta os dados obtidos ao final das análises.

Tabela 23- Propriedades físico-químicas do óleo bruto de Nim.

Características	Óleo bruto	KUMAR E PARMAR (1996)
Índice de Acidez (mg KOH/g de óleo)	25,8	2,6- 49,0
% ácido Oléico	13,0	-----
Índice de Saponificação (mg KOH/g de óleo)	242,8	130- 257,0
Índice de Iodo (cg de I ₂ /g)	31,0	33,8-192

Fonte: Autora, 2019.

SATYANANDAM et al. (2011) estudaram as propriedades físico-químicas do óleo de Nim extraído por diferentes solventes e temperaturas e originados de árvores plantadas em diversos tipos de solos. Segundo sua pesquisa, o índice de acidez variou entre 13,3 e 74,1 mg KOH/g de óleo e o índice de iodo entre 51,1 e 89,1 cg de I₂/g.

Os valores de índice de acidez e saponificação foram encontrados dentro dos padrões relatados por KUMAR e PARMAR (1996) e SATYANANDAM et al. (2011). O índice de iodo foi encontrado pouco abaixo do valor mínimo no intervalo citado por KUMAR e PARMAR (1996).

AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013), DJENONTIN et al. (2012) e BENÍCIO, NETO e SOUZA (2010) registraram 210, 167 e 168,38 mg KOH/g para o índice de saponificação, respectivamente. Relativamente ao índice de iodo, AWOLU, OBAFAYE e AYODELE (2013) mencionaram valor de 36,54 g de I₂/100 g.

Ministério da Saúde do Brasil (BRASIL, 2005) estabelece para óleos comestíveis, prensados a frio e não refinados, índice de acidez, no máximo, de 4,0 mg KOH/g. O valor encontrado nessa pesquisa esteve acima do limite determinado pela legislação brasileira, confirmando a característica não comestível do óleo.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os cachos com porcentagem de maturação de 40-60% apresentaram maior teor de óleo e maior quantidade de frutos presentes no cacho. A média da porcentagem de óleo extraído foi de 45,23%. Cachos no estágio de maturação de 80-100% tiveram a menor média de teor de óleo, 16,63%, e menor quantidade de frutos no cacho.

A secagem das sementes sem polpa e triturada foi a que requereu menos tempo para se concluir, no máximo de 4 horas, comparando-a com os demais pré-tratamentos. Para as sementes com polpa e sem polpa, o processo de secagem chegou a prolongar-se por até 48 horas. A presença da polpa e do tegumento foram fatores que influenciaram no procedimento de secagem, tornando o processo lento.

O modelo Page e Exponencial simples foram os que apresentaram maiores valores para o coeficiente de determinação e os menores quanto ao $\Delta(\text{REQM})$, $\Delta(\chi^2)$ e $\Delta(P)$. Além da avaliação quantitativa, não houve qualquer relação funcional entre os resíduos e os valores que foram estimados para a razão de umidade e com o tempo de secagem. Contudo, pelo Princípio da Parcimônia, o melhor modelo é aquele com o menor número de parâmetros, ou seja, o modelo Page. Dessa forma, Page pode ser utilizado para descrever o processo de secagem das sementes de Nim, sendo possível aplica-lo na simulação de secagem e projeto de secadores.

Sementes secas sem polpa e trituradas à 70°C e extraídas mecanicamente atingiram maior média de teor de óleo (21,66%). A menor média (6,72%) decorreu da secagem de sementes com polpa à 70°C. Na extração mecânica, as sementes secas sem polpa e trituradas nas temperaturas 60 e 70°C tiveram os maiores teores de óleo.

A convecção natural ocorrida durante a secagem devido à presença da lona preta, no povoado Olho d'Águinha, provocou uma faixa de temperatura na lona de, no mínimo 50°C e chegou a atingir um máximo de 70°C, conforme as medições do equipamento. As sementes sem polpa e trituradas secas nessas condições atingiram maior média de teor de óleo em volta de 11,61%. A menor média de 3,07% decorreu da secagem das sementes com polpa.

Através da avaliação de todas as etapas executadas, pode-se concluir que o processo de produção de óleo de Nim que garante maior rendimento direcionado para a região do povoado Olho d'Águinha tem início com a colheita do frutos de Nim no estágio de maturação de 40-60%, segue com o despulpamento e trituração das amêndoas e é exposto ao ar da região para secagem. O local de exposição das sementes deve ser projetado com vistas a se obter uma faixa de temperatura de 50°C a 70°C. O uso de lonas para exposição das sementes e a escolha de um local adequado que garanta maior incidência de luz solar podem favorecer o alcance dessa faixa

de temperatura. Após a secagem, as sementes são extraídas em prensa hidráulica e armazenadas para comercialização pelos agricultores e produtores da região.

Quanto às análises físico-químicas, os valores de índice de acidez (25,85 mg KOH/g) e índice de saponificação (242,82 mg KOH/g) estiveram próximos de valores descritos por outros autores. O índice de iodo (31,0313 cg de I₂/g) esteve abaixo dos valores já encontrados na literatura.

7. PERSPECTIVAS DE NOVOS TRABALHOS

- 1- Realizar um estudo sobre o efeito da pressão, umidade e temperatura de aquecimento no rendimento do óleo por extração mecânica.
- 2- Avaliar o rendimento do óleo por prensa mecânica contínua.
- 3- Estudar o efeito da velocidade do ar em secagem convectiva forçada.

REFERÊNCIAS

- ADEWOYE, T. L.; OGUNLEYE, O. O. Optimization of Neem Seed Oil Extraction Process Using Response Surface Methodology. **Journal of Natural Sciences Research**, v.2, n.6, p.66-75, 2012.
- AGRA, N. G.; SANTO, R. F. **Agricultura Brasileira**: situação atual e perspectivas de desenvolvimento. João Pessoa, 2011. Disponível em: <http://www.gp.usp.br/files/denru_agribrasil.pdf>. Acesso em: 23 mai. 2018.
- AQUINO, L. P. et al. Influência do pré-tratamento da polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) no rendimento do extrato lipídico. **Alim. Nutr.**, v. 20, n.2, p.289-294, 2009. ISSN 0103-4235.
- ARAÚJO, L.V. C.; RODRIGUEZ, L.C. E.; PAES, J. B. Características físico-químicas e energéticas da madeira de nim indiano. **Scientia Forestalis**, n.57, p.153-159, jun. 2000.
- ASHAFA, A. O. T.; OREKOYA, L. O.; YAKUBU, M. T. Toxicity profile of ethanolic extract of *Azadirachta indica* stem bark in male Wistar rats. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, p. 811-817, 2012.
- ATANGWHO, I. J. et al. Synergistic antidiabetic activity of *Vernonia amygdalina* and *Azadirachta indica*: Biochemical effects and possible mechanism. **Journal of Ethnopharmacology**, v.141, p.878-887, 2012. Disponível em: <10.1016/j.jep.2012.03.041>. Acesso em: 28 mai. 2018.
- AVHAD, M. R.; MARCHETTI, J. M. Mathematical modelling of the drying kinetics of Hass avocado seeds. **Industrial Crops and Products**, v.91, p.76-87, 2016.
- AWOLU, O. O.; OBAFAYE, R. O.; AYODELE, B. S. Optimization of Solvent Extraction of Oil from Neem (*Azadirachta indica*) and Its Characterizations. **Journal of Scientific Research & Reports**, v.2, n.1, p.304-314, 2013.
- AYOOLA, A. A. et al. A Search for Alternative Solvent To Hexane During Neem Oil Extraction. **International Journal of Science and Technology**, v. 4, n.4, p.66-70, 2014. ISSN 2224-3577.
- BABALIS, S. J.; BELESSIOTIS, V. G. Influence of the drying conditions on the drying constants and moisture diffusivity during the thin-layer drying of figs. **Journal of Food Engineering**, v.65, n.3, p.449-458, 2004. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.02.005>>. Acesso em: 30 jan. 2019.
- BABU, A.K; KUMARESAN, G; RAJ, V. A. A.; VELRAJ, R. Review of leaf drying: Mechanism and influencing parameters, drying methods, nutrient preservation, and mathematical models. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 90, p.536-556, 2018.
- BAPTISTUSSI, R. C. Efeitos de inseticidas biológicos (óleo de Nim, *Azadirachta indica* e entomopatógenos *Metarhizium anisopliae* e *Beauveria bassiana*) sobre a cigarrinha-das-raízes, *Mahanarva fimbriolata* (STAL) (Hemiptera: Cercopidae), em cana-de-açúcar sob

cultivo orgânico, em relação à mortalidade natural. 2010. Dissertação (Mestrado em Agroecologia e Desenvolvimento Rural) – Universidade Federal de São Carlos, Araras, 2010.

BAWA, G. S. et al. Effect of Different Methods of Processing Neem (*Azadirachta indica*) Seeds on Performance of Young Rabbits. **Pakistan Journal of Nutrition**, v.6, n.3, p.212-216, 2007.

BEMPAH, C. K.; BUAH-KWOFIE, A.; ASOMANING, J. Morphological studies of Neem (*Azadirachta indica* A. Juss.) seed and physicochemical properties of its oil extracts collected in Accra metropolis of Ghana. **Elixir Appl. Botany**, v.39, p.4951-4953, 2011.

BENÍCIO, D. A.; NETO, V. Q.; SOUSA, J. G. Avaliação das propriedades físico-químicas e da composição química parcial do óleo de sementes de nim indiano (*Azadirachta indica* A. Juss), cultivado no município de Patos – Paraíba. **Biofar**, v. 4, n.2, p. 22-32, 2010. ISSN 1983-4209.

BHUIYA, M. M. K. et al. Prospects of 2nd generation biodiesel as a sustainable fuel—Part: 1 selection of feedstocks, oil extraction techniques and conversion technologies. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v.55, p.1109-1128, 2016.

BIOSEMENTES. **Óleo de Nim Puro Extra Virgem Base Nim.** 2018. Disponível em: <<https://www.biosementes.com.br/loja/item/Oleo-de-Nim-extra-virgem-Puro-Nim-1-L.html>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

BISWAS, K. et al. Biological activities and medicinal properties of neem (*Azadirachta indica*). **Current Science**, v. 82, n. 11, p. 1336-1345, 2002.

BITTENCOURT, A. M. **O cultivo do Nim Indiano (*Azadirachta indica* A. Juss): uma visão econômica.** 2006. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

BLEICHER, E.; GONÇALVES, M. E. C.; SILVA, L. D. Efeito de derivados de Nim aplicados por pulverização sobre a mosca branca em meloeiro. **Hortic. bras.**, v.25, n.1, 2007.

BORGUINI, R. G.; TORRES, E. A. F. S. Alimentos Orgânicos: Qualidade Nutritiva e Segurança do Alimento. Segurança Alimentar e Nutricional. **Segurança Alimentar e Nutricional**, Campinas, v.13, n.2, p.64-75, 2006.

BORTOLAIA, L. A. **Modelagem matemática e simulação do processo de secagem artificial de grãos de soja em secadores de fluxo contínuo.** 2006. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

BRAIBANTE, M. E. F.; ZAPPE, J. A. A Química dos Agrotóxicos. **Química Nova na Escola.**, v.34, n.1, p.10-15, fev. 2012.

BRASIL. Ministério de Minas e Energia. **Diagnóstico do Município de Delmiro Gouveia.** Recife: MME, 2005. Disponível em: <http://rigeo.cprm.gov.br/xmlui/bitstream/handle/doc/15267/rel_cadastrs_delmiro_gouveia.pdf?sequence=1>. Acesso em: 25 mai. 2018.

BRASIL. Ministério da Saúde. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária**. Resolução-RDC Nº 270, de 22 setembro 2005. Diário Oficial da União, Brasília, 22 setembro de 2005.

BYLER, R. K.; ANDERSON, C. R.; BROOK, R.C. Statistical methods in thin layer parboiled rice drying model. **Transactions of the ASAE**, v.30, n.2, p.533-538, 1987. Disponível em: <10.13031/2013.31983>. Acesso em: 30 jan. 2018.

CARLESSO, V. O. et al. Avaliação de modelos de secagem em camada fina de sementes de maracujá amarelo. **Revista Brasileira de Sementes**, v.29, n.2, p.28-37, 2007.

CARVALHO, G. A. et al. Eficiência do óleo de Nim (*Azadirachta indica* A. Juss) no controle de *Brevicoryne brassicae* (Linnaeus, 1758) e *Myzus persicae* (Sulzer, 1776) (Hemiptera: Aphididae) em couve-manteiga *Brassica oleracea* Linnaeus var. *Acephala*. **Arq. Inst. Biol.**, v.75, n.2, p.181-186, 2008.

CORREIA, J.C.R.; SALGADO, H.R.N. Atividade inseticida das plantas e aplicações: revisão. **Rev. Bras. Pl. Med.**, Botucatu, v.13, n.4, p.500-506, 2011.

CUNHA, F. G. **Estudo da extração mecânica de bixina das sementes de Urucum em leite de jorro**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2008.

DALPASQUALE, V. A.; SPERANDIO, D. Modelo de simulação de secagem de produtos agrícolas usando entalpia do ar constante. **Eng. Agríc.**, Jaboticabal, v.30, n.4, p.726-731, 2010.

PREFEITURA MUNICIPAL DE DELMIRO GOUVEIA. **Plano municipal de saneamento básico do município de Delmiro Gouveia**: Produto 1. Plano de Trabalho, Programa de Mobilização Social e Programa de Comunicação do PMSB, 2017.

DJENONTIN, T. S. et al. Composition of *Azadirachta indica* and *Carapa procera* (Meliaceae) seed oils and cakes obtained after oil extraction. **Industrial Crops and Products**, v.38, p.39-45, 2012.

DRUMMOND, et al. **Desenvolvimento de aparelho para extração de óleo de alta viscosidade**, 2008. Disponível em: <<http://www.biodiesel.gov.br/docs/congresso2007/caracteriz%20cao/16.pdf>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EBAY. **Óleo De Nim orgânico não refinado prensado a frio Virgem Puro**. 2018. Disponível em: <https://www.ebay.com/itm/NEEM-OIL-ORGANIC-UNREFINED-VIRGIN-COLD-PRESSED-RAW-PURE-2-oz-64-oz/132258159932?hash=item1ecb335d3c:m:mPHY-Y-ZILXbj5FxFkmhyP_vtQ>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EBAY. **Óleo De Neem 100% Natural Pure**. 2018. Disponível em: <<https://www.ebay.com/itm/NEEM-OIL-100-NATURAL-PURE-UNDILUTED-UNCUT-ESSENTIAL-OIL-5ML-TO-1000ML/271417950609?hash=item3f31c54191:m:mg9deIyhjs-FRBT4mCgDYyoA>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EL-KHATIB, E. M.; ALI, N. F.; EL-MOHAMEDY, R. S. R. Influence of Neen oil pretreatment on the dyeing and antimicrobial properties of wool and silk fibers with some

natural dyes. **Arabian Journal of Chemistry**. 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2017.09.012>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EMBRAPA. **A cultura do Nim**. Coleção Plantar: Nim. Brasília: EMBRAPA, 2008. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/125501/1/00083135.pdf>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EMBRAPA. **Avaliação econômica da produção de Nim para uso no controle de *Spodoptera frugiperda* no Milho**. Circular técnica. Sete Lagoas: EMBRAPA, 2012. Disponível em: <<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/68736/1/circ-174.pdf>>. Acesso em: 07 jun. 2018.

EMBRAPA. **Comportamento silvicultural de *Azadirachta indica* A. Juss (Neem) no semi-árido brasileiro**. Pesquisa em andamento. EMBRAPA, 1998. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/132414/1/Pesquisaemandamento89.pdf>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EMBRAPA. **Cultivo e Utilização do Nim Indiano**. Circular técnica. Santo Antônio de Goiás: EMBRAPA, 2003. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/212487/1/circ62.pdf>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EMBRAPA. **Diagnóstico Ambiental do Município de Delmiro Gouveia - Estado de Alagoas**. Circular técnica. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2002. Disponível em: <http://www.uep.cnps.embrapa.br/publicacoes/circtec_12_2002_delmiro_gouveia.pdf>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EMBRAPA. **O Cultivo do Nim para Produção de Frutos no Brasil**. Circular técnica. Paraná: EMBRAPA, 2008. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/315642/1/circtec162.pdf>>. Acesso em: 25 fev. 2019.

EMBRAPA. **Polpa de fruta congelada**. Coleção Agroindústria familiar. Brasília: EMBRAPA, 2005. Disponível em: <<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/11881/2/00076180.pdf>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

EMBRAPA. **Prospecção do Cultivo do Nim (*Azadirachta indica*) no Brasil**. Embrapa florestas. Colombo: EMBRAPA, 2009. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/657534>>. Acesso em: 25 mai. 2018. ISSN 1679-2599.

FILHO, A. P. S.; CUNHA, R. L.; VASCONCELOS, M. A. M. Efeito Inibitório do óleo de *Azadirachta indica* A. Juss sobre plantas daninhas. **Revista Ciências Agrárias**, Belém, n.52, p.79-86, jul./dez., 2009.

FERREIRA, P. V. (Ed.) **Estatística Experimental Aplicada às Ciências Agrárias**. CECA-UFAL, 2011.

FORMENTINI, M. A.; ALVES, L. F.A.; SCHAPOVALOFF, M. E. Insecticidal activity of neem oil against *Gyropsylla spegazziniana* (Hemiptera: Psyllidae) nymphs on Paraguay tea seedlings. **Braz. J. Biol.**, v.76, n.4, p. 951-954, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/1519-6984.04915>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

FOUST, A. S. et al. **Princípio das Operações Unitárias**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

GARCIA, J. L.M. **O Nim indiano**: o bioprotetor natural. 2012. Disponível em: <<https://tudo-sobreplantas.wordpress.com/2012/02/03/o-nim-indiano-o-bioprotetor-natural/>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

GARG, S.; TALWAR, G. P.; UPADHYAY, S. N. Comparison of extraction procedures on the immunocontraceptive activity of neem seed extracts. **Journal of Ethnopharmacology**, v.44, p.87-92, 1994.

GAZETA DE ALAGOAS. **Nim de Alagoas**. Maceió, 2015. Disponível em: <<http://gazetaweb.globo.com/gazetadealagoas/noticia.php?c=268777>>. Acesso em: 24 mai. 2018.

GEANKOPLIS, C. J. **Transport Processes and Unit Operations**. 3. ed. New Jersey: Prentice Hall P T R, 1993.

GOMES JR, S.B. **Avaliação Técnica e Econômica da Aplicação de Óleo Vegetal de Crambe como Isolante Elétrico em Comparação com Óleo de Soja**. 2010. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento de Tecnologia)- Instituto de Engenharia do Paraná, Curitiba, 2010.

GÜNHAN, T; DEMİR, V; YAĞCIOĞLU, A. Mathematical Modelling of Convection Drying Characteristics of Artichoke (*Cynara scolymus* L.) Leaves. **Tarım Bilimleri Dergisi - Journal of Agricultural Sciences**, v.20, p.415-426, 2014.

HAO, F. et al. Neem components as potential agents for cancer prevention and treatment. **Biochimica et Biophysica Acta**, v.1849, p.247-257, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.bbcan.2014.07.002>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**: Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos, 4. ed. 1. ed. digital, São Paulo: 2008.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE). **Censo demográfico de Delmiro Gouveia 2018**. Delmiro Gouveia, 2018.

JADEJA, G. C.; MAHESHWARIB, R.C.; NAIKA, S.N. Extraction of natural insecticide azadirachtin from neem (*Azadirachta indica* A. Juss) seed kernels using pressurized hot solvent. **The Journal of Supercritical Fluids**, v.56, p.253-258, 2011.

AFONSO JÚNIOR, P. C.; CORRÊA, P. C. Comparação de modelos matemáticos para descrição da cinética de secagem em camada fina de sementes de feijão. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.3, n.3, p.349-353, 1999.

KAUSHIC, C. The antifertility effect of neem oil and its mechanism of action following intrauterine application, 1992.

KAUSHIK, N. Determination of azadirachtin and fatty acid methyl esters of *Azadirachta indica* seeds by HPLC and GLC. **Anal Bioanal Chem.**, p.1199-1204, 2002. Disponível em: <[10.1007/s00216-002-1638-7](http://dx.doi.org/10.1007/s00216-002-1638-7)>. Acesso em: 25 mai. 2018.

KOUL, O.; ISMAN, M. B.; KETKAR, C. M. Properties and uses of neem, *Azadirachta indica*. **Canadian Journal of Botany**, v.68, n.1, p.1-11, 1990. Disponível em: <<https://doi.org/10.1139/b90-001>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

KUMAR, J., PARMAR, B. S. Physicochemical and chemical variation in neem oils and some bioactivity leads against *Spodoptera litura* F. **J. Agric. Food Chem.**, v.44, n.8, p. 2137-2143, 1996. Disponível em: <10.1021/jf950283s>. Acesso em: 25 mai. 2018.

LARK, R. M. Some tools for parsimonious modelling and interpretation of within-field variation of soil and crop systems. **Soil & Tillage Research**, v.58, n.3-4, p.99-111, 2001.

LIAUW, M. Y. et al. Extraction of neem oil (*Azadirachta indica* A. Juss) using n-hexane and ethanol: studies of oil quality, kinetic and thermodynamic. **Journal of Engineering and Applied Sciences**, v.3, n.3, p.49-54, 2008. ISSN 1819-6608.

MADAMBA, P. S; DRISCOLLB, R. H.; e BUCKLEB, K. A. The Thin-layer Drying Characteristics of Garlic Slices. **Journal of Food Engineering**, v.29, p.75-97, 1996.

MANDAL, S. Repellent activity of *Eucalyptus* and *Azadirachta indica* seed oil against the filarial mosquito *Culex quinquefasciatus* Say (Diptera: Culicidae) in India. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, p. 109-112, 2011.

MARCINKOWSKI, E. A. **Estudo na cinética de secagem, curvas de sorção e predição de propriedades termodinâmicas da proteína texturizada de soja**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

MARTINEZ, S. S. (Ed.). **O nim – *Azadirachta indica*: natureza, usos múltiplos, produção**. Londrina: IAPAR, 2002.

MARTINS, E. S. S.; COSTA, J. C. Importância relativa das plantas medicinais comercializadas nas feiras dos municípios de Paulo Afonso – Bahia, Delmiro Gouveia – Alagoas e Petrolândia – Pernambuco, Brasil. **Opará: Etnicidades, Movimentos Sociais e Educação**, Paulo Afonso, v.4, n.5, p. 63-80, 2016. ISSN 2317-9457.

MAZONI, J. N. O. **Inativação de fungos e extração de azadiractina e óleo de sementes de nim (*Azadirachta indica* A. Juss) utilizando fluidos supercríticos**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) – Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2008.

MCCABE, W. L.; SMITH, J. C.; HARRIOTT, P. **Unit Operations of Chemical Engineering**. 4. ed. Singapore: McGraw-Hill Internacional Book Co, 1985.

MENDONÇA, A. P. **Secagem e extração do óleo das sementes de Andiroba (*Carapa surinamensis* Miq. e *Carapa guianensis* Aubl.)**. 2015. Tese (Doutorado em Ciências de Florestas Tropicais)- Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia, Manaus, 2015.

MENGES, H. O.;ERTEKIN, C. Thin layer drying model for treated and untreated Stanley plums. **Energy Conversion and Management**, v.47, p.2337-2348, 2006.

MIDILLI, A.; KUCUK, H.; YAPAR, Z. A. A new model for single-layer drying. **Drying Technology**, v. 20, n. 7, p. 1503-1513, 2002.

MOSSINI, S. A. G.; KEMMELMEIER, C. A árvore Nim (*Azadirachta indica* A. Juss): múltiplos usos. **Acta Farm. Bonaerense**, v.24, n.1, p.139-48, 2005. ISSN 0326-2383.

MUNDO DOS ÓLEOS. **Óleo de Neem**. 2018. Disponível em: <<https://www.mundodosoleos.com/oleo-de-neem>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

MURUGAN, K. et al. *In vivo* and *in vitro* effectiveness of *Azadirachta indica*-synthesized silver nanocrystals against *Plasmodium berghei* and *Plasmodium falciparum*, and their potential against malaria mosquitoes. **Research in Veterinary Science**, v.106, p.14-22, 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.rvsc.2016.03.001?hash=item1ecb335d3c:m:mPHYZZILXbj5FxmKmyP_vtQ>. Acesso em: 25 mai. 2018.

MURUGESAN, N.; MURUGESH. T. Efficacy of some plant products against spotted Leaf beetle (Hadda beetle), *Henosepilachna vigintioctopunctata* (F.) in Brinjal. **Journal of Bio-pesticides**, v.1, n.1, p.67-69, 2008.

NDE, D. B.; BOLDOR, D.; ASTETE, C. Optimization of microwave assisted extraction parameters of neem (*Azadirachta indica* A. Juss) oil using the Doehlert's experimental design. **Industrial Crops and Products**, v.65, p.233-240, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.12.015>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

NEEM FOUNDATION. Economic Potential of Neem. 2019. Disponível em: <<http://www.neemfoundation.org/about-neem/economic-potential-of-neem/>> Acesso em: 30 jan. 2019.

NETO, F. R. F. **Estudo de um secador híbrido (solar-elétrico) para desidratação de frutas**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

OFERTAS AGRÍCOLAS. **Óleo de Neem puro**. 2018. Disponível em: <<https://www.ofertasagricolas.com.br/anuncio/1365/oleo-de-neem-puro>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

OFORI-BOATENG, C.; TEONG, L. K.; JITKANG, L. Comparative exergy analyses of *Jatropha curcas* oil extraction methods: Solvent and mechanical extraction processes. **Energy Conversion and Management**, v.55, p.164-171, 2012.

PAES, J. B. et al. Rendimento e Características Físicas dos Óleos de Nim (*Azadirachta indica*) e Mamona (*Ricinus communis*). **Floresta e Ambiente**, v.22, n.1, p.134-139, 2015.
PARIDA, M. M. et al. Inhibitory potential of neem (*Azadirachta indica* Juss) leaves on Dengue virus type-2 replication. **Journal of Ethnopharmacology**, v.79, p.273-278, 2002.

PANCHARIYA, P. C.; POPOVIC, D; SHARMA, A. L. Thin-layer modelling of black tea drying process. **Journal of Food Engineering**, v.52, p.349-357, 2002.

PARKERT, E. D. T.; FINZER, J. R. D. Determinação dos coeficientes convectivos de transferência de calor no processamento de folhas de nim durante a inativação enzimática e secagem. **FAZU em Revista**, Uberaba, n.6, p.53-82, 2009.

PEDLOWSKI, M. A. et al. Um Estudo sobre a Utilização de Agrotóxicos e os Riscos de Contaminação num Assentamento de Reforma Agrária no Norte Fluminense. **J. Braz. Soc. Ecolotoxicol.**, v.1, n.2, p.185-190, 2006.

PIGHINELLI, A. L. M. T. **Extração mecânica de óleos de amendoim e de girassol para a produção de biodiesel via catálise básica**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

PURI, H. S. **Neem: The Divine Tree Azadirachta indica**. The Netherlands: Harwood academic publishers, 2005.

RAMALHO, H. F.; SUAREZ, P. A. Z. A Química dos Óleos e Gorduras e seus Processos de Extração e Refino. **Revista Virtual de Química**, v.5, n.1, p.2-15, 2012. ISSN 1984-6835. Disponível em: <10.5935/1984-6835.20130002>. Acesso em: 25 mai. 2018.

RAO, V. K.; KOWALE, B. N.; VERMA, A. K. Effect of feeding water washed neem (*Azadirachta indica*) seed kernel cake on the quality, lipid profile and fatty acid composition of goat meat. **Small Ruminant Research**, v.47, n.3, p. 213-219, 2003. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0921-4488\(02\)00256-0](https://doi.org/10.1016/S0921-4488(02)00256-0)>. Acesso em: 25 mai. 2018.

ROSSETO, R. E. et al. Efeito da secagem na extração de óleos em plantas com potencial energético. **Acta Iguazu**, Cascavel, v.1, n.1, p.69-77, 2012.

SALLES, L. A.; RECH, N. L. Efeito de extratos de Nim (*Azadirachta indica*) e Cinamomo (*Melia azedarach*) sobre *Anastrepha fraterculus* (wied.)(Diptera: Tephritidae). **Revista Brasileira De Agrociência**, v.5, n.3, p.225-227, 1999.

SANTOS, G. R. et al. Análise da precipitação pluvial e temperatura do ar de Olho D'Água do Casado, Delmiro Gouveia e Piranhas, Alagoas. **Regne**, v.3, n.1, 2017. Disponível em: <<http://www.periodicos.ufrn.br/revistadoregne>>. Acesso em: 25 mai. 2018.

SATYANANDAM, T. et al. Variations in quantity and quality of neem oil (*Azadirachta indica* A.juss) extracted by petroleum ether and ethanol in select areas of Guntur, Andhra Pradesh, India. **Current Trends in Biotechnology and Pharmacy**, v.5, n.1, p.1029-1037, 2011.

SHINDE, A.; DAS, S.; DATTA, A. K. Quality improvement of orthodox and CTC tea and performance enhancement by hybrid hot air–radio frequency (RF) dryer. **Journal of Food Engineering**, v. 116, p. 444-449, 2013.

SHORI, A. B. Changes of hemoglobin content and glucose levels in the blood of *Rattus norvegicus* by water extracts of *Azadirachta indica*. **Chinese Journal of Natural Medicines**, v.10, n.2, p.135-137, 2012. Disponível em: <10.3724/SP.J.1009.2012.00135>. Acesso em: 25 mai. 2018.

SILVA, E.M.; DA SILVA, J.S.; PENA, R.S.; ROGEZ, H. A combined approach to optimize the drying process of flavonoid-rich leaves (*Inga edulis*) using experimental design and mathematical modelling. **Food and bioproducts processing**, v.89, p.39-46, 2011.

SILVA, M. T. C.; TURATTI, J. M. Extração de óleo de soja com etanol. **Coletânea do Instituto de Tecnologia de Alimentos**, v.21, n.1, p.73-89, 1991.

SOETAREDJO, F. E. et al. Effects of Pre-treatment Condition on the Yield and Quality of Neem Oil Obtained by Mechanical Pressing. **Journal of Engineering and Applied Sciences**, v.3, n.5, p. 45-49, 2008. ISSN 1819-6608.

SOUZA, K. A.; RESENDE, O.; CHAVES, T. H.; COSTA, L. M. Cinética de secagem do nabo forrageiro (*Raphanus sativus* L. **Revista Ciência Agronômica**, v.42, n.4, p.883-892, 2011. ISSN 1806-6690.

SUNDARAM, P.; SUDHAKAR, P.; YOGESHWARAN, R. Experimental Studies and Mathematical Modeling of Drying Wheat in Fluidized Bed Dryer. **Indian Journal of Science and Technology**, v.9, n.36, 2016. Disponível em: <10.17485/ijst/2016/v9i36/93696>. Acesso em: 30 jan. 2019.

TCHIÉGANG, C. et al. Influence of humidity on the extraction and the physico-chemical quality of butter of shea kernels (*Butyrospermum parkii* G. Don Kotschy) during the drying process. **Riv. Ital. Sostanze Grasse**, v.80, n.5, p.307-311. 2003.

TORRES, M. A. P. **Desempenho de diferentes métodos de secagem e seus efeitos sobre a qualidade fisiológica de sementes de sorgo granífero (*Sorghum bicolor* (L.) Moench)**. 2006. Dissertação (Mestrado em Zootecnia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

UQUICHE, E.; JERÉZ, M.; ORTÍZ, J. Effect of pretreatment with microwaves on mechanical extraction yield and quality of vegetable oil from Chilean hazelnuts (*Gevuina avellana* Mol). **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v.9, p.495-500, 2008.

VIANA, P. A.; PRATES, H. T. Desenvolvimento e mortalidade larval de *Spodoptera frugiperda* em folhas de milho tratadas com extrato aquoso de folhas de *Azadirachta indica*. **Bragantia**, Campinas, v.62, n.1, p. 69-74, 2003.

ZHANG, Y. et al. Isolation and identification of the antibacterial active compound from petroleum ether extract of neem oil. **Fitoterapia**, v.81, p.747-750, 2010. Disponível em: <10.1016/j.fitote.2010.03.015>. Acesso em: 28 mai. 2018.

ZANOELO, E. F; DI CELSO, G. M; KASKANTZIS. Drying Kinetics of Mate Leaves in a Packed Bed Dryer. **Biosystems Engineering**, v.96, n.4, p.487-494, 2007.

WILLMOTT, C. J. Some Comments on the Evaluation of Model Performance. **Bulletin American Meteorological Society**, v.63, n.11, p. 1309-1313, 1982.

APÊNDICE A – Umidade adimensional para cada temperatura e pré-tratamento

COM POLPA							
50°C				60°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,9377	0,9222	0,9593	15	0,9123	0,8899	0,9594
30	0,8940	0,8998	0,8865	30	0,8724	0,8480	0,9326
45	0,8618	0,8883	0,8680	45	0,8526	0,8250	0,9189
60	0,8316	0,8836	0,8446	60	0,8320	0,8036	0,9042
90	0,7981	0,8662	0,8311	90	0,7795	0,7513	0,8650
120	0,7698	0,8363	0,8253	120	0,7222	0,7078	0,8274
150	0,7435	0,8266	0,7664	150	0,6928	0,6699	0,7926
180	0,7167	0,7763	0,7433	180	0,6727	0,6553	0,7690
240	0,6725	0,7371	0,6850	240	0,6629	0,6541	0,7562
300	0,6331	0,7173	0,6629	300	0,6455	0,6264	0,7465
360	0,5932	0,6525	0,6434	360	0,6290	0,6161	0,7375
1440	0,2757	0,2566	0,2341	1440	0,0733	0,0928	0,0875
2880	0,0000	0,0000	0,0000	2880	0,0000	0,0000	0,0000
70°C				80°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,8751	0,9572	0,8782	15	0,8330	0,8686	0,8901
30	0,7918	0,9215	0,8016	30	0,7295	0,7712	0,7971
45	0,7198	0,8828	0,7386	45	0,6419	0,6746	0,7028
60	0,6873	0,8673	0,7111	60	0,5537	0,5840	0,6055
90	0,5721	0,7936	0,6050	90	0,3769	0,4351	0,4469
120	0,4889	0,7160	0,5225	120	0,2520	0,3034	0,2831
150	0,4554	0,6889	0,4632	150	0,1854	0,2195	0,2014
180	0,3617	0,6302	0,3936	180	0,1377	0,1611	0,1520
240	0,3208	0,5918	0,3545	240	0,0936	0,1077	0,1006
300	0,2653	0,5156	0,2963	300	0,0686	0,0774	0,0697
360	0,2142	0,4715	0,2465	360	0,0511	0,0554	0,0491
1440	0,0000	0,0000	0,0000	720	0,0000	0,0000	0,0000
90°C				100°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,8727	0,8840	0,8609	15	0,6511	0,6392	0,6493
30	0,7082	0,7311	0,7077	30	0,6511	0,6392	0,6493
45	0,6126	0,6445	0,6216	45	0,3021	0,6392	0,2986
60	0,4958	0,5513	0,5279	60	0,4247	0,4640	0,4019
90	0,4117	0,4518	0,4182	90	0,3149	0,3959	0,3217
120	0,2549	0,2847	0,2313	120	0,2547	0,2152	0,2278
150	0,1773	0,2080	0,1500	150	0,1347	0,1899	0,1407
180	0,1407	0,1732	0,1158	180	0,1172	0,1313	0,1017
240	0,1312	0,1633	0,1157	240	0,0611	0,0774	0,0533
300	0,1247	0,1452	0,0908	300	0,0389	0,0534	0,0357
360	0,0839	0,1144	0,0637	360	0,0308	0,0441	0,0287
720	0,0000	0,0000	0,0000	720	0,0000	0,0000	0,0000

SEM POLPA

50°C				60°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,9753	0,6117	0,9764	15	0,5680	0,5527	0,6385
30	0,9581	0,4561	0,9581	30	0,4420	0,3671	0,4762
45	0,9375	0,4118	0,9112	45	0,4166	0,3401	0,4138
60	0,9193	0,3686	0,8854	60	0,3984	0,3235	0,4022
90	0,8524	0,3517	0,8061	90	0,3637	0,2973	0,3375
120	0,7578	0,3284	0,7289	120	0,3427	0,2798	0,3107
150	0,7221	0,2883	0,7037	150	0,3237	0,2648	0,2896
180	0,6540	0,2167	0,6163	180	0,3200	0,2620	0,2819
240	0,5483	0,1681	0,5457	240	0,3158	0,2541	0,2717
300	0,4439	0,1253	0,4485	300	0,3053	0,2467	0,2670
360	0,3218	0,1187	0,3287	360	0,2960	0,2411	0,2623
1440	0,0409	0,0443	0,1204	1440	0,0000	0,0000	0,0000
2880	0,0000	0,0000	0,0000	-	-	-	-
70°C				80°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,4173	0,4675	0,4585	15	0,4596	0,4421	0,4939
30	0,2922	0,3717	0,3153	30	0,3357	0,3289	0,3566
45	0,2647	0,3424	0,2884	45	0,2989	0,2782	0,3122
60	0,2550	0,3320	0,2774	60	0,2667	0,2424	0,2771
90	0,2252	0,2961	0,2416	90	0,2058	0,1791	0,2140
120	0,2000	0,2684	0,2136	120	0,1485	0,1231	0,1491
150	0,1851	0,2484	0,1925	150	0,1101	0,0901	0,1052
180	0,1599	0,2218	0,1664	180	0,0816	0,0644	0,0643
240	0,1470	0,2069	0,1508	240	0,0466	0,0325	0,0400
300	0,1281	0,1774	0,1307	300	0,0323	0,0206	0,0267
360	0,1095	0,1605	0,1049	360	0,0249	0,0133	0,0193
1440	0,0000	0,0000	0,0000	720	0,0000	0,0000	0,0000
90°C				100°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,4218	0,5158	0,5217	15	0,3867	0,4721	0,3730
30	0,2671	0,3676	0,3527	30	0,2981	0,3472	0,2622
45	0,2433	0,3247	0,3088	45	0,2325	0,3008	0,1617
60	0,2231	0,2931	0,2677	60	0,2054	0,2373	0,1569
90	0,2009	0,2528	0,2287	90	0,1446	0,2021	0,1213
120	0,1505	0,1837	0,1564	120	0,1124	0,1610	0,0704
150	0,1066	0,1303	0,1040	150	0,0794	0,0990	0,0875
180	0,0875	0,0996	0,0765	180	0,0495	0,0656	0,0334
240	0,0722	0,0912	0,0698	240	0,0272	0,0353	0,0200
300	0,0623	0,0767	0,0533	300	0,0178	0,0237	0,0156
360	0,0405	0,0547	0,0422	360	0,0150	0,0205	0,0140
720	0,0000	0,0000	0,0000	720	0,0000	0,0000	0,0000

SEM POLPA E TRITURADA

50°C				60°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,6859	0,6945	0,6524	15	0,5278	0,4954	0,3950
30	0,4400	0,4664	0,3898	30	0,3170	0,2306	0,2157
45	0,2829	0,2974	0,2272	45	0,2169	0,1604	0,1264
60	0,1905	0,2019	0,1410	60	0,1496	0,1110	0,1058
90	0,0935	0,1026	0,0938	90	0,0499	0,0689	0,0820
120	0,0437	0,0504	0,0269	120	0,0220	0,0596	0,0735
150	0,0164	0,0196	0,0111	150	0,0127	0,0549	0,0695
180	0,0065	0,0071	0,0053	180	0,0000	0,0000	0,0000
240	0,0000	0,0000	0,0000	-	-	-	-
70°C				80°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,6279	0,6008	0,5887	15	0,4369	0,3433	0,1973
30	0,3291	0,3071	0,2829	30	0,1875	0,1026	0,0617
45	0,1828	0,1706	0,1482	45	0,0578	0,0240	0,0313
60	0,1304	0,1537	0,1025	60	0,0304	0,0240	0,0224
90	0,0421	0,0869	0,0809	90	0,0193	0,0178	0,0179
120	0,0178	0,0446	0,0181	120	0,0173	0,0152	0,0156
150	0,0092	0,0238	0,0073	150	0,0144	0,0140	0,0143
180	0,0000	0,0000	0,0000	180	0,0000	0,0000	0,0000
90°C				100°C			
Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo	Tempo (min)	X/Xo	X/Xo	X/Xo
0	1,0000	1,0000	1,0000	0	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,4747	0,3642	0,5448	15	0,4655	0,3705	0,5416
30	0,1244	0,1192	0,2043	30	0,1016	0,1197	0,2092
45	0,0542	0,0681	0,0886	45	0,0542	0,0646	0,0881
60	0,0229	0,0389	0,0394	60	0,0249	0,0390	0,0392
90	0,0107	0,0245	0,0202	90	0,0107	0,0235	0,0203
120	0,0039	0,0150	0,0058	120	0,0034	0,0150	0,0052
150	0,0026	0,0110	0,0036	150	0,0026	0,0111	0,0036
180	0,0000	0,0000	0,0000	180	0,0000	0,0000	0,0000