



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
INSTITUTO DE QUÍMICA E BIOTECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
QUÍMICA E BIOTECNOLOGIA



SAMARA ARAÚJO MORAIS

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DE TANINOS A
PARTIR DA ESPÉCIE *MIMOSA TENUIFLORA* (WILLD.) POIRET**

Maceió - AL

2019



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
INSTITUTO DE QUÍMICA E BIOTECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA E
BIOTECNOLOGIA



SAMARA ARAÚJO MORAIS

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DE TANINOS A
PARTIR DA ESPÉCIE *MIMOSA TENUIFLORA (WILLD.) POIRET***

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química e Biotecnologia, da Universidade Federal de Alagoas, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Química e Biotecnologia. Área de concentração: Físico-Química.

Orientadora: Prof^ª Tatiane Luciano Balliano

Co-orientador: João Inácio Soletti.

Maceió - AL

2019

**Catálogo na fonte Universidade
Federal de Alagoas Biblioteca
Central
Divisão de Tratamento Técnico**

Bibliotecário: Marcelino de Carvalho

- M827o Morais, Samara Araújo.
Otimização do processo de extração de taninos a partir da espécie
Mimosa tenuiflora (Willd.) Poiret / Samara Araújo Morais. - 2019
98 f. : il color.
- Orientadora: Tatiane Luciano Balliano.
Coorientador: João Inácio Soletti.
Dissertação (Mestrado em Química e Biotecnologia) – Universidade
Federal de Alagoas. Instituto de Química e Biotecnologia. Programa de Pós-
Graduação em Química e Biotecnologia. Maceió, 2019.
- Bibliografia: f. 86-98.
1. *Mimosa tenuiflora*. 2. Taninos - Extração - Otimização. 3. Caatinga. 4.
Delineamento Composto Central Rotacional. I. Título.

CDU: 547.98



PPGQB

Programa de Pós-Graduação em Química e Biotecnologia



FOLHA DE APROVAÇÃO

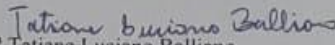
SAMARA ARAÚJO MORAIS

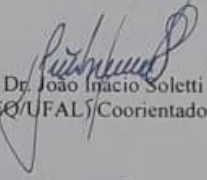
Otimização do processo de extração de taninos a partir da espécie *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poiret


Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química e Biotecnologia, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

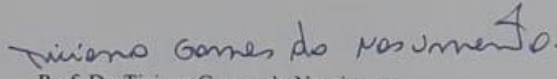
Dissertação aprovada em 28 de junho de 2019.

COMISSÃO JULGADORA:


Prof. Dr. Tatiane Luciano Balliano
(PPGQB/IQB/UFAL) Orientadora


Prof. Dr. João Inácio Soletti
(PPGEQ/UFAL) Coorientador


Prof. Dr. Joséaldo Tonholo
(PPGQB/IQB/UFAL)


Prof. Dr. Ticiano Gomes do Nascimento
(PPGCF/UFAL)

Dedico esta dissertação, primeiramente à Deus, meu esposo, minha mãe, orientadora, e principalmente aos meus filhos que são a razão da minha vida, de onde extraio forças para vencer os desafios.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente ao meu Aba Pai e seu Filho Jesus Cristo, o mestre dos mestres. Agradeço à Ele por ter me permitido chegar até aqui. Obrigada Pai, que tudo seja conforme a Tua vontade, que é boa, perfeita e agradável.

À minha mãe, Rosana, por sempre se preocupar com meus estudos e de minha irmã, sempre nos impulsionando e apoiando, dando suporte necessário para nossos sonhos.

Ao meu esposo, Carlos Alberto, por todo apoio e dedicação, este que compartilhou comigo toda trajetória do mestrado, e sentiu junto a mim as dificuldades e luta para mais esta realização, sofrendo ao meu lado.

Ao meu filho, Carlos Emanuel, por ser minha alegria, minha razão para continuar avançando e lutando por nossos objetivos. Um ser tão pequeno, mas que me ensina a cada dia a ser uma pessoa melhor. À minha filha, Sarah Emanuele, que foi concebida na reta final do mestrado, um presente de Deus em nossas vidas, que nem nasceu, mas já é uma guerreira como eu e que me ensina a cada dia, a perseverar.

À toda minha família, por todo amor e compreensão.

À minha professora e orientadora Tatiane Luciano Balliano por ter acreditado em meu potencial. Por todos ensinamentos, que vão muito além da área acadêmica. Principalmente, por ter sido compreensiva, conselheira, quando necessário, e uma amiga quando eu mais precisava, me dando forças para continuar.

Ao professor João Inácio Soletti, meu coorientador, por ter me aceitado como orientanda, por ser um exemplo de professor dedicado, e pelos grandes ensinamentos ao longo da trajetória da graduação e mestrado.

Ao coordenador do programa e demais membros do colegiado, pela compreensão e sensibilidade ao meu estado de saúde, para que fosse possível a conclusão deste mestrado.

Ao LabCriMM (Laboratório de Cristalografia e Modelagem Molecular), LASSOP (Laboratório de sistema de separação e otimização de processos) e LTBA (Laboratório de Tecnologia de Bebidas e Alimentos) pela contribuição e ajuda de meus colegas durante o desenvolvimento de minha pesquisa. Em especial, à Jaqueline, Milena, Vitor, Rosana e Margareth, colegas que Deus me deu e que foram meus companheiros em laboratório.

À CAPES pelo apoio financeiro.

E a todos que de alguma forma contribuíram para o desenvolvimento e conclusão deste trabalho.

“E ainda que tivesse o dom de profecia, e conhecesse todos os mistérios e toda a ciência, e ainda que tivesse toda a fé, de maneira tal que transportasse os montes, e não tivesse amor, nada seria”.
(1 Co 13:2).

RESUMO

Os taninos são compostos polifenólicos encontrados em plantas, que possuem a capacidade de se associar e precipitar proteínas. Tais compostos são bastante utilizados na indústria de couros, indústria farmacêutica, no tratamento de água, entre outros. De acordo com a literatura, as cascas da espécie *Mimosa Tenuiflora* possuem grande potencial como produtora de taninos. Esta espécie, conhecida popularmente como Jurema Preta, planta nativa e de grande ocorrência nas áreas da caatinga da Região Nordeste do Brasil. Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi de otimizar a extração de taninos condensados da casca da Jurema Preta, visando a sua potencialidade para exploração comercial. Inicialmente, conduziram-se experimentos para avaliar o Teor de Sólidos Totais (TST) utilizando diferentes concentrações de soluções hidroetanólicas, para isto, utilizou-se a técnica de maceração dinâmica para todos experimentos. Também foi realizado o planejamento experimental para estudar a influência de algumas variáveis, tais como concentração do solvente etanol, volume de solvente, tempo de extração e temperatura sobre a extração de Taninos Condensados (TC) e Polifenóis Totais (PT), além do efeito sobre o TST. Utilizou-se para o planejamento experimental o Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR), pois permite analisar todo espaço experimental com menor número de experimentos. De acordo com os resultados, os extratos obtidos com etanol 50% em água apresentaram maiores quantidades de PT e TC em relação às demais concentrações de etanol em água. A extração obtida com solvente água (sem adição de etanol), foi a que obteve menor teor de taninos condensados. A variável volume de solvente foi a mais significativa para as variáveis respostas, obteve-se maiores teores de taninos condensados, utilizando menores volumes de solvente. As variáveis tempo e temperatura, de acordo com as superfícies de respostas para taninos condensados, demonstraram não influenciar no processo de extração de taninos, porém podem promover maior extração com a aplicação de maiores temperaturas e tempo, mesmo com volumes maiores de solvente. Observou-se uma relação diretamente proporcional da concentração de sólidos totais e taninos condensados e polifenóis totais. Avaliando os maiores teores de taninos condensados obtidos pelos planejamentos a condição mais viável, levando em consideração o custo do processo, para obter maiores teores de taninos condensados foi de: temperatura de 41,45°C, tempo de 67,5 min, volume de solvente de 22,5 mL e concentração etanólica de 25% em água. Nesta condição, o teor obtido de taninos condensados foi de 83,7 mg EC/ g de extrato seco.

Palavras-chaves: *mimosa tenuiflora*, taninos condensados, caatinga, otimização, DCCR.

ABSTRACT

Tannins are polyphenolic compounds found in plants that have the ability to associate and precipitate proteins. Such compounds are widely used in leather industry, pharmaceutical industry, water treatment, among others. According to the literature, bark of the species *Mimosa tenuiflora* has great potential as a producer of tannins. This species, popularly known as Jurema Preta, is a native plant that occurs in the caatinga areas of northeastern Brazil. In this context, the objective of this work was to optimize the extraction of condensed tannins from the Jurema Preta bark, aiming at its potentiality for commercial exploitation. Initially, experiments were conducted to evaluate the Total Solids Content (TST) using different concentrations of hydroethanolic solutions. For this, the dynamic maceration technique was used for all experiments. Experimental planning was also performed to study the influence of some variables, such as ethanol to water solvent ratio, solvent volume, extraction time and temperature on the extraction of Condensed Tannins (TC) and Total Polyphenols (PT), besides the effect on TST. It was used for the experimental planning the Central Rotational Composite Design (DCCR), because it allows to analyze all experimental space with smaller number of experiments. According to the results, the extracts obtained with 50% ethanol in water presented higher amounts of PT and TC compared to the other concentrations of ethanol in water. The extraction obtained with water solvent (without the addition of ethanol) was the one that obtained the lowest content of condensed tannins. The solvent volume variable was the most significant for the response variables. Higher levels of condensed tannins were obtained using lower solvent volumes. The time and temperature variables, according to the response surfaces for condensed tannins, showed no influence on the tannin extraction process, but may promote greater extraction with the application of higher temperatures and time, even with larger solvent volumes. A directly proportional relationship of the concentration of total solids and condensed tannins and total polyphenols was observed. Evaluating the highest levels of condensed tannins obtained by the planning the most viable condition, taking into account the cost of the process, to obtain higher contents of condensed tannins was: temperature 41.45 ° C, time 67.5 min, volume of 22.5 mL solvent and 25% ethanolic concentration in water. In this condition, the content of condensed tannins was 83.7 mg EC / g of dry extract.

Keywords: *mimosa tenuiflora*, condensed tannins, caatinga, optimization, DCCR.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Caracterização botânica da espécie <i>Mimosa tenuiflora</i> (Willd.) Poiret, onde A: Habitat; B: Folhas; C: Ramo aculeado; D: Fruto maduro; E: Flores.....	24
Figura 2 - Estrutura molecular da glicose e ácido gálico, e da estrutura formada β -1,2,3,4,6 – pentagaloil-O-D-glicose (galatanino).	33
Figura 3 - Estrutura molecular dos elagitaninos (glicose e ácido hexahidroxidifênico, isolado como ácido elágico).....	34
Figura 4 - Estrutura base dos taninos condensados.	35
Figura 5 - Mapa de produção dos Estados do Nordeste brasileiro na produção de extratos tanantes (em toneladas) e valor da produção em Reais em 2017.	38
Figura 6 - A imagem representa em: a) Análise Univariada (b) Matriz com todas as combinações e (c) Delineamento Composto Central Rotacional.	40
Figura 7 - Sistema utilizado para a realização das extrações.	49
Figura 8 - Reator de vidro encamisado utilizado nas extrações.	49
Figura 9 - Número de documentos de patentes registrados na base WIPO por países, utilizando-se a palavra-chave <i>Mimosa tenuiflora</i> no período de Fevereiro e Março de 2018.....	54
Figura 10 - Número de patentes por ano utilizando a plataforma WIPO utilizando a palavra-chave <i>Mimosa tenuiflora</i> para o período de 1988 a Março de 2018.	55
Figura 11 - Mudança de coloração dos extratos variando-se as concentrações de etanol em água (%).	57
Figura 12 - Reação positiva para taninos totais (branco à esquerda).	58
Figura 13 - Reação positiva para taninos totais, com a presença de precipitado esbranquiçado (solução branco à direita).	58
Figura 14 - Reação positiva para taninos condensados (branco à esquerda).....	59
Figura 15 - Teste positivo para taninos hidrolisáveis (branco à esquerda).	59
Figura 16 - Diagrama de Pareto para taninos condensados.	63
Figura 17 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da concentração etanol em água (%) e volume do solvente (mL) sendo $T=52,5^{\circ}\text{C}$ e $t=105$ min.	63
Figura 18 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da concentração etanol em água (%) e tempo (min) sendo $T=52,5^{\circ}\text{C}$ e $V=35$ mL.	64
Figura 19 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função do volume do solvente (mL) e tempo (min) sendo $T=52,5^{\circ}\text{C}$ e $C=50\%$	64

Figura 20 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e concentração de etanol em água (%) sendo V = 35 mL e t = 105 min.	65
Figura 21 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e volume do solvente (mL) sendo C = 50% e t = 105 min.	65
Figura 22 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e tempo (min) sendo C = 50% e V = 35 mL.	66
Figura 23 - Diagrama de Pareto para polifenóis totais.	67
Figura 24 - Superfície de resposta para polifenóis totais em função da concentração etanol em água (%) e volume do solvente (mL) sendo T=52,5°C e t=105 min.	67
Figura 25 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função da concentração etanol em água (%) e tempo (min) sendo T=52,5°C e V=35 mL.	68
Figura 26 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função do volume do solvente (mL) e tempo (min) sendo T=52,5°C e C=50%.	68
Figura 27 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função da temperatura (°C) e proporção etanol em água (%) sendo V = 35 mL e t = 105 min.	69
Figura 28 - Superfície de resposta para o teor polifenóis totais em função da temperatura (°C) e volume do solvente (mL) sendo C = 50% e t = 105 min.	69
Figura 29 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e tempo (min) sendo P = 50% e V = 35 mL.	70
Figura 30 - Diagrama de Pareto para Teor de Sólidos Totais.	71
Figura 31 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da proporção etanol em água (%) e volume do solvente (mL) sendo T=52,5°C e t=105 min.	72
Figura 32 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da concentração etanol em água (%) e tempo (min) sendo T=52,5°C e V=35 mL.	72
Figura 33 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função do volume do solvente (mL) e tempo (min) sendo T=52,5°C e =50%.	72
Figura 34 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais condensados em função da temperatura (°C) e concentração etanol em água (%) sendo V = 35 mL e t = 105 min.	73
Figura 35 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da temperatura (°C) e volume do solvente (mL) sendo C = 50% e t = 105 min.	73
Figura 36 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da temperatura (°C) e tempo (min) sendo C = 50% e V = 35 mL.	74
Figura 37 - Diagrama de Pareto para taninos condensados, no novo planejamento (A).	76
Figura 38 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função do volume de	

solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.	77
Figura 39 - Diagrama de Pareto para polifenóis totais, no novo planejamento (A).	78
Figura 40 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.	78
Figura 41 - Diagrama de Pareto para Teor de Sólidos Totais (%), para novo planejamento (A).	79
Figura 42 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.	80
Figura 43 - Diagrama de Pareto para Concentração de sólidos totais, para o Planejamento Experimental (A).	81
Figura 44 - Superfície de resposta para a concentração de sólidos totais em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.	82
Figura 47 - Perfil cromatográfico a 280 nm do extrato de <i>M. tenuiflora</i>	83
Figura 48 - Espectros de absorção, de 200 a 800 nm do extrato no tempo de retenção de 12,78 minutos.	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação Taxonômica da Espécie <i>Mimosa tenuiflora</i> (Willd.) Poiret.	25
Tabela 2 - Nomenclaturas científicas: basiônimo, homônimo e sinônimas da espécie <i>M. tenuiflora</i> (Willd.) Poiret.	25
Tabela 3 - Funcionários no setor de curtume no Nordeste do Brasil.	27
Tabela 4 - Consumo de energia por setor suprida por lenha no Estado de Alagoas em 2016. ...	28
Tabela 5 - Número de espécies atualmente conhecidas no Brasil.....	30
Tabela 6 - Número de espécies conhecidas por bioma.	31
Tabela 7 - Melhores condições obtidas para extração de taninos condensados em determinadas espécies vegetais.	43
Tabela 8 - Palavras-chave utilizadas na pesquisa.....	44
Tabela 9 - Níveis assumidos para as variáveis (nos pontos axiais).....	47
Tabela 10 - Valores numéricos e codificados das variáveis independentes.....	47
Tabela 11 - Matriz do delineamento experimental com as diferentes condições de extração. ...	48
Tabela 12 - Total de registros de patentes e artigos científicos localizados nas bases investigadas.	53
Tabela 13 - Teor de Umidade em base seca das cascas utilizadas no experimento.....	55
Tabela 14 - Delineamento experimental e respostas em diferentes condições de extração.....	61
Tabela 15- Valores numéricos e codificados das variáveis independentes.....	74
Tabela 16 - Planejamento experimental (A) e respostas em diferentes condições de extração. .	75
Tabela 17 - Melhores condições de extração para taninos condensados.	82
Tabela 18- Picos do cromatograma com comprimento de onda 280 nm, e suas respectivos tempos de retenção e áreas em %.	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
CDB	Convenção da Diversidade Biológica
CNAE	Classificação Nacional de Atividades Econômicas
CNPJ	Cadastro Nacional de Pessoa Jurídica
DAP	Diâmetro à altura do Peito
DCCR	Delineamento Composto Central Rotacional
DOE	Delineamento de experimentos
EC	Catequina
ETE	Estação de Tratamento de Efluentes
FDA	Fibra em detergente ácido
FDN	Fibra em detergente neutro
HPLC	High performance liquid chromatography
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatísticas
IEMI	Instituto de Estudos e Marketing Industrial
MS	Matéria seca
PB	Proteína bruta
PT	Polifenóis Totais
RSM	Metodologia de Superfície de Resposta
TC	Taninos Condensados
TST	Teor de Sólidos Totais

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	OBJETIVOS	21
	2.1 Objetivo geral	21
	2.2 Objetivos específicos	21
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
	3.1 Caracterização do bioma da caatinga	22
	3.2 Caracterização da <i>Mimosa tenuiflora (willd.) poiret</i>	23
	3.3 Potencial utilização da <i>Mimosa tenuiflora (wild.) poiret</i>	26
	3.3.1 Curtimento de couros	26
	3.3.2 Potencial Forrageiro	28
	3.3.3 Lenha e Madeira	28
	3.3.4 Importância Ecológica da Jurema Preta	29
	3.3.5 Importância social da Jurema Preta	29
	3.4 Importância dos produtos naturais	30
	3.5 Taninos	32
	3.5.1 Classificação dos taninos	32
	3.5.1.1 Taninos Hidrolisáveis	33
	3.5.1.2 Taninos Condensados	34
	3.5.2 Taninos nas plantas	35
	3.5.3 Utilização dos taninos	36
	3.5.3.1 Atividade Antimicrobiana	36
	3.5.3.2 Atividade Antioxidante	36
	3.5.3.3 Curtimento de peles	37
	3.5.4 Importância econômica dos taninos	37
	3.6 Prospecção tecnológica	39

3.7	Otimização de processos	39
3.7.1	Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR)	40
3.7.2	Variáveis críticas na extração de compostos fenólicos.....	41
4	METODOLOGIA	44
4.1	Pesquisa de prospecção tecnológica	44
4.2	Coleta e preparo das cascas para extração	45
4.3	Determinação do teor de umidade em base seca	45
4.4	Teor de sólidos totais (TST) frente à diferentes concentrações de etanol	46
4.5	Planejamento experimental	46
4.6	Métodos analíticos	49
4.6.1	Método qualitativo para identificação de Taninos.....	49
4.6.1.1	Identificação de Taninos totais – Cloreto Férrico.....	50
4.6.1.2	Identificação de Taninos – Gelatina	50
4.6.1.3	Identificação de Taninos Condensados (TC).....	50
4.6.1.4	Identificação de Taninos Hidrolisáveis.....	50
4.6.2	Determinação do Teor de Polifenóis Totais (PF)	50
4.6.2.1	Obtenção da curva de calibração para PF.....	51
4.6.3	Determinação do Teor de Taninos Condensados (TC).....	51
4.6.3.1	Obtenção da curva de calibração para TC	51
5	RESULTADOS	53
5.1	Prospecção tecnológica do uso da <i>Mimosa tenuiflora (willd.) Poiret</i>	53
5.2	Determinação do teor de umidade em base seca (U%)	55
5.3	Extrações com diferentes proporções etanol/água e determinação do TST	56
5.4	Identificação de taninos	58
5.4.1	Identificação de Taninos Totais – Cloreto Férrico	58
5.4.2	Identificação de Taninos Totais – Gelatina	58
5.4.3	Identificação de Taninos Condensados.....	59

5.4.4 Identificação de Taninos Hidrolisáveis.....	59
5.5 Curvas de calibração	60
5.6 Extrações realizadas através do planejamento experimental	61
5.6.1 Taninos Condensados	62
5.6.2 Polifenóis Totais	66
5.6.3 Teor de Sólidos Totais	70
5.7 Novo planejamento experimental (A)	74
5.7.1 Taninos Condensados	75
5.7.2 Polifenóis Totais	77
5.7.3 Teor de Sólidos Totais	79
5.7.4 Concentração de Sólidos Totais (g/ ml de extrato).....	80
5.8 Análise por HPLC	83
6 CONCLUSÃO	86
REFERÊNCIAS	87

1 INTRODUÇÃO

Os taninos são compostos polifenólicos provenientes do metabolismo secundário das plantas, em maior quantidade nas cascas de árvores, que possuem a capacidade de se associar e precipitar proteínas, atuando como agentes coagulantes naturais (TRUGILLHO *et al.*, 1997). Por esta razão os taninos são muito utilizados na indústria de curtimento de couros, na produção de corantes, resinas, adesivos para madeira, na indústria farmacêutica, no tratamento de águas devido à sua ação floculante sobre certos compostos, dentre outras aplicações (SILVA, 1999).

De acordo com Pizzi (1993), o termo "tanino" subdividiu-se em duas classes diferentes de compostos de natureza fenólica, os taninos hidrolisáveis e os taninos condensados. Sendo os taninos, o quarto constituinte mais abundante entre os compostos fenólicos nos vegetais, ficando atrás da celulose, hemiceluloses e lignina (SARTORI, 2012).

A *Mimosa Tenuiflora* (Willd) Poiret. é uma espécie arbustiva arbórea, pertencente à família *Leguminosae* (*Fabaceae*) e à subfamília *Mimosoidea*, tem como nome popular Jurema Preta. Predominante na vegetação da caatinga do Nordeste do Brasil, esta árvore mede cerca de 5 a 7 m de altura, seus troncos são levemente inclinados e medem cerca de 20 a 30 cm de diâmetro, estes são revestidos por uma casca de cor castanha muito escura, às vezes acinzentada, grosseira, rugosa, fendida longitudinalmente e entrecasca vermelho-escuro que se desprende em lâminas estreitas, exibindo madeira avermelhada, apresenta espinhos, é resistente a estiagem, além disso, esta espécie se apresenta como uma invasora de elevada agressividade, e pode ser submetida ao corte rebrota em qualquer época do ano (LIMA, 1996; MAIA, 2004; LORENZI, 1998).

Em seu habitat natural, a Jurema Preta tem sido explorada para produção de forragens, estacas e lenha, além de que, os caprinos, ovinos, e bovinos tem nessa planta um importante componente de suas dietas. Neste particular, Silva et al (1998) observaram boa aceitabilidade pelos caprinos, tanto da planta "in natura" como fenada. Cordão et al (2016) incluíram a vagem da Jurema Preta na dieta dos cordeiros, verificando que esta inclusão contribuiu para a sustentabilidade da ovinocultura na região do Nordeste. Quanto à composição química, Vasconcelos (1997), trabalhando com feno de jurema-preta obtido no período chuvoso (março e abril) e de estiagem (setembro e outubro), verificou para matéria seca (MS) teores de 90,0 e 90,9%; proteína bruta (PB) de 15,1 e 13,5%; fibra em detergente neutro (FDN) de 35,1 e 36,2%; fibra em detergente ácido (FDA) de 16,0 e 15,7%; e taninos de 26,6 e 16,9%, respectivamente (CARVALHO, SALVIANO, 1982).

Em estudos etnobotânicos e etnofarmacológicos foi possível observar que a Jurema Preta

apresenta propriedades antimicrobianas e que, ao mesmo tempo, pode preencher critérios de preservação ambiental e manejo autossustentável semelhante a outras plantas nativas tais como: *Anacardium occidentale* (cajueiro), *Pterodon emarginatus*(sucupira), *Copaifera langsdorffii* (copaíba); e *Anadenanthera colubrina* (angico) (ALVINO LEITE, I. *et al.* 2015; RODRIGUES, 1996). Em particular a pesquisa de Pereira *et al.* (2015) mostrou que o tanino da *Mimosa tenuiflora* inibiu o crescimento de *Staphylococcus aureus* formando halos que variaram de 10 mm.

A quantidade de taninos e flavonóis detectada no extrato da casca da *M. tenuiflora* é a provável responsável pela atividade antimicrobiana verificada em *Staphylococcusepidermitis*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Micrococcus luteus* e *Acinetobacter calcoaceticus*, além de fungos como *Microsporium gypseum*, *M. canis*, *Trichophyton mentagrophytes*, *T. rubus* e *Chaetomium indicum* (LOZOYA *et al.*, 1989). Os principais grupos de compostos com propriedades antimicrobianas, extraídos de plantas incluem: terpenóides e óleos essenciais (TORSSEL, 1989); flavonas, flavonóis e flavonoides (FESSENDEN, 1982), tanino (SCALBERT, 1991) e cumarinas (O’KENNEDY; THORNES, 1997).

A casca do caule e das raízes, as flores e as folhas da *Mimosa tenuiflora*, podem ser utilizadas, depois de maceradas em infusão, em decocção ou como xarope, possui propriedades analgésicas e narcóticas. Na medicina popular, o pó triturado da casca é muito eficaz no tratamento de queimaduras, acne, problema de pele, pois tem efeito antimicrobiano, sedativo e regenerador de células. Chagas (2017) avaliou a eficiência de um extrato da casca de *M. tenuiflora* composto pela mistura de hidrogel contendo 5% do extrato bruto com a concentração de tanino de 1,8%, no tratamento de úlceras na perna. O tratamento feito durante 13 semanas confirmou a eficiência terapêutica sem efeitos colaterais, com redução de 92% no tamanho da úlcera.

Diante da alta disponibilidade de jurema preta encontrada no semiárido, Paes *et. al.*(2006) avaliaram o potencial tanífero da casca do caule da Jurema Preta, e como resultado obteve-se um percentual de 17,74% de taninos condensados.

Sendo assim, a Jurema Preta é considerada uma potencial produtora de taninos, apesar de ser mais comumente utilizada como biomassa, para produção de energia, por apresentar alta densidade básica e alto poder calorífico (ARAÚJO *et al.*, 2004). Vale salientar que, para fins energéticos, basta ser utilizado o tronco desta espécie (sem casca), sendo assim possível a utilização da casca para a extração de taninos ou mesmo reaproveitar as cascas após extração (LOPES *et. al.*, 2015). Neste sentido, a Jurema Preta se torna uma ótima alternativa, tornando o processo sustentável, pelo reaproveitamento da casca, diminuindo a geração de resíduos e

possibilitando o suprimento de pequenos comércios e das comunidades da Região Nordeste do Brasil.

As inúmeras fontes naturais de compostos fenólicos possuem composição e propriedades físico-químicas diversificadas. Por esta razão, é necessário que processos específicos sejam desenvolvidos, a fim de determinar as condições ótimas de extração de taninos para cada fonte fenólica. Para isso, é utilizado planejamento experimental, analisando o efeito das variáveis independentes sobre a resposta de interesse, através de técnicas estatísticas e matemáticas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Otimizar o processo de extração de taninos por maceração dinâmica a partir da casca de *Mimosa tenuiflora (Willd) Poiret*, analisando diferentes parâmetros: concentração etanólica, temperatura, tempo de extração e volume do solvente.

2.2 Objetivos específicos

a) Realizar pesquisa de prospecção tecnológica sobre a *Mimosa Tenuiflora (Willd.) Poiret*.

b) Avaliar o efeito de diferentes proporções de etanol em água sobre o teor de sólidos totais;

c) Determinar o teor de umidade das amostras coletadas da espécie *M. Tenuiflora*;

d) Verificar o teor de taninos condensados e polifenóis totais presentes em diferentes amostras através da mudança de algumas variáveis críticas de processo, tais como proporção do solvente, tempo de extração, temperatura, razão líquido-sólido e estudar a influência dessas variáveis;

e) Aplicar planejamentos experimentais adequados à pesquisa que permitam a obtenção da modelo matemático do processo;

f) Determinar os modelos de regressão para polifenóis totais, taninos condensados e sólidos totais.

g) Por HPCL, determinar o perfil cromatográfico do extrato.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Caracterização do bioma da caatinga

A Caatinga é a vegetação típica da região de clima Semiárido, caracterizada como floresta arbórea ou arbustiva, com ampla diversidade de espécies botânicas, sendo o principal ecossistema da Região do Nordeste brasileiro. O clima desta região é caracterizado como tropical seco, possui baixa umidade relativa do ar, baixa nebulosidade, alta incidência de radiação solar, evapotranspiração potencial anual superior à precipitação anual e irregularidade de chuvas, o que ocasiona grandes taxas de deficiência hídrica. A classificação climática de Köppen, sistema que classifica os tipos climáticos globalmente, classifica a região semiárida como do tipo BSw'h' (PEEL *et al.*, 2007).

De acordo com a Portaria do Ministério da Integração Nacional, o Semiárido brasileiro foi redelimitado no ano de 2017, estendendo-se por 1.030.000 km², avançando cerca de 4,83% em relação ao ano de 2005, onde possuía uma área de 982.563 km². Atualmente, vive uma população de 27 milhões de habitantes (12,9% da população brasileira), distribuídas em 1262 municípios, dados no qual foram acrescentados 73 municípios em decorrência da seca prolongada em 2017 (BRASIL, 2018).

O bioma da Caatinga no Brasil ocupa uma área de cerca de 844.453 quilômetros quadrados, o equivalente a 11% do território nacional. Engloba os estados Alagoas, Bahia, Ceará, Maranhão, Pernambuco, Paraíba, Rio Grande do Norte, Piauí, Sergipe e o norte de Minas Gerais (BRASIL, 2012). Sendo que em cada Estado, este bioma ocupa cerca de (em termos de porcentagem da área): 100% do Ceará, 54% da Bahia, 92% da Paraíba, 83% de Pernambuco, 63% do Piauí, 95% do Rio Grande do Norte, 48% de Alagoas, 49% de Sergipe, 2% de Minas Gerais (IBGE, 2004).

O bioma Caatinga está diretamente ligado ao clima de sua região, a vegetação existente apresenta principalmente, árvores e arbustos baixos, geralmente espinhosos, microfilia e algumas características xerofíticas. A vegetação é formada por três estratos: o arbóreo, com árvores de 8 a 12 metros de altura; o arbustivo, com vegetação de 2 a 5 metros e o herbáceo, abaixo de 2 metros. Algumas das espécies típicas da vegetação das Caatingas são: *Amburana cearensis* (Fr.All.) A.C. Smith, (“imburana de cheiro”, *Fabaceae – Papilionoideae*), *Anadenanthera macrocarpa* (Benth.) Brenan (“angico vermelho”, *Fabaceae – Mimosoideae*), *Aspidosperma pyrifolium* Mart. (“pau pereiro”, *Apocynaceae*), *Caesalpinia pyramidalis* Tul.

(“catingueira”, *Fabaceae* - *Caesalpinioideae*), *Commiphora leptophloeos* (Mart.) Gillet (“Imburana”, *Burseraceae*), *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poiret (“jurema preta”, *Fabaceae* - *Mimosoideae*), *Myracrodruon urundeuva* Fr. All., (“aroeira”, *Anacardiaceae*) e *Tabebuia impetiginosa* (Mart. ex A. DC.) Standley (“pau d’arco roxo”, *Bignoniaceae*) (LEAL *et al.*, 2003).

De acordo com o Ministério do Meio Ambiente, na Caatinga existem 932 espécies de plantas, das quais 318 são endêmicas (BRASIL, 2012). Dentre elas, algumas espécies como aroeira, joazeiro, mororó, catingueira, angico, jurema preta, são utilizadas para fins terapêuticos como anti-inflamatório, no tratamento de doenças intestinais e cicatrização de ferimentos e queimaduras (PEREIRA, 2005). Assim, este bioma é considerado um dos biomas mais ricos em biodiversidade do Mundo.

Além disso, os animais da região têm como maior fonte de alimento, as folhas das espécies arbutivas na época de escassez de chuva.

Os solos deste bioma apresentam características diferentes influenciadas pela presença de pedregosos, pela topografia, capacidade de retenção de água, profundidade e drenagem dos solos, influenciando na disponibilidade de água para as plantas. A profundidade do solo interfere na capacidade de armazenamento de água no solo, na superfície, a água é perdida mais rapidamente devido à ação direta da evaporação na superfície do solo, enquanto que nas camadas mais profundas, esta perda é menor (SOUZA, 2015).

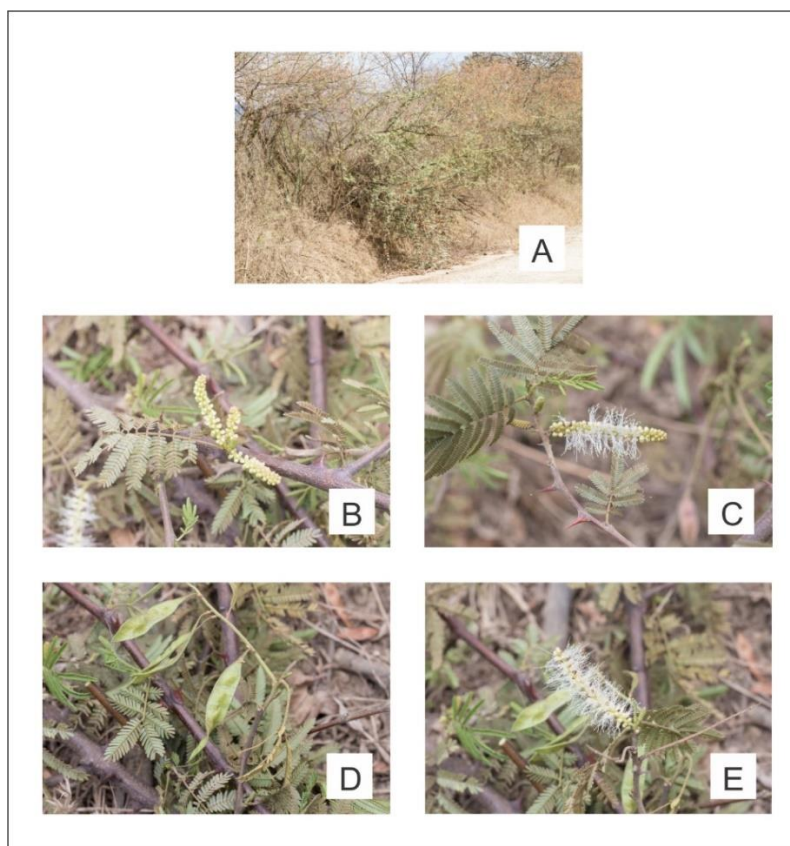
Na Região da Caatinga do Nordeste brasileiro, os solos têm pouca profundidade no geral, assim, a disponibilidade de água é menor devido a menor capacidade de armazenamento no solo, favorecendo à vegetação forrageira, espécies adaptadas desta região, onde são a maior fonte de alimento para ovinos e caprinos. Algumas espécies forrageiras são: palmatória (*Opuntia palmadora*), mandacaru (*Cereus jamacaru*), maniçoba (*Manihot glaziovii*), malva branca (*Malva sylvestris* L.), umbuzeiro (*Spondias tuberosa*), jurema preta (*Mimosa tenuiflora*), jurema branca (*Piptadenia stipulacea*), facheiro (*Pilosocereus pachycladus*), catingueira (*Poincianella bracteosa*), pereiro (*Aspidosperma pyrifolium*), marmeleiro (*Cydonia oblonga*), jatobá (*Hymenaea* spp.), juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.), entre outros (ARAÚJO *et al.*, 2010).

3.2 Caracterização da *Mimosa tenuiflora* (willd.) Poiret

A espécie *Mimosa tenuiflora* (Wild.) Poiret, mais conhecida popularmente como Jurema Preta, pertencente à família *Fabaceae*, subfamília *Mimosoideae*, gênero *Mimosa* (Tabela 1), é

de grande ocorrência da região da caatinga na região Nordeste brasileiro (ARAÚJO *et al.*, 2010). Esta espécie mede cerca de 5 a 7 m de altura, seus troncos são levemente inclinados e medem cerca de 20 a 30 cm de diâmetro (Figura 1 A e Figura 1 B), dotada de copa irregular, com espinhos e acúleos esparsos eretos e bem agudos (Figura 1 C). Seu tronco é revestido por uma casca de cor castanha muito escura, às vezes acinzentada, grosseira, rugosa, fendida longitudinalmente e entrecasca vermelho-escuro que se desprende em lâminas estreitas. É uma espécie resistente a estiagem, além disso, se apresenta como uma invasora de elevada agressividade, e pode ser submetida ao corte rebrota em qualquer época do ano (LIMA, 1996; MAIA, 2004; LORENZI, 1998). Suas flores são pequenas de cor claras, geralmente brancas, com 4 a 8 cm de comprimento (Figura 1 E). O seu fruto é uma vagem pequena, de 2,5 a 5 cm de comprimento (Figura 1 D), de casca muito fina e quebradiça quando maduro (MAIA, 2004).

Figura 1 - Caracterização botânica da espécie *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poiret, onde A: Habitat; B: Folhas; C: Ramo aculeado; D: Fruto maduro; E: Flores.



Fonte: Adaptado de TROPICOS, 2019.

Tabela 1 - Classificação Taxonômica da Espécie *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poiret.

Classe	<i>Equisetopsida C. Agardh</i>
Subclasse	<i>Magnoliidae Novák ex Takht.</i>
Superordem	<i>Rosanae Takht.</i>
Ordem	<i>Fabales Bromhead</i>
Família	<i>Fabaceae Lindl.</i>
Gênero	<i>Mimosa L.</i>

Fonte: TROPICOS, 2019.

Esta espécie foi catalogada e dada o nome científico *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poiret pela Encyclopédie Méthodique em 1810, através da autora Jean Louis Marie Poiret (TROPICOS, 2019). Esta espécie ainda apresenta sinônimas científicas apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Nomenclaturas científicas: basiônimo, homônimo e sinônimas da espécie *M. tenuiflora* (Willd.) Poiret.

Basiônimo	<i>Acacia tenuiflora Willd.</i>
Homônimo	<i>Mimosa tenuiflora Benth</i>
	<i>Mimosa tenuiflora Benth</i>
	<i>Acacia hostilis Mart.</i>
	<i>Acacia tenuiflora Willd.</i>
Sinônimas	<i>Acacia tenuifolia (L.) Willd.</i>
	<i>Mimosa cabrera H. Karst.</i>
	<i>Mimosa hostilis (Mart.) Benth.</i>
	<i>Mimosa limana Rizzini</i>
	<i>Mimosa nigra Huber</i>

Fonte: TROPICOS, 2019.

Esta espécie, além do seu potencial como forrageiro, suas propriedades fitoterápicas e energéticas, ela contribui significativamente na alimentação de ruminantes, que consomem suas folhas, hastes finas e frutos, sejam eles *in natura* ou fenados (PEREIRA FILHO *et al.*, 2003).

Quanto à composição química da Jurema Preta, Nozella (2001) obteve 159,6 g/ Kg MS de proteína bruta, 462,6 g/Kg MS de fibra de detergente neutro, 325,1 g/Kg MS de fibra em detergente ácido e 145, 3 g/Kg MS de lignina digerida em ácido.

Quanto ao teor de taninos condensados e polifenóis totais, na literatura obtemos alguns

valores que variam quanto às condições ambientais do local onde foram colhidas as amostras, até mesmo com relação ao período de coleta. Cunha (2015) obteve uma quantificação de polifenóis totais de 261,74mg EAG/g de extrato e Neves *et al.* (2019), obtiveram 398 mg EAG/g de extrato. Para taninos condensados, Osniel *et al.* (2013) avaliaram o teor para a Jurema Preta em diferentes municípios do Estado de Pernambuco, obtiveram uma faixa entre $38 \pm 10,9$ mg/ g de extrato a $212,5 \pm 40,1$ mg/ g de extrato, concluindo que os teores de Taninos Condensados variam conforme local da coleta e da fenofase da planta.

Bezerra *et al.* (2011) avaliaram a resistência à tração de couros produzidos com taninos de Jurema Preta, onde este apresentou o melhor resultado em relação às outras espécies utilizadas, demonstrando que esta espécie pode ser uma alternativa viável para o suprimento das indústrias de couro do Nordeste.

3.3 Potencial utilização da *Mimosa tenuiflora* (wild.) Poiret

A literatura retrata a Jurema Preta com grande potencial nas diversas áreas. As cascas desta espécie são utilizadas no curtimento de couro em curtumes tradicionais, além de apresentar propriedades sedativas e narcóticas. Seu caule produz lenha e carvão de excelente qualidade, sendo utilizável em forjas e fundições. Suas folhas compõem a dieta de bovinos na caatinga, possuindo boa palatabilidade para o gado e suas flores são melíferas (OLIVEIRA *et al.*, 1999). Para melhor compreensão da importância da Jurema Preta, nos subitens a seguir são apresentadas as aplicações desta espécie atualmente, como também a importância ecológica e social.

3.3.1 Curtimento de couros

Dados da literatura relatam a potencialidade da Jurema Preta como produtora de taninos. Sabe-se que os taninos têm a capacidade de se associar às proteínas precipitando-as. Por esta característica, esta espécie é utilizada no curtimento de couros em curtumes tradicionais na região do Nordeste, cujas cascas utilizadas são geralmente provenientes de atividade extrativista informal, que pode ocasionar degradação da caatinga. O manejo sustentável precisa ser realizado de forma que minimize qualquer impacto ambiental, conservando os recursos naturais pelas comunidades. A Lei Nº 12.651 de 12 de maio de 2012, que dispõe sobre a proteção da vegetação nativa no Brasil, no Art. 21 estabelece que é livre a coleta de produtos florestais não madeireiros desde que haja o manejo sustentável:

Art. 21. É livre a coleta de produtos florestais não madeireiros, tais como frutos, cipós, folhas e sementes, devendo-se observar:

I - os períodos de coleta e volumes fixados em regulamentos específicos, quando houver;

II - a época de maturação dos frutos e sementes;

III - técnicas que não coloquem em risco a sobrevivência de indivíduos e da espécie coletada no caso de coleta de flores, folhas, cascas, óleos, resinas, cipós, bulbos, bambus e raízes. (BRASIL, 2012).

Portanto, é necessária uma atenção especial por parte dos órgãos ambientais e da comunidade, assim como para a ciência e tecnologia para desenvolver técnicas que não coloquem em risco as espécies taníferas, para avaliar os impactos causados pelo extrativismo e para criar oportunidades de geração de renda às comunidades da região da Caatinga.

Em 2012, na Região do Nordeste foram registradas 18 unidades produtivas registradas, que dispunham de CNPJ e CNAE relacionado à atividade de curtumes, com funcionários registrados em carteira, esse número equivale a 5,8% dos 310 curtumes registrados no Brasil. A seguir, na Tabela 3 é registrado o número de funcionários no setor de curtume no Nordeste, onde emprega-se 12,1%, ou seja, cerca de 5.098 pessoas, no total de 42.140 funcionários em todo Brasil.

Tabela 3 - Funcionários no setor de curtume no Nordeste do Brasil.

Região/ Estado	Cobertura da RAIS
Nordeste	12,1%
Maranhão	1,5%
Piauí	0,4%
Ceará	2,2%
Rio Grande do Norte	0,9%
Paraíba	0,4%
Pernambuco	2,2%
Alagoas	0,3%
Sergipe	0,6%
Bahia	3,4%

Fonte: IEMI, 2013.

Ainda se referindo ao Nordeste 7,7% dos curtumes possuem ISO 14000 e todas as empresas registradas possuem ETE (Estação de Tratamento de Efluentes) (IEMI, 2013).

3.3.2 Potencial Forrageiro

A Jurema Preta está entre as espécies mais significativas para o fornecimento de forragem para a pecuária no semiárido, compondo a dieta de bovinos na Caatinga. Sendo assim, considerada uma espécie forrageira. Araújo *et al.*, (2002) relataram alguns fatores limitantes para a jurema preta como presença de substâncias antinutricionais, por exemplo os taninos (até cerca de 25% da matéria seca), baixa digestibilidade da matéria seca, variando entre 17 a 41%. Contudo, com a fenação das folhas, é possível melhorar a palatabilidade e reduzir a concentração de taninos, tornando esta espécie mais digestível para o rebanho.

3.3.3 Lenha e Madeira

A principal forma de utilização da jurema preta é como lenha e carvão, para produção de energia, por apresentar alta densidade básica (ARAÚJO *et al.*, 2004). Dentre as espécies lenhosas da Caatinga utilizadas como biomassa, para geração de energia, a jurema preta destaca-se pelo alto poder calorífico (FARIA, 1984).

O Estado de Alagoas apresenta demanda energética suprida por lenha nos setores residencial, comercial, agropecuário e industrial, conforme Tabela 4.

Tabela 4 - Consumo de energia por setor suprida por lenha no Estado de Alagoas em 2016.

Setor	Valores em %
Residencial	11,74
Comercial	1,64
Agropecuário	53,89
Industrial	0,15

Fonte: SEDETUR, 2017.

No setor agropecuário, a utilização de lenha para suprimento energético no Estado de Alagoas tem aumentado nos últimos 4 anos, sendo superior à eletricidade neste período, que no ano de 2016 participou em 46,11% no suprimento de energia neste setor (SEDETUR, 2016).

Oliveira *et al.* (2006) determinaram algumas características energéticas da madeira da *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poir, obteve-se rendimento de 39,68% em carvão vegetal, com teor de carbono fixo de 71,70%, densidade igual a 0,51g/cm³, carbono fixo de 71,79 e poder calorífico de 6.866 cal/g.

De acordo com Leite (2002), uma espécie de jurema preta pode render até 0,0067 m³ de lenha, contando com galhos a partir de 3 cm de diâmetro, com o diâmetro à altura do peito (DAP) de 6 cm e altura de copa de 3,00 m.

O caule da jurema preta apresenta densidades que variam de 0,91 a 1,12 g/cm³, o que permite produzir madeira de alta resistência mecânica e durabilidade (LORENZI, 1998).

Assim, a jurema preta também apresenta boa potencialidade madeireira, quando comparada à outras espécies da Caatinga.

3.3.4 Importância Ecológica da Jurema Preta

Além da importância econômica da Jurema Preta, esta espécie apresenta grande potencial como planta regeneradora de áreas degradadas. De acordo com Vasconcelos *et al.* (1985) essa planta pode contribuir para o reflorestamento de áreas de solos pobres, mineralizados e desgastados por erosão nas regiões áridas e semiáridas do Brasil.

A jurema preta é resistente até mesmo nas áreas onde se pratica queimadas, incluindo outras áreas sob ação antrópica, isso pode contribuir para sua ampla distribuição na região na Caatinga (SAMPAIO *et al.*, 1998).

Ao mesmo tempo em que promove regeneração dos solos, a jurema preta propicia sombra aos animais e a formação de matéria orgânica depositada no solo, através de sua folhagem, favorecendo o desenvolvimento de outras espécies vegetais ao redor (MAIA, 2004).

3.3.5 Importância social da Jurema Preta

A Caatinga desempenha importante papel socioeconômico, pois muitas comunidades sobrevivem dela (SILVA, 1994). A Jurema Preta surge como alternativa para extração e comercialização dos extratos tanantes para indústrias de curtimento de couro e outros segmentos, assim como potencial produtora de forragem rica em proteína, de lenha e carvão com alto poder calorífico. Com estudos mais aprimorados desta espécie, pode-se aumentar seu rendimento e avaliar a qualidade dos taninos produzidos, sendo assim possível a criação de uma cadeia produtiva de taninos, oriundos da espécie Jurema Preta, no Nordeste a qual poderá exportar extratos tânicos para as demais regiões do país e para outros países. Levando ao desenvolvimento tecnológico na produção desse tipo substrato para a região. Gerando emprego e renda para as comunidades da Caatinga brasileira.

3.4 Importância dos produtos naturais

Os produtos naturais são utilizados pela humanidade desde a antiguidade. No desenvolvimento das civilizações Oriental e Ocidental muito se é relatado da utilização de produtos naturais na medicina e no controle de pragas, acredita-se que a busca por cura de doenças através da ingestão de ervas e folhas foi o que impulsionou o desenvolvimento de pesquisas nesta área. À exemplo disto, a medicina tradicional Chinesa desenvolveu imersões de plantas medicinais que até hoje são desenvolvidas pesquisas para compreensão dos mecanismos de ação e no isolamento dos princípios ativos (BARREIRO, 2006).

A maior parte dos fármacos em uso clínico comercializados é de origem natural ou foram sintetizados a partir de produtos naturais, dentre as fontes de substâncias biologicamente ativas temos: plantas, fungos, insetos, organismos marinhos e bactérias. Embora, atualmente haja diversas metodologias para síntese e descobertas de novas medicações, os produtos naturais se evidenciaram como matérias-primas valiosas para a produção de medicamentos, principalmente devido aos metabólitos secundários de plantas (BARREIRO, 2009). Segundo dados científicos publicados pela Convenção da Diversidade Biológica (CDB), são conhecidos no Brasil 143.893 espécies de plantas e pelo menos 104.546 espécies de animais (vertebrados e invertebrados), distribuídos conforme Tabela 5.

Tabela 5 - Número de espécies atualmente conhecidas no Brasil.

Grupo	Nº de espécies
Plantas	43.893
Mamíferos	712
Aves	1.900
Répteis	751
Anfíbios	978
Peixes	4667
Invertebrados	Estimativa: 96.669 - 129.840

Fonte: BRASIL, 2016.

Por haver uma grande biodiversidade de espécies, o Brasil é considerado o maior do planeta em número de espécies endêmicas. Estudos fornecem também a distribuição da diversidade das espécies por bioma, conforme a Tabela 6.

Tabela 6 - Número de espécies conhecidas por bioma.

Grupo	Amazônia	Mata Atlântica	Cerrado	Caatinga	Pampa
Plantas	13.993	18.951	13.014	4.508	1.675
Mamíferos	399	298	251	153	102
Aves	1.300	1.020	837	510	476
Répteis	284	197	202	107	110
Anfíbiose	250	340	150	49	50
Peixes	1.800	350	1.000	185	151
Total	18.026	21.156	15.454	5.512	2.564

Fonte: BRASIL, 2016.

A lista das espécies de plantas brasileiras que tem em sua totalidade 43.893 espécies, é subdividida em: 4.310 são algas; 32.131 angiospermas; 1.535 briófitas; 4.665 fungos; 30 gimnospermas; e 1.222 samambaias e licófitas (BRASIL, 2016).

Com toda esta riqueza biológica o Brasil possui grande potencial como fonte de novos fármacos tendo como pesquisa as inúmeras fontes de substâncias biologicamente ativas pouco exploradas, que além de propiciar o avanço da ciência, contribui para o desenvolvimento tecnológico nacional. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) define plantas naturais como “espécie vegetal, cultivada ou não, utilizada com propósitos terapêuticos” (BRASIL, 2014).

Diferentemente das plantas medicinais, a fitoterapia, consiste na utilização com embasamento científico, que garanta controle de qualidade deste medicamento baseados em evidências clínicas e publicados na literatura técnico-científica. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) define os fitoterápicos como:

Produto obtido de matéria-prima ativa vegetal, exceto substâncias isoladas, com finalidade profilática, curativa ou paliativa, incluindo medicamento fitoterápico e produto tradicional fitoterápico, podendo ser simples, quando o ativo é proveniente de uma única espécie vegetal medicinal, ou composto, quando o ativo é proveniente de mais de uma espécie vegetal (BRASIL, 2014).

Analisando o mercado mundial de fitoterápicos, em 2011 este segmento movimentou US\$ 26 bilhões, cerca de 3,2% da parcela mundial referente à comercialização de medicamentos naquele mesmo ano. Desta parcela, a Alemanha detém 50% e a América do Sul, que conta com os países de elevada biodiversidade, incluindo o Brasil, deteve cerca de 5%

somente. O mercado de fitoterápicos no Brasil, neste período movimentou R\$ 1,1 bilhão (ALVES, 2013).

3.5 Taninos

O termo “tanino” foi introduzido na literatura em 1776, através de Seguin, que descreveu os componentes químicos de tecidos vegetais, que tinham a função de evitar a putrefação da pele do animal fresca, fazendo com que houvesse a coagulação e transformação em couro (RIBÉREAU-GAYON, 1972). Sendo sua principal característica, a capacidade de complexarem e precipitarem proteínas. Assim, os taninos podem ser definidos como sendo qualquer composto fenólico, cujo peso molecular seja suficiente para que possibilite a formação de complexos estáveis com proteínas ou macromoléculas (REED, 1995). Para a formação destes complexos, o peso molecular dos taninos deve ser levado em consideração; visto que, se o peso molecular é demasiadamente elevado, a molécula fenólica não pode adentrar entre os espaços interfibrilares das proteínas ou macromoléculas; se é relativamente baixo, a molécula não forma um número suficiente de ligações para a estabilização da molécula (MONTEIRO *et al.*, 2005).

Os taninos podem ser de origem vegetal, mineral ou sintético. Os taninos minerais são obtidos por sais inorgânicos, à base de cromo ou zircônio. Os taninos sintéticos são derivados da condensação do fenol, cresol e naftalenos com um aldeído, como por exemplo, o furfural (PANSHIN *et al.*, 1962). E os taninos vegetais, são provenientes do metabolismo secundário de plantas e podem ser encontrados em várias partes do vegetal, como na madeira, cascas, frutos, folhas e sementes.

De forma geral, os taninos caracterizam-se por: serem solúveis em água, exceto algumas moléculas de alto peso molecular; apresentarem pesos moleculares que podem ir desde 500 a 20000 Dalton; serem constituídos por estruturas múltiplas com grupos fenólicos; possuírem a capacidade de se ligarem a proteínas formando complexos insolúveis em água (CANNAS, 1999; SIMÕES, 2003).

Esta capacidade dos taninos de se complexarem com as proteínas é o que torna este composto importante no âmbito industrial e por isso, sua ampla utilização, que vai desde a indústria de alimentos à indústria petroquímica.

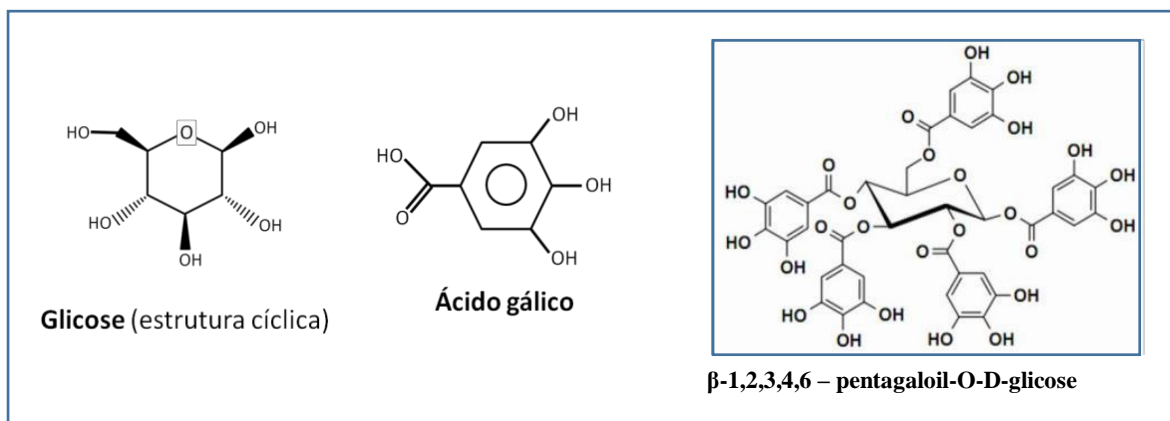
3.5.1 Classificação dos taninos

Os taninos são usualmente divididos de acordo com sua estrutura molecular, são classificados em dois grupos: taninos hidrolisáveis e taninos condensados.

3.5.1.1 Taninos Hidrolisáveis

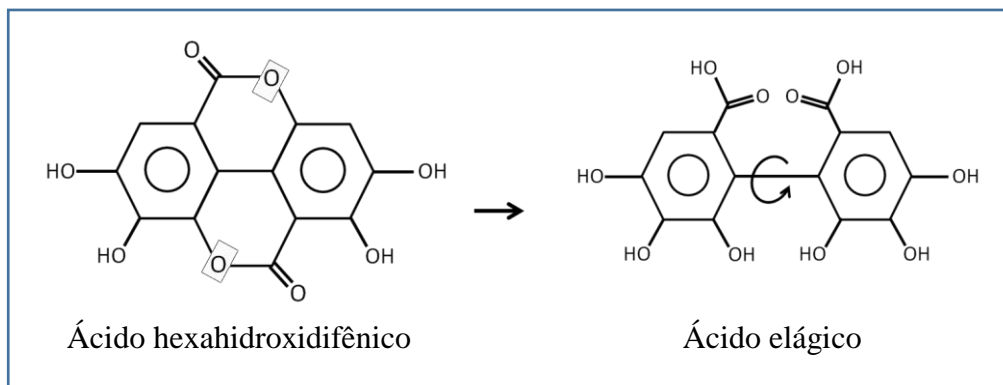
Os taninos hidrolisáveis são poliésteres, caracterizados por apresentam em sua estrutura molecular um poliol como núcleo central, geralmente observa-se a D-glucose, e grupos fenólicos ligados aos grupos hidroxilas do poliol (CANNAS, 1999). Existem vários tipos de taninos hidrolisáveis, devido à diversidade do poliol central e dos radicais fenólicos ligados a ele. Os principais tipos são os galataninos, que são caracterizados por apresentar em sua estrutura a glucose como núcleo central ligado a estruturas de ácido gálico ou seus derivados (Figura 2), e os elagitaninos, que apresentam a glucose como núcleo central ligado a estruturas de ácido hexahidroxiidifênico, que desidrata espontaneamente, sendo isolado como ácido elágico (Figura 3) (GALVEZ *et al.*, 1997).

Figura 2 - Estrutura molecular da glicose e ácido gálico, e da estrutura formada β -1,2,3,4,6 – pentagalol-O-D-glicose (galatanino).



Fonte: Adaptado de Souza, 2013.

Figura 3 - Estrutura molecular dos elagitaninos (glicose e ácido hexahidroxidifênico, isolado como ácido elágico).



Fonte: Adaptado de Souza, 2013.

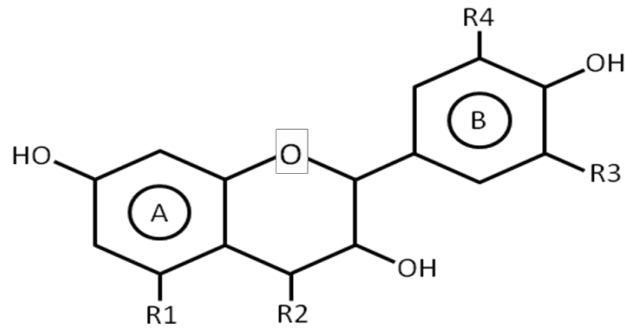
3.5.1.2 Taninos Condensados

Os taninos condensados, também denominados proantocianidinas, é o tipo mais abundante no reino vegetal, ao contrário dos taninos hidrolisáveis, que geralmente estão presentes em pequenas quantidades nos tecidos vegetais. Este tipo representa mais de 90% da produção mundial de taninos comerciais, com cerca de 350000 t/ano (HERGET, 1989).

As moléculas de taninos condensados são macromoléculas constituídas por unidades monoméricas do tipo flavonóide (SOUZA, 2013). Apresentando um anel heterocíclico central de éter ligado a dois grupos fenólicos (Figura 4). Apesar dos vários tipos de monoflavonóides, como dihidroflavonóides (flavonóis), flavonas, auronas, entre outros, somente os 3-flavonóis (catequinas) e os 3,4-flavonodióis (leucoantocianidinas) participam da formação dos taninos, pois estes são os únicos que sofrem polimerização, logo são considerados os precursores dos taninos condensados (JORGE *et al.*, 2001).

A estrutura básica das unidades flavonóides está representada na Figura 3, com a numeração dos carbonos nos anéis A e B e no anel heterocíclico central. São derivados do resorcinol, se R1 = -H, ou seja, apenas uma hidroxila ligada ao anel aromático A. São derivados do floroglucinol, se R1 = -OH, ou seja, possui duas hidroxilas ligadas no anel A. No anel B, são derivados de catecol, se R3 = -OH e R4 = -H, já os pirogalol, possuem os radicais R3= -OH e R4 = -OH (SOUZA, 2013).

Figura 4 - Estrutura base dos taninos condensados.



Fonte: Adaptado de Souza, 2013.

2.5.2 Taninos nas plantas

Os taninos podem ser obtidos em praticamente todas as partes de uma planta, como raiz, folhas, frutos, cascas, tronco. São encontrados facilmente nas cascas do caule da espécie vegetal, quando em plantas saudáveis, como também em regiões onde há infecção patológica, pois a presença de taninos está relacionada à proteção da planta contra animais e microrganismos patógenos. Pela capacidade dos taninos de se associarem à proteínas, isto faz com que a planta apresente o gosto amargo ou adstringente, pois os taninos reagem com as glucoproteínas salivares no momento da ingestão da planta (SIMÕES, 2003).

Algumas espécies de plantas apresentam maiores concentrações de taninos, são elas pertencentes às famílias *Fagaceae*, *Leguminosae*, *Geraniaceae*, *Rizoforaceae*, *Myrtaceae*, *Anacardiaceae* e *Rubiaceae* (PARRA POZO, 1997).

Os taninos hidrolisáveis são comumente encontrados em extratos de cascas e madeiras das espécies *Terminalia*, *Eucalyptus*, *Phyllanthus* e *Caesalpinia*, entre outros. Já os taninos condensados estão presentes nas cascas da maioria das folhosas e coníferas estudadas (PIZZI, 1994).

Com grande importância econômica e industrial, as espécies produtoras de taninos mais utilizadas comercialmente são as cascas da acácia negra (*Acacia mearnsii*), madeira de quebracho (*Schinopsis balansae* e *lorentzii*) e angico vermelho (*Anadenanthera macrocarpa* (Benth.) Brenan) (PIZZI, 2008).

No Brasil, a indústria TANAC, situada no Rio Grande do Sul, produz extratos vegetais dos taninos de Acácia-negra, fabricando cerca de 36000 toneladas por ano, sendo atualmente, o maior produtor mundial de tanantes (TANAC, 2014).

3.5.3 Utilização dos taninos

3.5.3.1 Atividade Antimicrobiana

De acordo com Simões (2003), a presença de taninos em algumas espécies de plantas está diretamente ligada ao fato de que estas possuem caráter antimicrobiano.

De acordo com Rhodes *et al* (2006) e Rodrigues *et al.* (2014), os compostos fenólicos apresentam atividade antibacteriana, devido à sua capacidade de se complexarem irreversivelmente com as proteínas da membrana bacteriana formando assim, uma capa protetora, inibindo enzimas e causando privação do substrato microbiano, impedindo o crescimento e desenvolvimento dos microrganismos.

Em estudos realizados utilizando extratos de algumas espécies nativas do Brasil, Gonçalves *et al.* (2005) observaram uma excepcional atividade antimicrobiana do extrato hidroalcoólico de Jurema Preta sobre *Escherichia coli*, *Streptococcus pyogenes*, *Proteus mirabilis*, *Shigella sonnei*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus* spp. coagulase. Cordeiro (2014) avaliou a atividade antimicrobiana dos extratos de caroá (*Neoglaziovia variegata*); amburana (*Amburana cearenses*); jatobá (*Hymenaea martiana*); jurema preta (*Mimosa tenuiflora*); angico de bezerro (*Pityrocarpa moniliformis*) e pereiro-de-tinta (*Simira gardneriana*) sobre a bactéria *Salmonella* spp. Este observou que o extrato de *Mimosa tenuiflora* apresentou ação antimicrobiana em todos os 60 isolados de *Salmonella*, destacando-se das demais espécies.

Souza *et al.* (2008) avaliaram o extrato hidroalcoólico da *M. tenuiflora*, que demonstraram resultados que confirmam a sensibilidade do *Staphylococcus aureus* ao extrato, assim como as extrações utilizando acetato de etila, n-butanol e metanol, sobre os microrganismos *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*.

A partir destes resultados, é possível sugerir a utilização dos taninos extraídos de plantas para o desenvolvimento de novos fármacos a partir destes compostos bioativos naturais.

3.5.3.2 Atividade Antioxidante

De acordo com Silva (2015), os taninos funcionam como antioxidantes fenólicos, devido a sua habilidade de sequestrar radicais livres, atuando como doadores de hidrogênio e quelantes de metais, onde os produtos intermediários formados são relativamente estáveis, devido à ressonância do anel aromático apresentada por esta substância.

Luciano *et al.* (2009) demonstraram, através de ensaios *in vivo*, que os taninos condensados apresentam atividade antioxidante. Realizou-se um experimento de extratos de taninos frente à diversos tecidos de animais, onde alguns cordeiros foram alimentados com uma dieta suplementada com extrato de taninos provenientes da espécie quebracho (*Schinopsis lorentzii*), e outros tiveram uma dieta livre de taninos, observou-se que houve retardo na oxidação da mioglobina do músculo *Longissimus dorsi* durante o armazenamento refrigerado destes animais abatidos, com isso, aumentando a durabilidade do produto e prazo de validade. Assim, também é possível inferir que os taninos podem ser utilizados na indústria alimentícia e farmacêutica como conservante natural.

3.5.3.3 Curtimento de peles

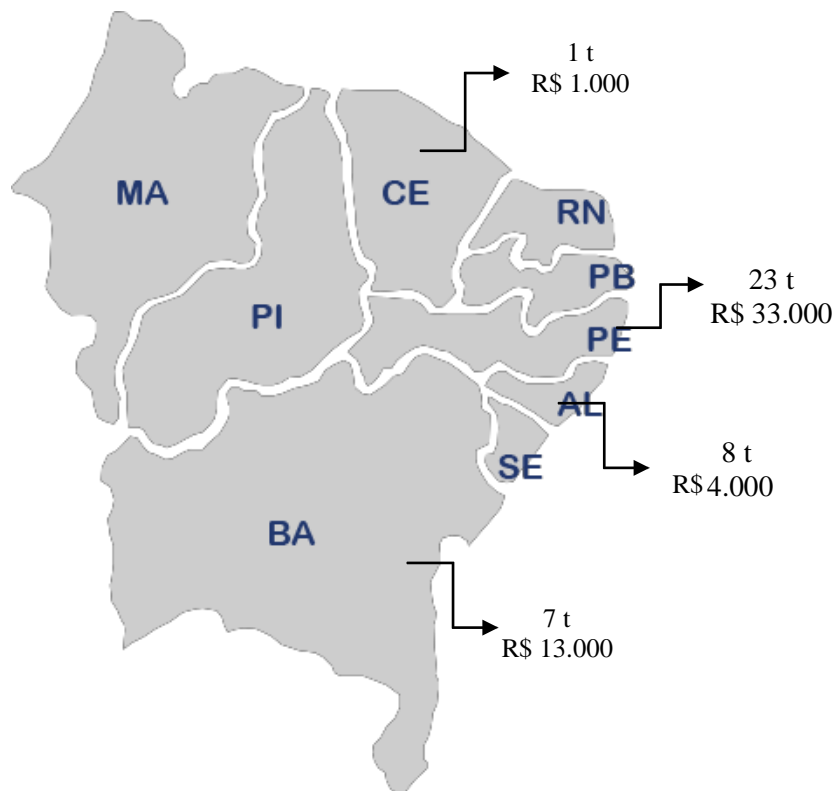
Pela capacidade atribuída aos taninos de complexação e polimerização com proteínas, os taninos são responsáveis pelo curtimento de peles de animais, promovendo resistência e impermeabilização, transformando-a em couro (JORGE *et al.*, 2001). Atualmente, os taninos vegetais estão sendo cada vez mais utilizados, como em substituição aos taninos sintéticos, como sais de cromo, alumínio e zircônio, pela alta toxicidade que estes metais possuem, favorecendo a produção de couro ecológico (VIEIRA *et al.*, 2008).

Na região Nordeste do Brasil, os curtumes tradicionais utilizam os extratos vegetais da espécie Angico-Vermelho (*Anadenanthera macrocarpa*), rica em taninos. Contudo Paes *et al.* (2006), estudou o potencial de algumas espécies florestais de ocorrência na região da caatinga do Brasil, obteve-se 17,74% de taninos na casca da Jurema Preta, entretanto para o Angico-Vermelho obteve-se 11,89%.

3.5.4 Importância econômica dos taninos

De acordo com o IBGE, em 2017 o Brasil realizou a extração de 40 toneladas de tanantes vegetais equivalente a R\$ 65.000 o custo de produção, sendo que a Região do Nordeste é responsável por cerca de 97,5% da extração, produzindo 39 toneladas com valor de produção de R\$ 51.000. Na Figura 5 é possível observar a distribuição da extração nos diferentes Estados do Nordeste. O IBGE realiza estas pesquisas utilizando como espécies vegetais o barbatimão, o angico e outros tanantes (não especificando), sendo, porém, as principais fontes o barbatimão e o angico.

Figura 5 - Mapa de produção dos Estados do Nordeste brasileiro na produção de extratos tanantes (em toneladas) e valor da produção em Reais em 2017.



Fonte: Autor, 2018.

Alguns Estados do Nordeste não são registrados e quantificados pelo IBGE, assim como o Estado do Rio Grande do Sul, considerado maior produtor de tanantes, onde sua produção também não é especificada. Analisando estes dados coletados, observa-se que o Estado de Alagoas tem custo de produção menor que os outros Estados do Nordeste, sendo equivalente a R\$ 500/tonelada, seguido por Ceará (R\$ 1.000/tonelada), Pernambuco (R\$1.434/tonelada) e Bahia (R\$1.857/tonelada). O custo do processo de extrativismo vegetal pode sofrer discrepâncias por inúmeros fatores, os principais são em consequência do desmatamento das florestas nativas, incêndios florestais, escassez de um produto em determinada área pelo manejo em base não sustentável, resultando coletas em regiões mais distantes, aumentando o custo do transporte e deslocamento para os coletores (LAFLEUR, 1993). Vale salientar, que a extração de tanantes na Região do Nordeste, apesar de se apresentar pouco representativa, é um mercado que gera emprego e renda para região, deve-se, portanto, buscar meios para que esta produção possa se tornar competitiva nacionalmente.

3.6 Prospecção tecnológica

A prospecção tecnológica tem por objetivo fazer um mapeamento de maneira sistemática sobre o desenvolvimento científico e tecnológico sobre algo e, assim influenciar de maneira significativa a indústria, a economia ou a sociedade como um todo, contribuindo para a inovação tecnológica (KUPFER; TIGRE, 2004). Neste sentido, estudos prospectivos visam agregar valor às informações do presente, transformando-os em conhecimento de modo a subsidiar tomadas de decisões relativas a novas oportunidades e necessidades para a pesquisa, com a finalidade de conduzir ao desenvolvimento no futuro (SANTANA *et. al.*, 2014).

Segundo dados da National Science Foundation (NSF) publicado em 2018, o Brasil encontra-se na 12ª posição mundial com 53 mil publicações, este ranking é liderado pela China, que no ano de 2016 teve 426 mil publicações. Neste mesmo ano houve depósito de 31.020 patentes no Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI), onde 28.010 foram patentes de invenção, 2.936 de modelo de utilidade e 74 certificados de adição. No total, 83 países solicitaram proteção de patentes. Destacando-se os 10 países que mais depositaram pedidos de patentes de invenção têm-se: Estados Unidos (32%), Brasil (19%), Alemanha (8%), Japão (7%), França e Suíça (5% cada), Holanda e China (3% cada), Reino Unido e Itália (2% cada). Entre os depósitos de modelo de utilidade, depositantes residentes do Brasil foram responsáveis por 96% dos pedidos (INPI, 2017).

Assim, através de pesquisas em bancos de dados de patentes e artigos é possível fazer levantamento de todas as tecnologias existentes, identificando o estágio de maturidade da tecnologia de objeto de estudo e como ela se insere na sociedade. É possível também identificar tecnologias semelhantes e lacunas a serem preenchidas, onde é possível que determinada tecnologia ou suas variações sejam competitivas (QUINTELLA, 2011).

3.7 Otimização de processos

A otimização de processos é o estudo que serve para aumentar a eficiência de um determinado processo. Existe alguns tipos de técnicas para otimização, entre elas, a mais usual é denominada uma variável por vez, onde existe a variação de um parâmetro enquanto os outros permanecem constantes. Entretanto esta técnica, não determina os efeitos das interações entre as variáveis, conseqüentemente, não descreve os efeitos completos dos parâmetros. Visto isso, a metodologia de superfície de resposta (RSM) é uma alternativa eficiente para ser utilizada em estudos de otimização, pois o RSM consiste em um grupo de técnicas, estatísticas

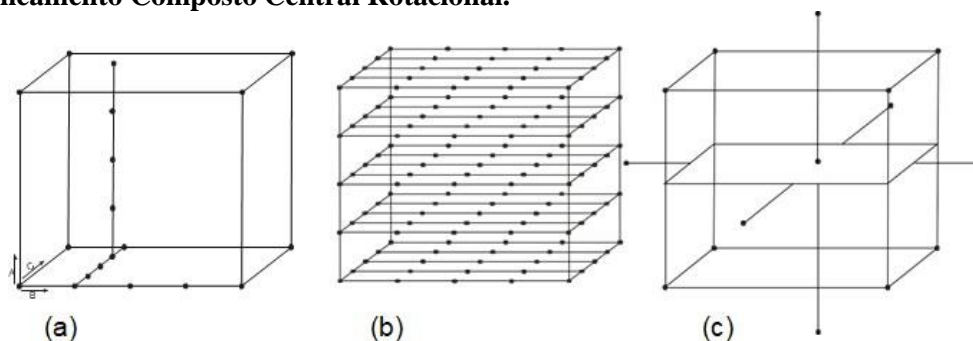
e matemáticas utilizadas para desenvolvimento e otimização de processos. Por esta metodologia, consegue-se obter o efeito das variáveis independentes, sozinhas ou em combinação, além disso, gera modelo matemático (BA & BOYACI, 2007).

Técnicas para Delineamento de Experimentos (DOE) são necessárias para se obter uma otimização, que consiste no plano formal para a condução do experimento de forma planejada, onde os fatores são alterados de modo a avaliar o impacto sobre uma variável resposta. As comumente utilizadas para modelagem de processos são Análise Univariada (uma variável por vez), Delineamento Fatorial Completo (matriz com todas as combinações), Delineamento Fatorial Fracionado e Delineamento Composto Central Rotacional, conforme Figura 6 (DCCR).

O planejamento fatorial completo é a técnica que mais se aproxima da idealidade, porém esta técnica se torna inviável, pois à medida que se aumenta o número de fatores e níveis, aumenta o número de ensaios exponencialmente, aumentando o custo e tempo do procedimento. Já o planejamento fatorial fracionado requer menos experimentos que o planejamento fatorial completo, porém só fornece informações sobre os efeitos das variáveis nas interações de primeira ordem (RODRIGUES & IEMMA, 2009).

O método Delineamento Composto Central Rotacional, pode ser feito utilizando um número menor de medidas, porém explorando todo o espaço experimental. Através deste método, também é possível obter o erro experimental, repetindo o ponto central em pelo menos três vezes, tornando-se um método eficaz para otimização de processos (BRANDÃO, 2007).

Figura 6 - A imagem representa em: a) Análise Univariada (b) Matriz com todas as combinações e (c) Delineamento Composto Central Rotacional.



Fonte: BRANDÃO, 2007.

3.7.1 Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR)

Desenvolvido originalmente por Box e Wilson (1951) e melhorado por Box & Hunter (1957), o DCCR informa tanto quanto um fatorial completo de três níveis, requerendo muito

menos testes experimentais. O número de testes necessários para DCCR inclui o padrão fatorial 2^k , com sua origem no centro, pontos $2k$ fixados axialmente, a uma distância, chamada α , a partir do centro para gerar os termos quadráticos e testes replicados no centro, onde k é o número de variáveis. Assim, o número de tratamentos passaria a ser: fatorial $2k$ + ponto central (mais as repetições) + $2k$ pontos axiais. Os pontos axiais são escolhidos de forma que permita rotacionalidade (BOX & HUNTER, 1957). Devem ser realizadas repetições no ponto central, para fornecer uma estimativa de erro experimental (ASLAN, 2008).

Com as variáveis definidas, elas passam a ser codificadas como ± 1 para os pontos fatoriais, 0 para os pontos centrais e $\pm \alpha$ para os pontos axiais. Sendo α calculado através da Equação 1.

$$\alpha = (2^k)^{\frac{1}{4}} \quad (1)$$

As variáveis codificadas podem ser obtidas, por meio de interpolação, através da Equação 2.

$$X = \frac{x - (x_{max} + x_{min})/2}{(x_{max} - x_{min})/2} \quad (2)$$

Sendo x a variável natural, X a variável codificada que se deseja obter, e x_{max} e x_{min} são os valores máximo e mínimo da variável natural.

3.7.2 Variáveis críticas na extração de compostos fenólicos

A extração de compostos fenólicos a partir de plantas sofre influência pelo método de extração utilizado, o tempo de extração, temperatura do processo, tamanho da partícula da amostra, assim como a presença de compostos interferentes. Pela natureza química dos polifenóis variarem de acordo com sua estrutura molecular, podendo ser de baixo até alto peso molecular, variando também a composição de moléculas fenólicas, antocianidinas, taninos, entre outros, não há um procedimento uniforme ou completamente satisfatório que seja capaz de extrair todos os fenóis ou de uma classe específica de compostos fenólicos em plantas. São comumente utilizados os solventes: metanol, álcool etílico, acetona, água, acetato de etila e suas combinações, na extração de compostos polifenóis (JOHN *et al.*, 2006).

Paes *et al.* (2006) realizaram extração de algumas espécies florestais de ocorrência no

semi-árido brasileiro, utilizou para isto, água como solvente, à temperatura de 100°C em um sistema sob refluxo, obtendo um teor de 17,74% de taninos presentes na casca da Jurema Preta. Holnik *et al.* (2015), realizaram extração de duas espécies de espinheira-santa (*Maytenus aquifolium* Mart. e *Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reissek), por maceração dinâmica, utilizando água deionizada, por 30 minutos à temperatura de 85°C, obtendo uma média de 84,35% de taninos a mais para *Maytenus ilicifolia* em comparação com *Maytenus aquifolium*, observando que existem diferenças grandes em relação ao teor de taninos em espécies dita como semelhantes.

Alguns trabalhos reportados na literatura realizaram a extração de polifenóis totais e taninos variando tempo de 1 minuto a 96 horas (4 dias). De acordo com Naczka & Shahidi (2004) tempos mais longos de extração possibilitam a oxidação dos fenóis, a menos que sejam adicionados agentes redutores na solução. Estes autores realizaram experimentos, onde somente 1 minuto foi suficiente para extrair taninos de canola, utilizando para isto, acetona 70% como solvente e homogeneizador em 10000 rpm.

A maioria dos autores concorda com o fato de que o aumento da temperatura favorece a extração, aumentando não só o coeficiente de difusividade, mas também a solubilidade do soluto, porém longos tempos de extração e temperaturas altas aumentam a possibilidade de oxidação dos fenóis que, por sua vez, diminui o seu rendimento nos extratos. Assim, para a extração de antocianinas são usadas temperaturas entre os 20 e 50 °C, pois, temperaturas acima dos 70 °C causam uma rápida degradação das antocianinas (DAÍ; MUMPER, 2010).

Nacza & Shahidi também relataram que mudando a razão massa da amostra/ solvente de 1:5 para 1:10 (p/v), aumentou a extração de taninos condensados da canola de 257,3 para 321,3 mg por 100 g de amostra e para fenóis totais de 773,5 para 805,8 mg por 100 g de amostra, usando acetona a 70%.

Souza (2013) realizou extração de taninos a partir da casca do cajueiro, obteve maior percentual de taninos condensados e polifenóis totais nos extratos obtidos com solução etanólica a 50% em água, num tempo de 100 minutos à temperatura de 100°C e razão líquido/sólido de 30:1. Observou também que a temperatura tem relação diretamente proporcional aos teores de polifenóis totais e taninos condensados.

Na Tabela 7 são apresentados alguns pontos ótimos de extração relatados na literatura na extração de taninos condensados.

Tabela 7 - Melhores condições obtidas para extração de taninos condensados em determinadas espécies vegetais.

Material	Método de extração	Solvente	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Razão liq./sól	Referência
<i>Pinus caribaea</i>	Soxhlet	Etanol (21,9%) em água	71,46	79,2	26,4:1	DERKYI <i>et al.</i> (2011)
<i>Pinus radiata</i>	Maceração dinâmica	Acetona (70%) em água	40	180	10:1	ASPÉ & FERNANDEZ (2011)
<i>Pinus radiata</i>	Soxhlet	Acetona (70%) em água	82	180	10:1	ASPÉ & FERNANDEZ (2011)
<i>Pinus oocarpa</i>	Sob refluxo	Água com 5% sulfito de sódio	100	120	15:1	RODRIGUES <i>et al.</i> (2015)
<i>Acacia mangium</i>	Maceração	Etanol (50%) em água	50	90	5:1	ZHANG <i>et al.</i> (2010)
<i>Astronium urundeua</i>	Maceração	Etanol (40%) em água	Temperatura ambiente	4 dias	10:1	CUNHA <i>et al.</i> (2009)
<i>Anarcadium occidentale</i>	Maceração dinâmica	Água	100	120	20:1	PAES <i>et al.</i> (2006)
<i>Bridelia grandis</i>	Maceração	Metanol	Temperatura ambiente	1 dia	80:1	BRUSOTTI <i>et al.</i> (2010)
<i>Eucalyptus globulus</i>	Maceração dinâmica	Água	90	60	15:1	VÁZQUEZ <i>et al.</i> (2010)
<i>Paullinia cupana</i>	Maceração	Etanol (92,8%)	Temperatura ambiente	7 dias	3,33:1	GARCIA <i>et al.</i> (2015)

Fonte: Adaptado de Souza, 2013.

4 METODOLOGIA

4.1 Pesquisa de prospecção tecnológica

O presente estudo trata-se de uma busca por pesquisas relacionadas ao tema, com o intuito de identificar estudos com conexão aos aspectos característicos e aplicabilidade da jurema preta (*Mimosa tenuiflora*).

Deste modo, elaborou-se uma estratégia de busca em bases de dados de patentes e periódicos, visando mapear o contexto tecnológico em que está inserida a cultura da Jurema Preta, no Brasil e no mundo. A busca patentária se concentrou no Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), na base da Organização Mundial da Propriedade Intelectual (WIPO – PATENTSCOPE) e na base de dados do Escritório Europeu de Patentes (Espacenet). Posteriormente, buscou-se nas bases de periódicos SCIENCE DIRECT, SCIELO, SCOPUS e Google Acadêmico, artigos relacionados ao tema.

Para isto, combinou-se os campos do título e resumo para as palavras-chave “Jurema Preta” e “*Mimosa tenuiflora*”, utilizando os operadores booleanos “and” e “or”, cruzada com as palavras: Tratamento de pele, antimicrobiano, extratos, cosméticos, fitoterápicos, efluentes, couro, biomassa, taninos, conforme a Tabela 8, obedecendo as características de cada plataforma, sendo utilizadas as palavras em inglês, com exceção da base do INPI, onde os termos se restringiram à língua portuguesa.

Tabela 8 - Palavras-chave utilizadas na pesquisa.

PALAVRAS-CHAVE
<i>Mimosa tenuiflora</i>
Jurema Preta
<i>Mimosa tenuiflora</i> or Jurema Preta
<i>Mimosa tenuiflora</i> and skin treatment
<i>Mimosa tenuiflora</i> and antimicrobial
<i>Mimosa tenuiflora</i> and extracts
<i>Mimosa tenuiflora</i> and cosmetics
<i>Mimosa tenuiflora</i> and fitoterapic
<i>Mimosa tenuiflora</i> and effluents
<i>Mimosa tenuiflora</i> and leather
<i>Mimosa tenuiflora</i> and biomass

Continua

PALAVRAS-CHAVE

Mimosa tenuiflora and tannins
Jurema Preta and skin treatment
Jurema Preta and antimicrobial
Jurema Preta and extracts
Jurema Preta and cosmetic
Jurema Preta and fitoterapic
Jurema Preta and effluents
Jurema Preta and leather
Jurema Preta and biomass
Jurema Preta and tannins

Fonte: Autor, 2018.

As pesquisas foram realizadas na Pesquisa Avançada, utilizando-se o filtro Título or Abstract, quando pertinente. Os levantamentos foram realizados entre os dias 27/02/2018 e 02/03/2018.

4.2 Coleta e preparo das cascas para extração

Neste estudo foram utilizadas cascas do caule de Jurema Preta (*Mimosa tenuiflora*) coletadas no Município de Delmiro Gouveia, Estado de Alagoas, no mês de Janeiro de 2018. No mês da coleta, o município possuía os dados climatológicos a seguir: Verão com temperatura média de 27,2 °C e precipitação de 46 mm (CLIMATE-DATE.ORG, 2019).

As cascas foram secas à temperatura ambiente e armazenadas em sacos, posteriormente, foram transportadas para a Universidade Federal de Alagoas em Maceió, Alagoas.

As cascas foram moídas em forrageira até obter um material de menor granulometria e uniforme. Após esta etapa, as cascas moídas foram peneiradas, utilizando-se de duas peneiras granulométricas de 32 mesh (0,655 mm) e 46 mesh (0,425 mm), sendo usadas nas extrações aquelas com tamanho de partícula entre 0,655mm e 0,425 mm. Uma parte deste material foi separada e colocada em estufa à 103 ±2°C por 48 h para determinação do teor de umidade em base seca, e o restante do material foi mantido em temperatura ambiente até o início das extrações, em recipiente fechado.

4.3 Determinação do teor de umidade em base seca

Visto que a umidade contida nas cascas é de vital importância para o armazenamento destas e para sua durabilidade, além de caracterização do material utilizado, é necessário realizar análise para determinação do teor de umidade em base seca.

Pesou-se 3 amostras de cascas de jurema preta moídas, com valores entre 2 a 3 g, colocou-se essas amostras em estufa à $103\pm 2^\circ\text{C}$ e deixou-se por 48h de acordo com o procedimento das normas NBR 8290 e NBR 8293. Após este período, essas amostras foram pesadas e o teor de umidade em base seca medido através da Equação 3.

$$U_{bs}(\%) = \frac{M_{H_2O} - M_{secas}}{M_{secas}} \times 100 \quad (3)$$

Onde M_{H_2O} representa a massa antes da secagem e M_{secas} , depois da secagem.

4.4 Teor de sólidos totais (tst) frente à diferentes concentrações de etanol

Para garantir que as cascas estavam livres de umidade, as cascas já moídas foram levadas à estufa com temperatura de 55°C por 72h, de acordo com o procedimento da Farmacopeia (ANVISA, 2010).

Foram usadas nas extrações amostras de 1g em um béquer de 100 ml, adicionou-se 35 ml do solvente hidroetanólico nas seguintes proporções: 100%, 80%, 60%, 40%, 20% e 0% etanol. Obtendo assim, a razão sólido/líquido de 1:35 (p/v). As extrações foram realizadas à temperatura ambiente por 25 minutos. Esta análise foi realizada em triplicata. Após a extração, o material foi filtrado, as cascas foram descartadas e os extratos colocados em placas Petri, previamente pesadas, e colocadas em estufa à $103\pm 2^\circ\text{C}$ até obter o peso constante. Após este tempo, deixou esfriar e pesou-se as placas Petri, determinando assim, o Teor de Sólidos Totais (TST), obtido pela Equação 4.

$$TST(\%) = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \quad (4)$$

Onde TST é o teor de sólidos totais, em porcentagem; M_f é o peso do extrato seco, em g; e M_i é o peso inicial do extrato, em g.

4.5 Planejamento experimental

De acordo com a literatura, as variáveis que mais influenciam no processo de extração de taninos condensados e polifenóis totais são tempo, temperatura, razão líquido/sólido e tipo solvente (DERKYI *et al.*, 2011; BRUSOTTI *et al.*, 2010). No caso do solvente, pela baixa toxicidade e custo, escolheu-se utilizar etanol e água destilada, e analisar esta variável, modificando as concentrações de etanol em água.

Os níveis assumidos para as variáveis são fundamentados nos estudos reportados na literatura, de acordo com a Tabela 7. Assim, a Tabela 9 apresenta a faixa de valores assumidos para cada uma das variáveis.

Tabela 9 - Níveis assumidos para as variáveis (nos pontos axiais).

Variáveis	- α	+ α
Temperatura (°C)	30	75
Tempo (min)	30	180
Volume do Solvente (ml)	10	60
Proporção Etanol/Água (%)	0	100

Fonte: Autora, 2018.

Neste trabalho, foi utilizado o Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR), em 4 níveis (2^k), ou seja, $k = 4$, envolvendo = 16 pontos fatoriais, $2k = 8$ pontos axiais e 1 ponto central mais 3 repetições no ponto central, totalizando 28 experimentos. Todos os experimentos foram realizados de forma aleatória. As variáveis respostas foram: teor de polifenóis totais, teor de taninos condensados e teor de sólidos totais. Na Tabela 10 encontram-se os valores numéricos e codificados das variáveis utilizadas.

Tabela 10 - Valores numéricos e codificados das variáveis independentes.

Variáveis de Controle	Códigos	Codificação				
		-2	-1	0	1	2
Temperatura (°C)	x1	30	41,25	52,5	63,75	75
Tempo (min)	x2	30	67,5	105	142,5	180
Volume do Solvente (ml)	x3	10	22,5	35	47,5	60
Concentração Etanol/Água (%)	x4	0	25	50	75	100

Fonte: Autora, 2018.

Na Tabela 11, encontra-se a matriz do delineamento experimental.

Tabela 11 - Matriz do delineamento experimental com as diferentes condições de extração.

Experimento	Temperatura (°C)	Tempo de extração (min)	Volume do Solvente (ml)	Concentração etanol em água (%)
1	41,25	67,50	22,50	25,00
2	41,25	67,50	22,50	75,00
3	41,25	67,50	47,50	25,00
4	41,25	67,50	47,50	75,00
5	41,25	142,50	22,50	25,00
6	41,25	142,50	22,50	75,00
7	41,25	142,50	47,50	25,00
8	41,25	142,50	47,50	75,00
9	63,75	67,50	22,50	25,00
10	63,75	67,50	22,50	75,00
11	63,75	67,50	47,50	25,00
12	63,75	67,50	47,50	75,00
13	63,75	142,50	22,50	25,00
14	63,75	142,50	22,50	75,00
15	63,75	142,50	47,50	25,00
16	63,75	142,50	47,50	75,00
17	30,00	105,00	35,00	50,00
18	75,00	105,00	35,00	50,00
19	52,50	30,00	35,00	50,00
20	52,50	180,00	35,00	50,00
21	52,50	105,00	10,00	50,00
22	52,50	105,00	60,00	50,00
23	52,50	105,00	35,00	0,00
24	52,50	105,00	35,00	100,00
25	52,50	105,00	35,00	50,00
26	52,50	105,00	35,00	50,00
27	52,50	105,00	35,00	50,00
28	52,50	105,00	35,00	50,00

Fonte: Autora, 2018.

Os efeitos de cada uma das variáveis serão analisados em relação ao teor de polifenóis totais, taninos condensados e teor de sólidos totais, utilizando o software STATISTICA 7.0.

Nas extrações serão utilizados reatores encamisados de vidro com volumes de 50 mL, 90 mL e 250 mL, num sistema fechado sem vácuo, sob agitação constante, com o auxílio de uma barra magnética e agitador magnético, os reatores estarão conectados com o banho

termostatzado, no qual serão aplicadas as variações de temperatura, conforme sistema ilustrado nas Figura 7 e Figura 8.

Figura 7 - Sistema utilizado para a realização das extrações.



Fonte: Autora, 2018.

Figura 8 - Reator de vidro encamisado utilizado nas extrações.



Fonte: Autora, 2018.

4.6 Métodos analíticos

4.6.1 Método qualitativo para identificação de Taninos

De acordo com a Farmacognosia, é possível realizar testes nos extratos para identificar a presença de taninos totais, taninos condensados e taninos hidrolisáveis.

4.6.1.1 Identificação de Taninos totais – Cloreto Férrico

Retirou-se uma alíquota de 2 mL do extrato bruto, adicionou-se 10 ml de água destilada e 4 gotas de solução cloreto férrico a 1% (p/v) em etanol. O aparecimento da coloração cinza-escuro indica reação positiva para taninos totais.

4.6.1.2 Identificação de Taninos – Gelatina

Retirou-se uma alíquota de 2 mL do extrato bruto, adicionou-se 2 gotas de ácido clorídrico SR e gotejou-se gelatina SR até precipitação. O aparecimento de um precipitado indica reação positiva para taninos totais.

4.6.1.3 Identificação de Taninos Condensados (TC)

Retirou-se uma alíquota de 2 mL do extrato bruto, adicionou-se 0,5 ml de vanilina a 1% (p/v) em metanol e 1 mL de ácido clorídrico SR. O aparecimento de coloração vermelha, indica reação positiva para taninos condensados.

4.6.1.4 Identificação de Taninos Hidrolisáveis

Retirou-se uma alíquota de 5 mL do extrato bruto, adicionou-se 10 mL de ácido acético 2M e 5 mL de acetato de chumbo. O aparecimento de precipitado esbranquiçado indica a presença de taninos hidrolisáveis.

4.6.2 Determinação do Teor de Polifenóis Totais (PF)

Para a determinação do teor de polifenóis totais, utilizou-se a metodologia descrita por Singleton & Rossi (1965), com modificações. Os extratos secos serão previamente diluídos com uma solução de etanol 10% em água, e alíquotas variando de 0,1 a 0,5 mL serão usadas. As alíquotas serão adicionadas a tubos de ensaio, sendo os volumes completados para 0,5 mL com a solução de etanol 10%. Deve-se adicionar 0,5 mL do reagente Folin-Ciocalteu e, após 3

minutos, 0,5 mL de carbonato de sódio a 20%. Em seguida completar para 5 mL adicionando água, e posteriormente, agitar os tubos. Aguardar 90 minutos em repouso, em local escuro, ler as absorvâncias em espectrofotômetro a 725 nm.

4.6.2.1 Obtenção da curva de calibração para Teor de PF

Pesou-se 0,7 mg de ácido gálico, adicionou-se 1 ml de etanol, após isto adicionou-se 9 ml de água destilada (solução padrão 0,07 mg/mL de ácido gálico). Nos tubos de ensaio adicionou-se 0 a 0,5 mL alíquotas da solução padrão e perfazendo 0,5 mL, adicionando tubos de ensaio de etanol a 10%. No tempo zero, adicionou-se 0,5 mL do reagente Folin-Ciocalteu. Agitou-se o tubo no vortex, após 3 min, adicionou-se 0,5 mL de Na₂CO₃ saturado à mistura e completando em 5 mL com água destilada. Agitou-se novamente o tubo no vortex. Aguardou-se por 90 minutos, mantendo a reação no escuro, as absorvâncias foram lidas em espectrofotômetro a 725 nm. Os resultados foram expressos em mg de ácido gálico por 100 mg de amostra.

4.6.3 Determinação do Teor de Taninos Condensados (TC)

O teor de taninos condensados foi determinado pelo método da vanilina segundo Price *et al.* (1978). Pesou-se 0,01 g dos extratos em pó, diluiu-se em metanol e alíquotas variando de 1 ml desta solução foram colocadas em tubos de ensaio. Adicionou-se 5 ml da mistura vanilina-HCl 8% 1:1, seguido de agitação no vórtex, cobriu-se os tubos de ensaio com papel alumínio e permaneceram por 20 min em banho-maria a 30°C. Após este tempo, resfriou-se os tubos e, em seguida a absorvância foi lida em espectrofotômetro a 500 nm. Como solução padrão, usou-se catequina nas concentrações de 0,0002 a 0,0010 mg/mL em metanol.

4.6.3.1 Obtenção da curva de calibração para Teor de TC

Pesou-se 0,05 g de catequina e adicionou-se 50 mL de metanol. Nos tubos de ensaios adicionou-se de 0 a 1,0 mL alíquotas da solução padrão e perfazendo 0,2 mL, adicionando nos tubos de ensaio 5 ml de Vanilina-HCl 8% 1:1. Agitou-se por 20 minutos em banho-maria a 30°C. Após este tempo, esperou-se esfriar e as absorvâncias foram lidas em espectrofotômetro a 500 nm. Para o cálculo da curva padrão, subtraiu-se a absorvância da amostra sem vanilina da absorvância correspondente da amostra contendo vanilina. Os resultados foram expressos em mg de equivalente de catequina por 100 mg de amostra.

4.6.4 Análise por HPLC

Os extratos obtidos e secos em estufa através do procedimento 3.3, foram submetidos a análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC) com coluna C-18. Utilizando-se para o preparo da fase móvel A, ácido fórmico a 0,1% e para a fase móvel B, Acetonitrila. Os cromatogramas foram observados a 280 nm.

5 RESULTADOS

5.1 Prospecção tecnológica do uso da *Mimosa tenuiflora* (willd.) Poiret

A Jurema Preta é relatada na literatura em diferentes áreas da ciência, com aplicabilidades industriais, principalmente por ser uma potencial produtora de taninos (Paes *et. al.*, 2006) e ter alta densidade básica e boa capacidade calorífica para geração de energia (ARAÚJO *et al.*, 2004). Contudo, a quantidade de patentes e artigos que abordam essas aplicações ainda são poucos diante do seu potencial.

De acordo com a Tabela 12, na base WIPO obteve-se 749 registros em relação à busca realizada com o nome científico da planta, *Mimosa tenuiflora*. Enquanto que na base INPI somente 2 patentes foram registradas, evidenciando o amplo campo de oportunidade de pesquisas nesta área e a necessidade do Brasil evoluir em pesquisas e patentes.

Tabela 12 - Total de registros de patentes e artigos científicos localizados nas bases investigadas.

PALAVRAS-CHAVE	INPI	ESACENET	WIPO	SCIELO	SCOPUS	SCIENCE DIRECT	Google Acadêmico
<i>Mimosa tenuiflora</i>	2	18	749	55	590	100	4.820
Jurema Preta	0	1	4	39	100	23	5.010
<i>Mimosa tenuiflora</i> or Jurema Preta	0	1	18	23	74	16	1.760
<i>Mimosa tenuiflora</i> and skin treatment	0	4	443	3	4	33	412
<i>Mimosa tenuiflora</i> and antimicrobial	1	1	185	2	65	11	242
<i>Mimosa tenuiflora</i> and extracts	1	6	409	5	72	33	1.180
<i>Mimosa tenuiflora</i> and cosmetics	0	1	489	1	8	2	298
<i>Mimosa tenuiflora</i> and (fitoterapic or herbal remedy)	1	0	46	0	4	0	1.620
<i>Mimosa tenuiflora</i> and effluents	0	0	0	0	0	3	81
<i>Mimosa tenuiflora</i> and leather	0	0	6	1	6	3	105
<i>Mimosa tenuiflora</i> and biomass	0	1	33	0	74	34	1.400
<i>Mimosa tenuiflora</i> and tannins	1	1	0	3	75	46	242

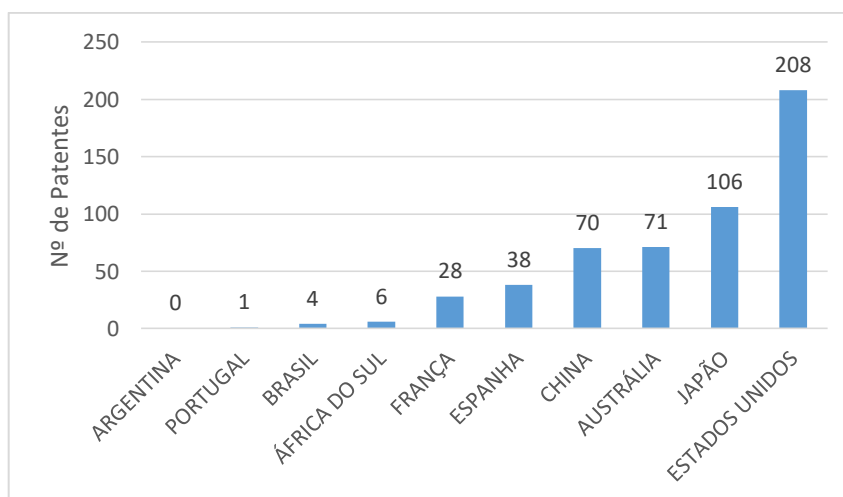
Continua

PALAVRAS-CHAVE	INPI	ESPACENET	WIPO	SCIELO	SCOPUS	SCIENCE DIRECT	Google Acadêmico
Jurema Preta and skin treatment	0	0	0	0	6	2	93
Jurema Preta and antimicrobial	0	0	0	0	25	11	89
Jurema Preta and extracts	0	0	1	5	48	8	453
Jurema Preta and cosmetic	0	0	0	0	0	5	234
Jurema Preta and (fitoterapic or herbal remedy)	0	0	0	0	0	0	1.430
Jurema Preta and effluents	0	0	0	0	0	0	56
Jurema Preta and leather	0	0	0	1	6	2	45
Jurema Preta and biomass	0	0	0	0	74	10	722
Jurema Preta and tannins	0	0	0	4	75	21	202

Fonte: Autora, 2018.

A Figura 9 demonstra o ranking de países em relação à quantidade de patentes identificadas na base WIPO.

Figura 9 - Número de documentos de patentes registrados na base WIPO por países, utilizando-se a palavra-chave *Mimosa tenuiflora* no período de Fevereiro e Março de 2018.



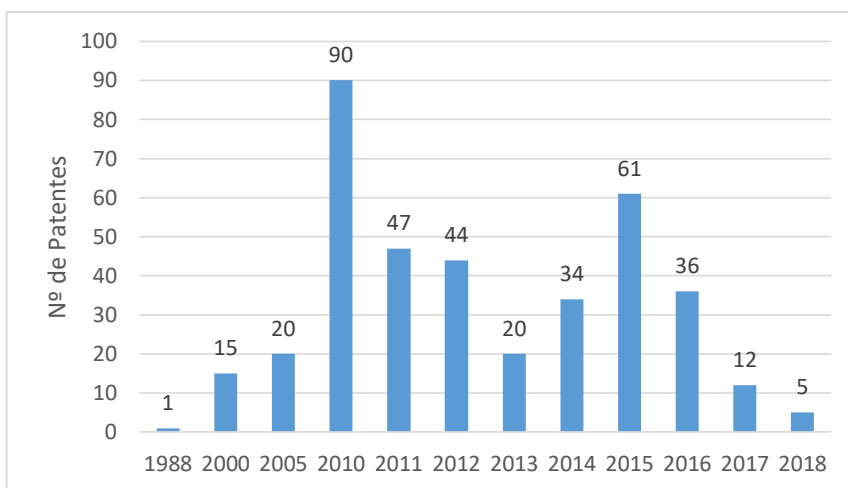
Fonte: Autora, 2018.

A partir da Figura 9, constata-se que os Estados Unidos ocupa a primeira colocação no ranking de patentes, seguido do Japão. Contudo, o Brasil ocupa o 8º lugar dentre estes países,

apesar da abundância desta espécie predominante na caatinga do Brasil.

Realizou-se também pesquisa de patentes na plataforma WIPO para a *Mimosa tenuiflora* compreendida entre os anos de 1988 até o presente momento, podendo ser visualizada através da Figura 10.

Figura 10 - Número de patentes por ano utilizando a plataforma WIPO utilizando a palavra-chave *Mimosa tenuiflora* para o período de 1988 a Março de 2018.



*Patentes depositadas até o momento pesquisado, Março de 2018.

Fonte: Autora, 2018.

Observou-se a primeira publicação de patente no ano de 1988, com apenas 1 (um) registro. O ano de 2010 obteve-se o maior número de publicações de patentes, com 90 (noventa) registros.

5.2 Determinação do teor de umidade em base seca (u%)

Através da análise de determinação do teor de umidade em base seca, obteve-se um percentual de $9,93\% \pm 0,36$, como é possível observar na Tabela 13.

Tabela 13 - Teor de Umidade em base seca das cascas utilizadas no experimento.

	Massa Inicial (g)	Massa final (g)	Teor de Umidade (%)	Média
Amostra 1	3,9638	3,5636	10,10	
Amostra 2	3,7658	3,3918	9,93	$9,93\% \pm 0,36$
Amostra 3	3,122	2,8281	9,41	

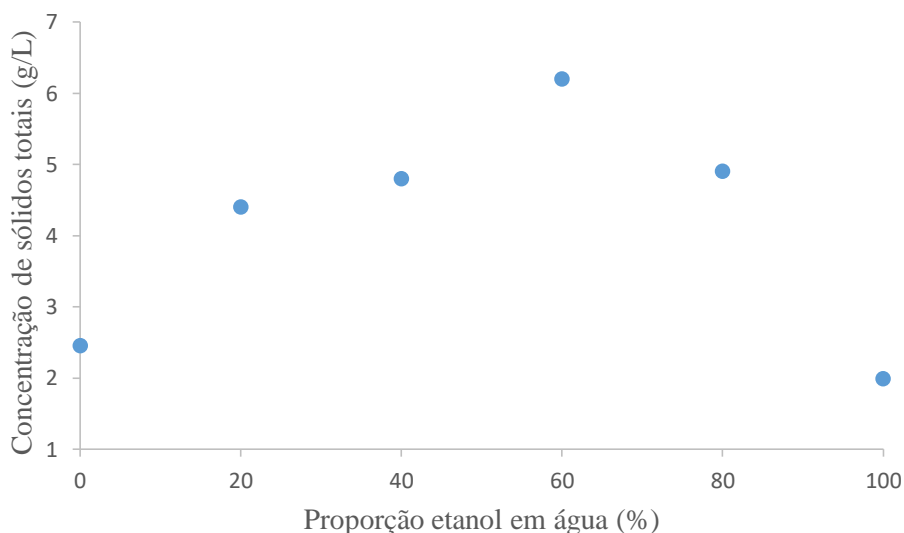
Fonte: Autora, 2018.

Estes dados corroboram com os dados da literatura, de acordo com Paes *et al.* (2006), o teor de umidade da jurema preta em base seca foi de 9,3%. O teor de umidade em base seca expressa a quantidade de água existente nas cascas após a secagem ao ar, a baixa umidade facilita a moagem das cascas, além disso, potencializa o poder calorífico da biomassa.

5.3 Extrações com diferentes proporções etanol/água e determinação do tst

Inicialmente foram realizadas extrações para avaliar o efeito de diferentes proporções de etanol em água no teor de sólidos totais sobre a extração da casca da Jurema Preta. Afim de determinar o rendimento em g/ g de cascas e verificar se há alterações significativas. Foi possível observar que a solução de 60% etanol em água obteve o maior teor de sólidos totais, como é possível ver no Gráfico 1, com cerca de 6,31 g/L.

Gráfico 1 - Variação do TST frente à diferentes proporções de etanol em água.



Fonte: Autora, 2018.

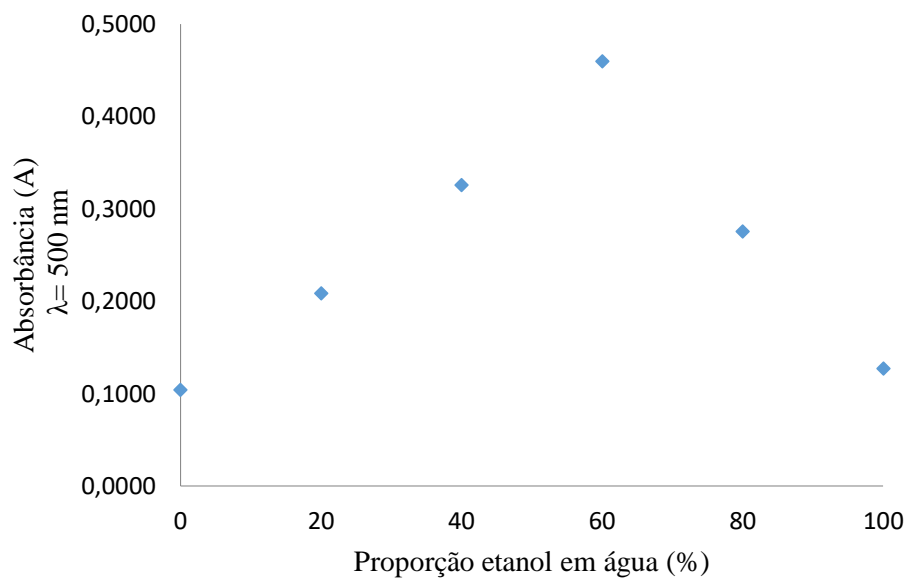
Diversos estudos demonstram que solventes com polaridade maior extraem maiores teores de compostos fenólicos, entretanto, solvente alcoólico tem sido empregado para extração de compostos fenólicos, dando maior rendimento de extrato total. Soluções de misturas de alcoóis e água, a literatura relata que são mais eficientes na extração de compostos fenólicos em comparação com os mesmos solventes quando utilizados puros (HUSSAIN *et al.*, 2012; GIRONI & PIEMONTE, 2011). Através da extração, variando-se a concentração de etanol em água, é possível observar a diferença de coloração dos extratos, conforme Figura 11.

Figura 11 - Mudança de coloração dos extratos variando-se as concentrações de etanol em água (%).



Fonte: Autora, 2018.

Gráfico 2 - Mudanças na absorção do extrato bruto aquoso contendo 1,0 mL do extrato das cascas de *Mimosa tenuiflora* em função da concentração de etanol em água (0 a 100%).



Fonte: Autora, 2018.

Como relatado por Souza (2013), este obteve um maior rendimento de polifenóis totais e taninos condensados para as cascas de cajueiro quando utilizou etanol a 50% em água, 13,77 mg EAG/100 mg casca e 11,49 mg EC/100 mg casca respectivamente, quando comparado quanto utilizou somente água, 6,49 mg EAG/100 mg casca e 5,34 mg EC/100 mg casca. Com o objetivo de verificar os efeitos das interações da variável proporção etanol/água e as outras variáveis, mesmo obtendo um resultado favorável utilizando etanol a 60%, foi realizado o planejamento experimental considerando-a.

5.4 Identificação de taninos

5.4.1 Identificação de Taninos Totais – Cloreto Férrico

De acordo com o procedimento, o aparecimento da coloração cinza escuro indica positivo para taninos totais, como é possível visualizar na Figura 12, onde tem a comparação com a solução branco (extrato bruto, sem adição de reagentes).

Figura 12 - Reação positiva para taninos totais (branco à esquerda).



Fonte: Autora, 2018.

5.4.2 Identificação de Taninos Totais – Gelatina

De acordo com o procedimento, este é mais um teste confirmativo para taninos totais, o aparecimento de precipitado nítido indica positivo para taninos totais, como é possível visualizar na Figura 13, onde tem a comparação com a solução branco (extrato bruto, sem adição de reagentes).

Figura 13 - Reação positiva para taninos totais, com a presença de precipitado esbranquiçado (solução branco à direita).



Fonte: Autora, 2018.

5.4.3 Identificação de Taninos Condensados

De acordo com o procedimento, o aparecimento da coloração vermelha indica positivo para taninos condensados, nosso extrato bruto já apresenta a coloração avermelhada, porém pode-se observar uma nítida diferença entre os tons dos dois tubos de ensaio (Figura 14).

Figura 14 - Reação positiva para taninos condensados (branco à esquerda).



Fonte: Autora, 2018.

5.4.4 Identificação de Taninos Hidrolisáveis

De acordo com o procedimento, o aparecimento de precipitado esbranquiçado indica positivo para taninos hidrolisáveis, assim é possível observar na Figura 15, o surgimento partículas brancas no fundo do tubo de ensaio, indicando teste positivo.

Figura 15 - Teste positivo para taninos hidrolisáveis (branco à esquerda).

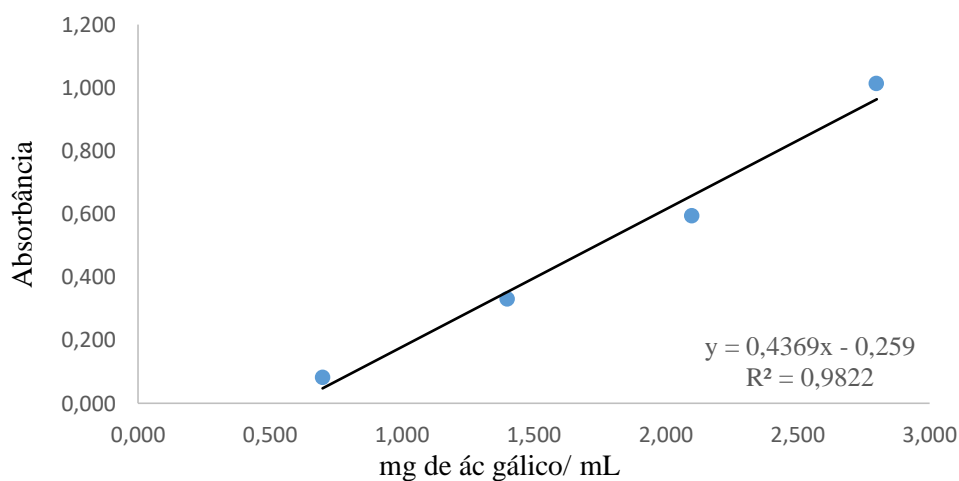


Fonte: Autora, 2018.

5.5 Curvas de calibração

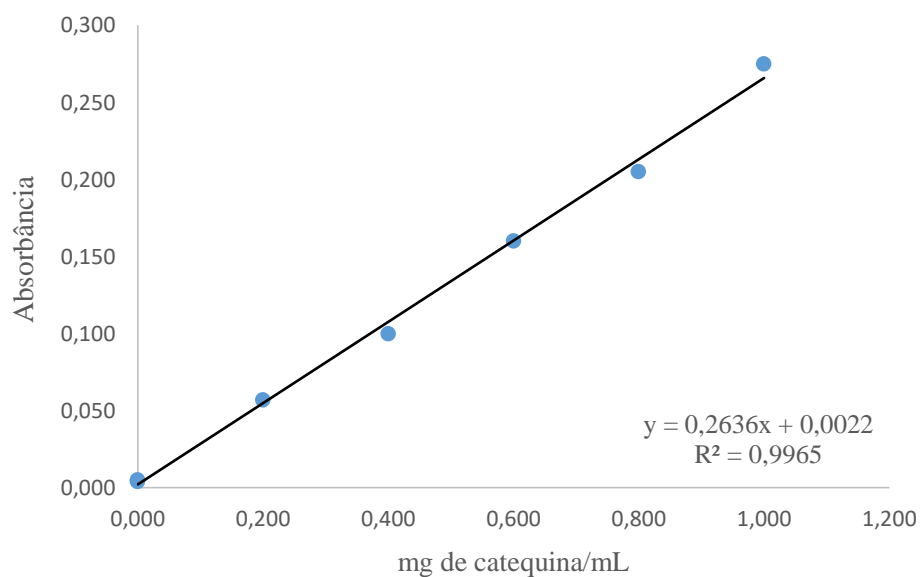
Através do procedimento descrito na metodologia deste trabalho, obteve-se as curvas de calibração para Polifenóis Totais (Gráfico 3) com $R^2 = 0,9822$ e Taninos Condensados (Gráfico 4) com $R^2 = 0,9960$.

Gráfico 3 - Curva de calibração para Polifenóis Totais.



Fonte: Autora, 2018.

Gráfico 4 - Curva de calibração para Taninos Condensados.



Fonte: Autora, 2018.

5.6 Extrações realizadas através do planejamento experimental

Os resultados experimentais para as diferentes condições de extração, obtidos pelo Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR), e variáveis de resposta para Taninos Condensados e Teor de Sólidos Totais, são apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - Delineamento experimental e respostas em diferentes condições de extração.

Experi- mento	Temperatur a (°C)	Tempo de extraçã o (min)	Volum e do Solvent e (ml)	Concentraç ão etanol em água (%)	TC*	PT*	(TST) (%)
1	41,25	67,5	22,5	25	83,7 ± 12,2	260,9 ± 10,7	12,7
2	41,25	67,5	22,5	75	61,2 ± 3,5	206,8 ± 4,8	16,1
3	41,25	67,5	47,5	25	35 ± 3,2	249,1 ± 8,1	16,4
4	41,25	67,5	47,5	75	52,9 ± 1,3	246,8 ± 7,1	20,4
5	41,25	142,5	22,5	25	36,9 ± 1,1	249,8 ± 7,6	15,1
6	41,25	142,5	22,5	75	50,6 ± 0,9	197,4 ± 4,6	16,1
7	41,25	142,5	47,5	25	44,9 ± 0,6	252,0 ± 2,8	16,9
8	41,25	142,5	47,5	75	54,4 ± 0,4	190,8 ± 3,7	21,2
9	63,75	67,5	22,5	25	45,6 ± 1,3	234,1 ± 2,7	14,1
10	63,75	67,5	22,5	75	65 ± 1,1	165,7 ± 5,4	18,1
11	63,75	67,5	47,5	25	35,7 ± 1,1	255,9 ± 5,0	19,4
12	63,75	67,5	47,5	75	67,7 ± 1,5	204,3 ± 2,4	23,8
13	63,75	142,5	22,5	25	46,4 ± 1,6	254,5 ± 6,2	12,8
14	63,75	142,5	22,5	75	44,5 ± 0,6	214,0 ± 6,0	20,2
15	63,75	142,5	47,5	25	63,5 ± 1,9	184,6 ± 2,9	20,9
16	63,75	142,5	47,5	75	53,2 ± 0,4	222,1 ± 4,2	19,9
17	30	105	35	50	35,4 ± 2,9	223,0 ± 10,9	16,2
18	75	105	35	50	50,6 ± 2,0	224,5 ± 3,0	22,7
19	52,5	30	35	50	36,1 ± 0,5	245,3 ± 1,0	17,9
20	52,5	180	35	50	54,4 ± 3,2	235,4 ± 3,0	18,7
21	52,5	105	10	50	49,1 ± 1,3	165,1 ± 5,7	9,4
22	52,5	105	60	50	85,6 ± 2,5	164,6 ± 3,2	18,8
23	52,5	105	35	0	32,7 ± 1,1	192,6 ± 16,8	10,2
24	52,5	105	35	100	41,4 ± 1,2	192,3 ± 0,3	14
25	52,5	105	35	50	58,2 ± 3,6	151,8 ± 4,8	20,1
26	52,5	105	35	50	64,7 ± 3,5	177,6 ± 5,9	18,3
27	52,5	105	35	50	50,2 ± 0,9	153,6 ± 1,9	20,3
28	52,5	105	35	50	42,6 ± 0,6	175,5 ± 3,4	18,5

* mg EC/ g de extrato seco; ** mg EAG/g de extrato seco.

Fonte: Autora, 2019.

5.6.1 Taninos Condensados

A partir da análise dos resultados para o teor de taninos condensados foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 4 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (taninos condensados), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

Modelo de Regressão:

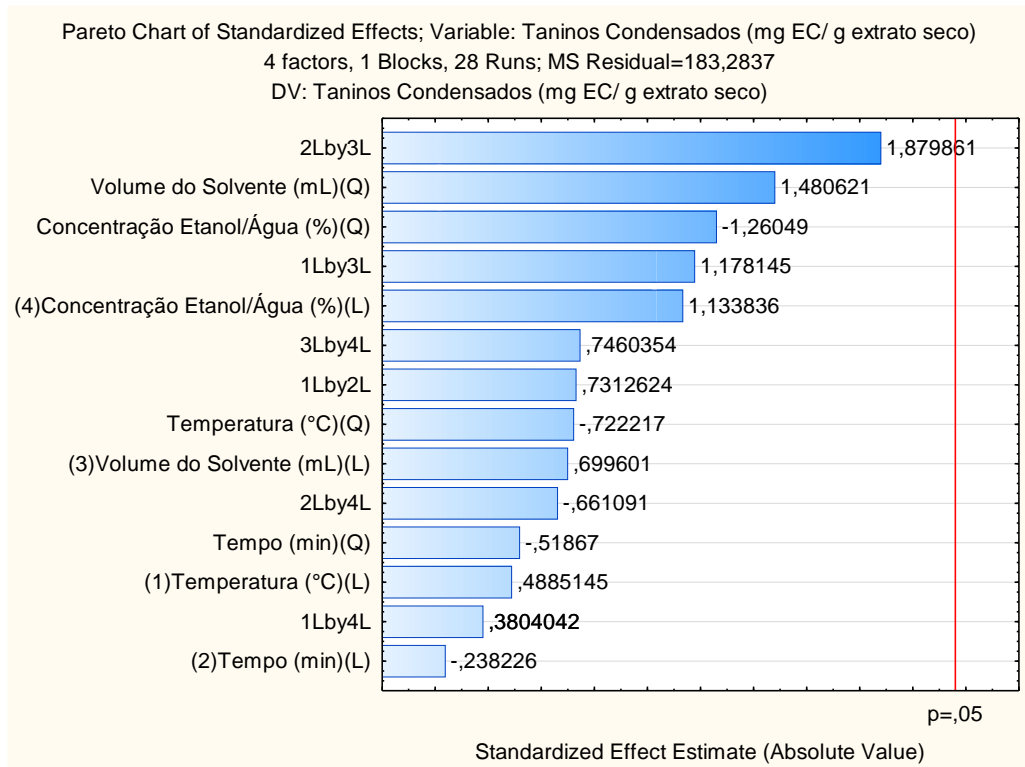
$$\begin{aligned} \text{Taninos condensados (mg EC /g extrato seco)} = & 146,7140 - 0,2568T - 0,0065T^2 - \\ & 0,4044 t - 0,0010 t^2 - 4,6925V + 0,0262V^2 + 0,4592 C - 0,0056 C^2 + 0,0038T \cdot t + \\ & 0,0182 T \cdot V + 0,0029 T \cdot C + 0,0136 t \cdot V - 0,0024 t \cdot C + 0,0081 V \cdot C \end{aligned} \quad (4)$$

Sendo: T: Temperatura (°C); t: Tempo (min); V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração etanol em água (%).

Na Figura 16 temos o diagrama de Pareto, onde os valores absolutos de t_{cal} , fornecem as alturas das barras, e o valor de t_{tab} fornece o limite a partir do qual os efeitos são significativos. De acordo com o diagrama, nenhum dos parâmetros avaliados apresentaram influência significativa no intervalo de dados analisados. O que podemos observar no diagrama são tendências como aumento do volume de solvente (+1,48), redução da variável concentração etanol em água (-1,26), redução de temperatura (-0,72) e aumento do volume do solvente utilizado (+0,70). Como também as interações entre as variáveis não foram significativas ao nível de 95% de confiança para os dados de taninos condensados obtidos.

Obteve-se, pela análise de variância (ANOVA) do software, obteve-se $R^2 = 0,52834$. O coeficiente de correlação R^2 representa quantitativamente a qualidade do ajustamento, pois fornece uma medida da proporção da variação explicada pela equação de regressão em relação à variação total das respostas (RODRIGUES & IEMMA, 2009).

Figura 16 - Diagrama de Pareto para taninos condensados.

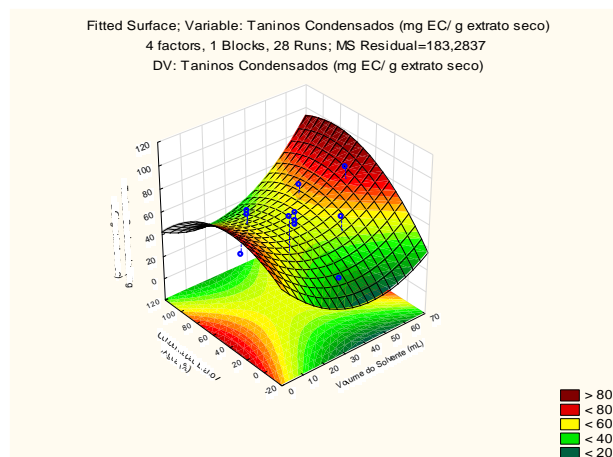


Fonte: Autora, 2018.

Os gráficos de superfície de resposta são mostrados nas Figura 17 a Figura 22.

De acordo com a Figura 17, a elevação do volume de solvente resulta em um aumento no teor de taninos condensados. Nota-se que em 70 mL de solvente e concentração de 40% etanol em água, a resposta para taninos condensados fica entre 0,8 a 0,9 mg/mL.

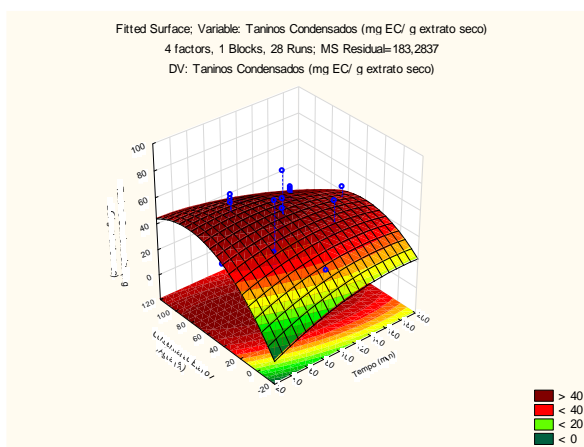
Figura 17 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da concentração etanol em água (%) e volume do solvente (mL) sendo T=52,5°C e t=105 min.



Fonte: Autora, 2018.

Na Figura 18, demonstra que em o tempo não influenciou na extração de taninos, enquanto que a concentração de etanol em água deve ser de 40 a 100% que é a região mais escura da cela (vermelho).

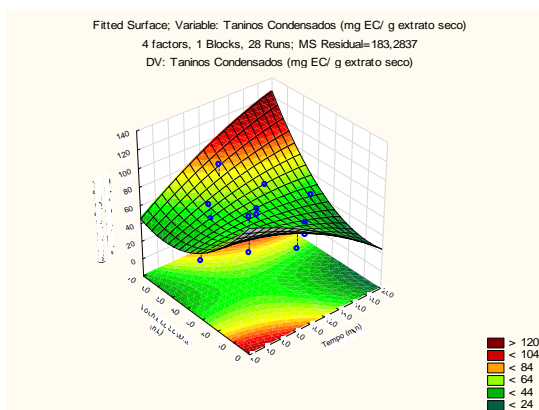
Figura 18 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da concentração etanol em água (%) e tempo (min) sendo T=52,5°C e V=35 mL.



Fonte: Autora, 2018.

Na Figura 19, a superfície de resposta indica que quantidades maiores de solvente (acima de 70 mL) e no tempo de 200 minutos, pode-se obter valores maiores para taninos condensados, entre 1,2 a 1,4 mg/mL.

Figura 19 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função do volume do solvente (mL) e tempo (min) sendo T=52,5°C e C=50%.

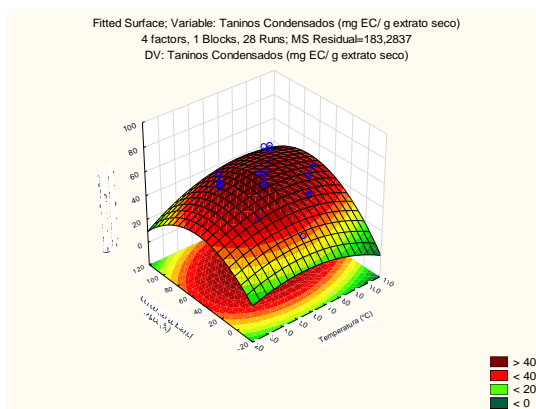


Fonte: Autora, 2018.

Na Figura 20, podemos ver a cela (área vermelha) centralizada na superfície, assim pode-se observar as melhores condições. A temperatura ideal vai na faixa de 50 a 60 graus e a

proporção de etanol em água de 40 a 60% nessa região.

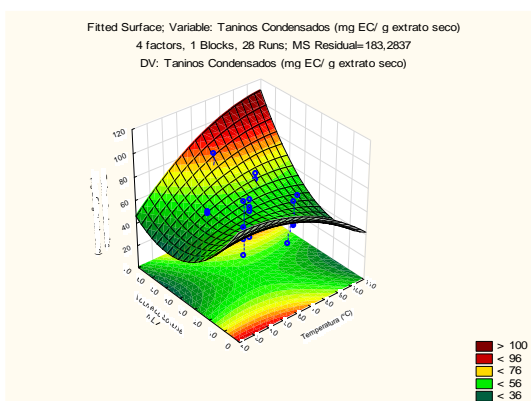
Figura 20 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e concentração de etanol em água (%) sendo V = 35 mL e t = 105 min.



Fonte: Autora, 2018.

Na Figura 21, não se observa a melhor região, mas pode-se deduzir que volume de solventes maiores que 70 mL e temperaturas na faixa de 60 a 80 °C apresentam maiores teores de taninos.

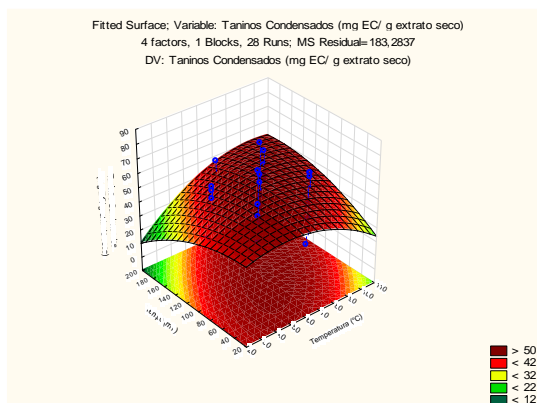
Figura 21 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e volume do solvente (mL) sendo C = 50% e t = 105 min.



Fonte: Autora, 2018.

Na Figura 22, observa-se que a temperatura para a extração e a faixa de tempo que foi utilizada para as extrações, neste caso, não influenciaram para o aumento do teor de taninos condensados. De acordo com Derkyi *et al.* (2011), tempos longos podem oxidar os compostos fenólicos de uma solução, por isso é ideal utilizar tempos mais curtos para extração de taninos e compostos polifenóis no geral.

Figura 22 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função da temperatura (°C) e tempo (min) sendo C = 50% e V = 35 mL.



Fonte: Autora, 2018.

5.6.2 Polifenóis Totais

A partir da análise dos resultados para o polifenóis totais foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 5 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (polifenóis totais), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

Modelo de Regressão:

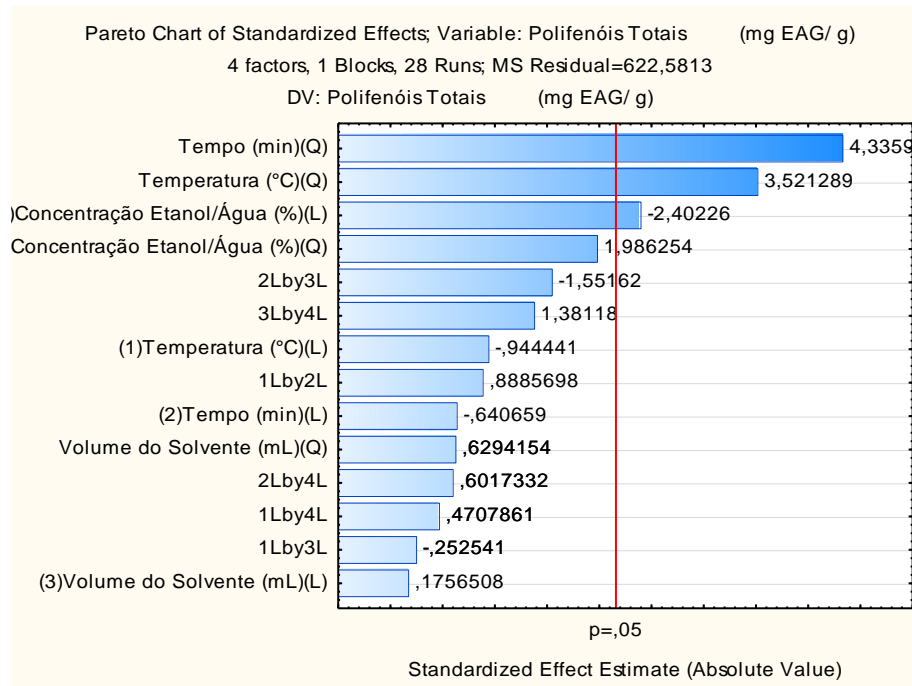
$$\begin{aligned} \text{Polifenóis totais (mg / g de extrato seco)} = & 920,1383 - 16,8163 T + 0,1417 T^2 - 3,5521 t + \\ & 0,0157 t^2 + 0,0131 V + 0,0205 V^2 - 4,0416 C + 0,0162 C^2 + 0,0131 T \cdot t - \\ & 0,0112 T \cdot V + 0,0104 T \cdot C - 0,0206 t \cdot V + 0,0040 t \cdot C + 0,0276 V \cdot C \end{aligned} \quad (5)$$

Sendo: T: Temperatura (°C); t: Tempo (min); V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração de etanol em água (%).

Na Figura 23 temos o diagrama de Pareto, onde os valores absolutos de t_{cal} , fornecem as alturas das barras, e o valor de t_{tab} fornece o limite a partir do qual os efeitos são significativos. De acordo com o diagrama, tempo e temperatura quadráticos e concentração em função linear apresentaram significância no intervalo de dados analisados. Sendo o que apresentou maior significância foi o fator tempo ao nível de 95% de confiança para os dados polifenóis totais.

Pela análise de variância (ANOVA), obteve-se $R^2 = 0,75168$.

Figura 23 - Diagrama de Pareto para polifenóis totais.

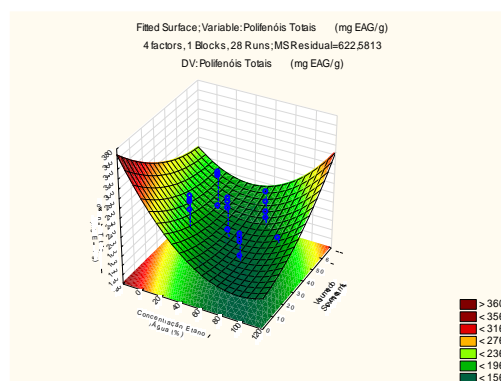


Fonte: Autora, 2019.

Os gráficos de superfície de resposta para polifenóis totais são mostrados nas Figura 24 a Figura 29.

De acordo com a Figura 24, a elevação do volume de solvente resulta em um aumento no teor de polifenóis totais, apesar deste gráfico não apresentar as melhores faixas de valores.

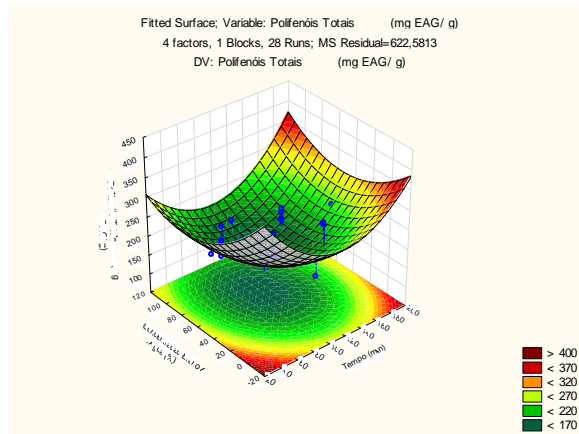
Figura 24 - Superfície de resposta para polifenóis totais em função da concentração etanol em água (%) e volume do solvente (mL) sendo $T=52,5^{\circ}\text{C}$ e $t=105$ min.



Fonte: Autora, 2019.

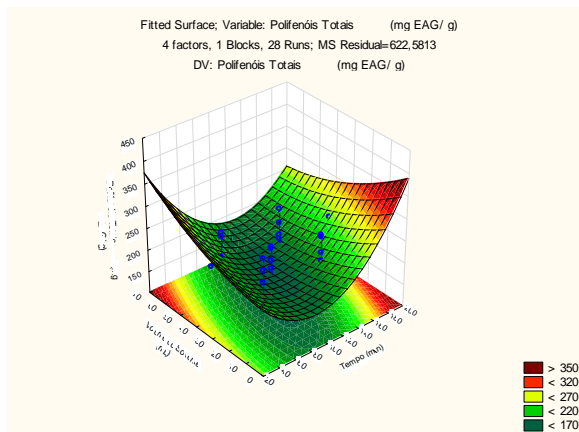
As superfícies de respostas das Figuras 25, 26, 27, 28 e 29 não apresentam as melhores faixas para o teor de polifenóis totais.

Figura 25 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função da concentração etanol em água (%) e tempo (min) sendo T=52,5°C e V=35 mL.



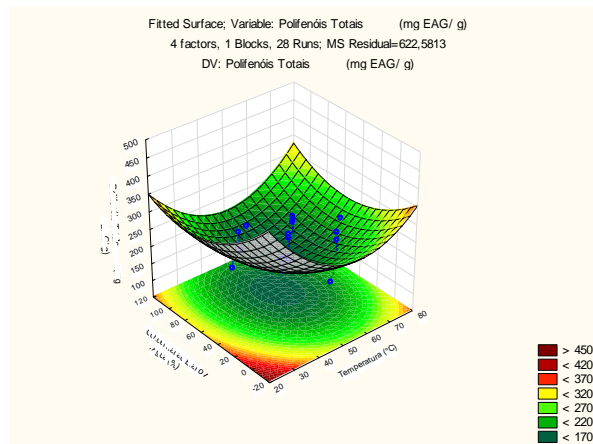
Fonte: Autora, 2019.

Figura 26 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função do volume do solvente (mL) e tempo (min) sendo T=52,5°C e C=50%.



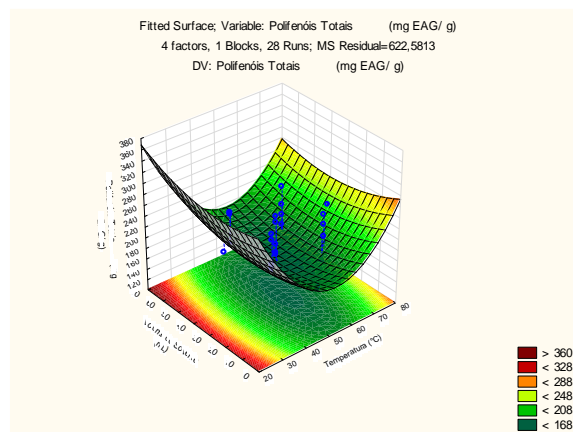
Fonte: Autora, 2019.

Figura 27 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função da temperatura (°C) e concentração de etanol em água (%) sendo V = 35 mL e t = 105 min.



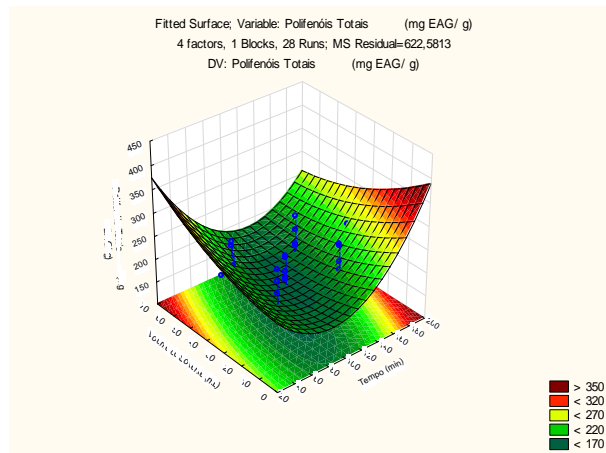
Fonte: Autora, 2019.

Figura 28 - Superfície de resposta para o teor polifenóis totais em função da temperatura (°C) e volume do solvente (mL) sendo C = 50% e t = 105 min.



Fonte: Autora, 2019.

Figura 29 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função do volume (mL) e tempo (min) sendo C = 50% e T = 52,5 °C.



Fonte: Autora, 2019.

Estes gráficos sugerem novas faixas de valores para otimizar a extração de polifenóis totais, para que seja possível obter ponto ótimo para esta variável dependente.

5.6.3 Teor de Sólidos Totais

A partir da análise dos resultados para o teor de sólidos totais foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 6 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (taninos condensados), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

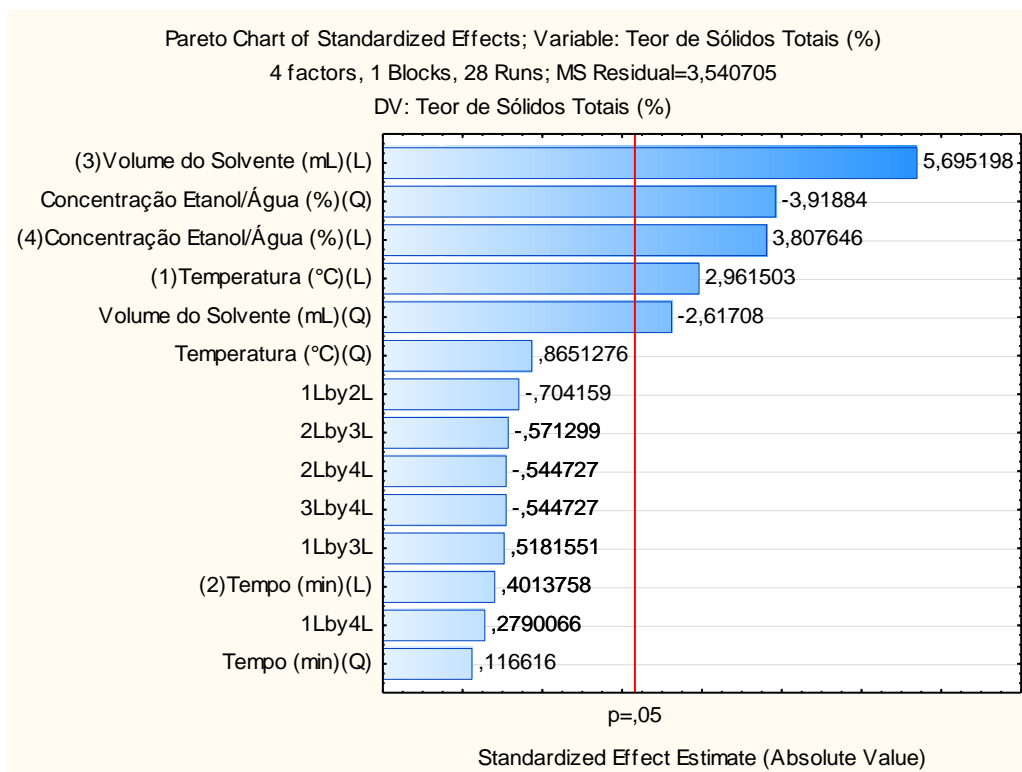
Modelo de Regressão:

$$\begin{aligned} \text{Teor de sólidos totais (\%)} = & -6,6992 - 0,1761 T + 0,0026T^2 + 0,0724 t + 0,6355 V - \\ & 0,0064V^2 + 0,3322 C - 0,0024 C^2 - 0,0008 T \cdot t + 0,0017 T \cdot V + 0,0005 T \cdot C + \\ & 0,0006 t \cdot V - 0,0003 t \cdot C + 0,0008 V \cdot C \end{aligned} \quad (6)$$

Sendo: T: Temperatura (°C); t: Tempo (min); V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração etanol em água (%).

Na Figura 30 temos o diagrama de Pareto, onde os valores absolutos de t_{cal} , fornecem as alturas das barras, e o valor de t_{tab} fornece o limite a partir do qual os efeitos são significativos.

Figura 30 - Diagrama de Pareto para Teor de Sólidos Totais.



Fonte: Autora, 2019.

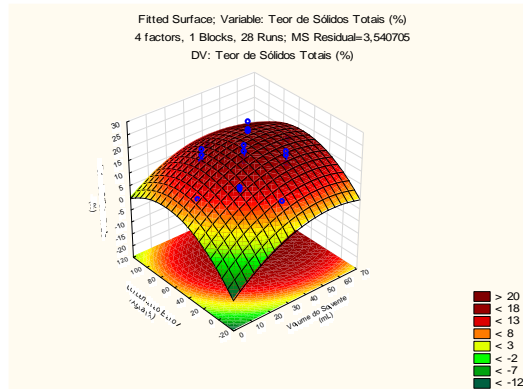
De acordo com o diagrama, ao nível de 95% de confiança, somente a variável Tempo (min) não influenciou na extração de sólidos totais para as faixas de valores apresentadas. O que podemos inferir, mais uma vez, que para este planejamento experimental, o tempo não influencia na extração de taninos condensados, que é o objetivo deste trabalho. As interações entre as variáveis não foram significativas.

Obteve-se, pela análise de variância (ANOVA) do software, obteve-se $R^2 = 0,8637$.

Os gráficos de superfície de resposta para polifenóis totais são mostrados nas Figuras 31 a 36.

A Figura 31, apresenta o ponto ótimo para teor de sólidos totais, indicando que entre 30 a 60 mL de solvente nas concentrações entre 40 a 80% de solução etanólica, há elevação do teor de sólidos totais.

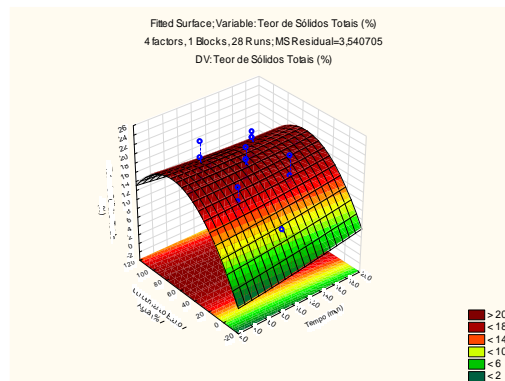
Figura 31 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da proporção etanol em água (%) e volume do solvente (mL) sendo T=52,5°C e t=105 min.



Fonte: Autora, 2019.

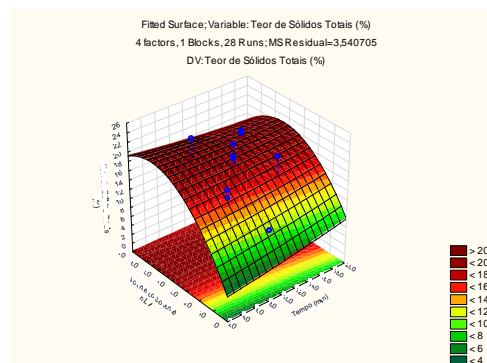
Nas Figuras 32 e 33, corroboramos com o Diagrama de Pareto, onde o tempo não influencia na extração de sólidos totais para este processo.

Figura 32 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da concentração etanol em água (%) e tempo (min) sendo T=52,5°C e V=35 mL.



Fonte: Autora, 2019.

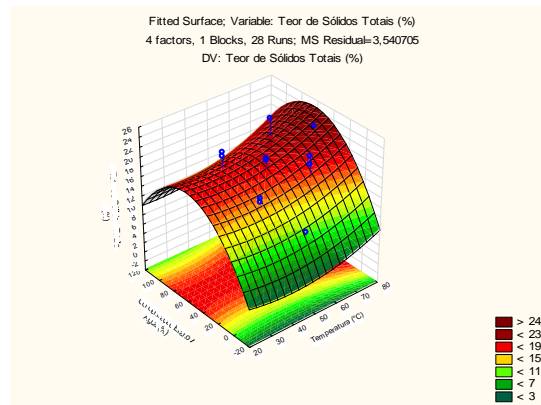
Figura 33 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função do volume do solvente (mL) e tempo (min) sendo T=52,5°C e =50%.



Fonte: Autora, 2019.

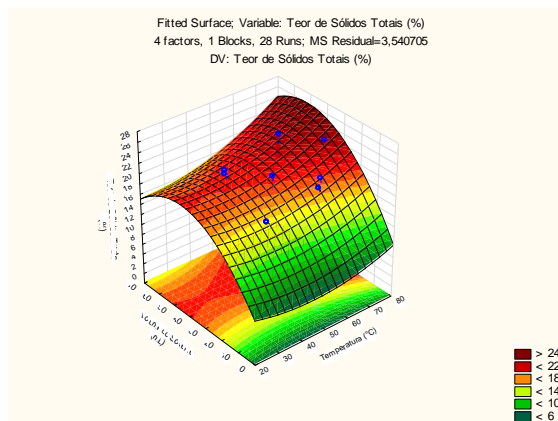
Na Figura 34, podemos observar que os altos teores de sólidos totais encontram-se na faixa de concentração etanólica entre 40 a 80%, este gráfico também demonstra que maiores temperaturas, obtêm-se maior TST, como também é possível observar nas Figuras 35 e 36.

Figura 34 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais condensados em função da temperatura (°C) e concentração etanol em água (%) sendo V = 35 mL e t = 105 min.



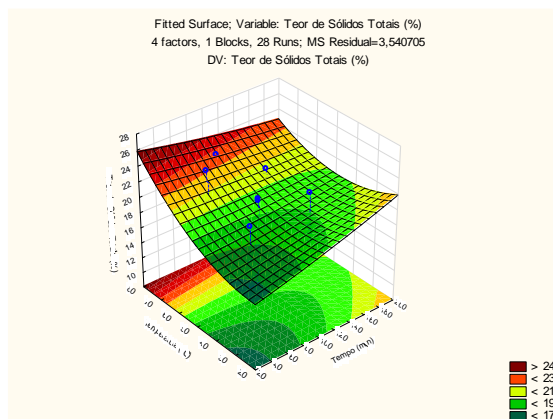
Fonte: Autora, 2019.

Figura 35 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da temperatura (°C) e volume do solvente (mL) sendo C = 50% e t = 105 min.



Fonte: Autora, 2019.

Figura 36 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função da temperatura (°C) e tempo (min) sendo C = 50% e V = 35 mL.



Fonte: Autora, 2019.

5.7 Novo planejamento experimental (A)

De acordo com os gráficos de superfície de resposta do planejamento experimental do item anterior (5.6), realizou-se novo planejamento, considerando que nenhuma das variáveis foram significativas para taninos condensados e que as variáveis temperatura e tempo de extração não influenciaram na concentração de taninos condensados. Logo, considerou-se Temperatura (C°) = 30 e Tempo (min) = 30 constantes, valores mínimos dentro da faixa especificada no planejamento experimental anterior (Tabela 9).

Assumindo os valores para um delineamento experimental com 2 níveis e 2 variáveis independentes, com faixa de trabalho para volume de solvente de 20 mL a 50 mL e concentração de etanol de 35 % a 65%, pôde-se elaborar a Tabela 15, com $\alpha \pm 1,414$, calculado de acordo com a Equação 1.

Tabela 15- Valores numéricos e codificados das variáveis independentes.

Variáveis de Controle	Códigos	Codificação				
		-1,414	-1	0	1	1,414
Volume do Solvente (ml)	x1	20	24,4	35	45,6	50
Concentração Etanol/Água (%)	x2	35	39,4	50	60,6	65

Fonte: Autora, 2019.

Com este Planejamento Experimental (A), gerou-se nova sequência experimental, com

12 experimentos, sendo 1 ponto central mais 3 repetições, e obteve-se as variáveis dependentes de Taninos Condensados, Polifenóis Totais e TST, dispostos na Tabela 16. Além destes, também foi possível analisar as variáveis respostas pela concentração de sólidos totais por volume de solvente.

Tabela 16 - Planejamento experimental (A) e respostas em diferentes condições de extração.

Experimento	Volume do solvente (mL)	Concentração etanol em água (%)	TC*	PT**	TST (%)	Sólidos Totais (g/ml de solvente)
1	24,4	39,4	48,49 ± 0,19	227,50 ± 2,90	10,4	0,426
2	24,4	60,6	58,57 ± 0,38	267,33 ± 4,36	14,0	0,574
3	45,6	39,4	54,20 ± 0,57	222,21 ± 6,74	17,8	0,390
4	45,6	60,6	51,91 ± 0,19	234,76 ± 2,70	18,5	0,406
5	20,0	50,0	69,23 ± 0,76	353,31 ± 2,59	13,7	0,685
6	50,0	50,0	50,96 ± 0,19	220,24 ± 1,87	18,8	0,376
7	35,0	35,0	47,16 ± 0,38	188,18 ± 0,73	12,8	0,366
8	35,0	65,0	64,28 ± 0,76	264,63 ± 0,83	17,0	0,486
9	35,0	50,0	66,19 ± 6,47	213,60 ± 3,73	16,3	0,466
10	35,0	50,0	60,48 ± 0,76	247,51 ± 1,76	16,0	0,457
11	35,0	50,0	58,77 ± 0,19	206,65 ± 3,22	15,5	0,443
12	35,0	50,0	59,72 ± 0,76	213,91 ± 2,18	17,0	0,486

* mg EC/ g de extrato seco; ** mg EAG/g de extrato seco.

Fonte: Autora, 2019.

5.7.1 Taninos Condensados

A partir da análise dos resultados para o teor de taninos condensados foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 7 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (taninos condensados), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

Modelo de Regressão:

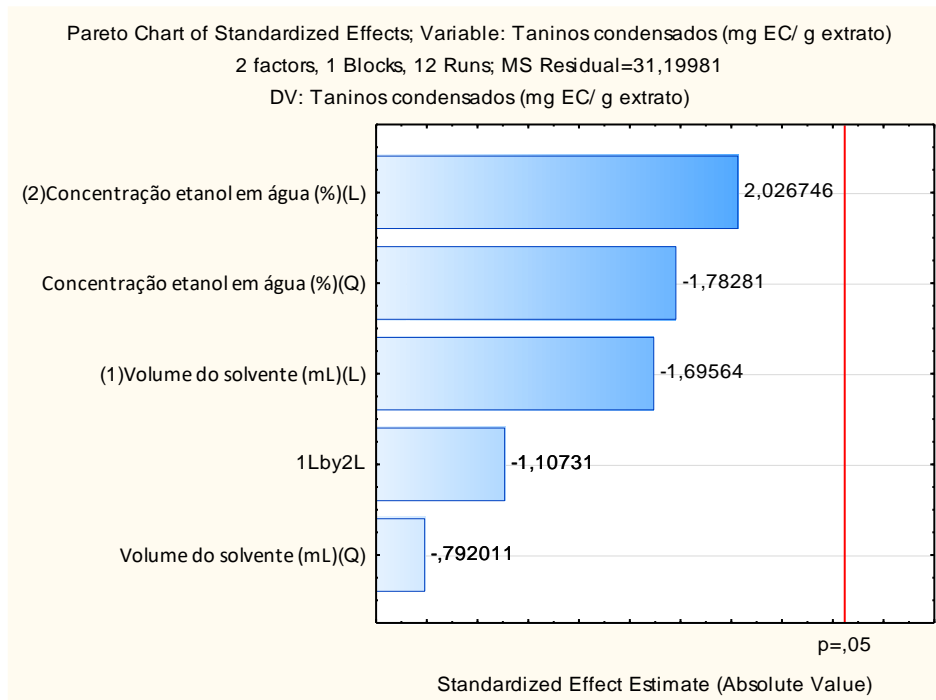
$$\text{Taninos condensados (mg EC /g extrato seco)} = -101,351 + 2,150V - 0,016V^2 + 4,844C - 0,035C^2 - 0,028 V.C \quad (7)$$

Sendo: V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração etanol em água (%).

Na Figura 37 temos o diagrama de Pareto, no qual novamente, nenhum dos parâmetros avaliados apresentaram influência significativa no intervalo de dados analisados. Pode-se observar algumas tendências como diminuição de concentração de etanol (-1,78) e aumento do volume do solvente utilizado (+1,69). Como também as interações entre as variáveis não foram significativas ao nível de 95% de confiança para os dados de taninos condensados obtidos.

Obteve-se, pela análise de variância (ANOVA) do software, obteve-se $R^2 = 0,6588$.

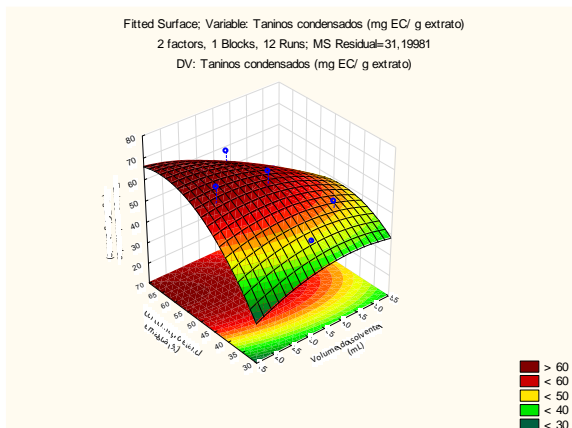
Figura 37 - Diagrama de Pareto para taninos condensados, no novo planejamento (A).



Fonte: Autora, 2019.

De acordo com o gráfico de superfície de respostas da Figura 38, há maior extração de taninos condensados em volumes abaixo de 45 mL de solvente.

Figura 38 - Superfície de resposta para o teor de taninos condensados em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.



Fonte: Autora, 2019.

Mesmo as variáveis não sendo significativas, a superfície de resposta teve a formação de um ponto ótimo. Com este planejamento experimental, o ponto ótimo para extração de taninos condensados é de V=12,15 mL e concentração de etanol em água de C = 64,36%, considerando tempo de t = 30 min e temperatura de T = 30°C. Para os extratos utilizados, como é possível ver na Tabela 16, o volume mais baixo, de 20 mL com a concentração de etanol de 50%, obteve-se o maior teor de taninos condensados, de 69 ± 0,76 mg/ g de extrato seco.

5.7.2 Polifenóis Totais

A partir da análise dos resultados para o teor de polifenóis totais foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 8 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (polifenóis totais), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

Modelo de Regressão:

$$\text{Polifenóis totais (mg EAG /g extrato seco)} = 386,7170 - 17,3975 V + 0,2538V^2 + 5,4998 C - 0,0148C^2 - 0,0607 V.C \quad (8)$$

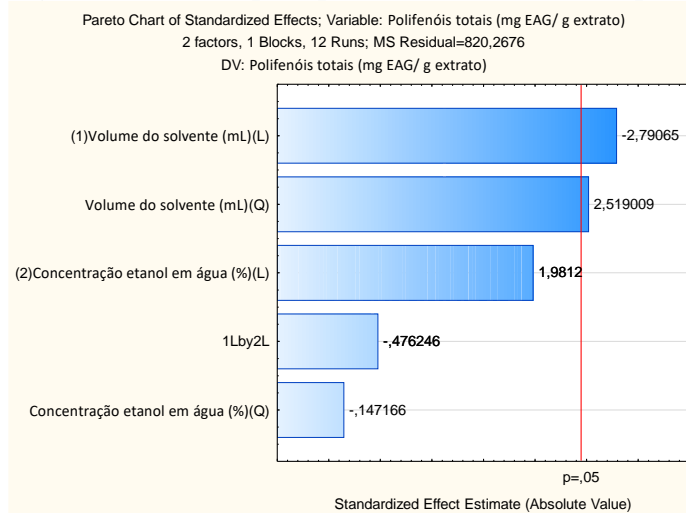
Sendo: V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração etanol em água (%).

Na Figura 39 temos o diagrama de Pareto, no qual demonstrou significância para a

variável volume de solvente (mL), apresentando uma tendência para seu aumento (+2,52). As concentrações do solvente não foram significativas e as interações entre as variáveis não foram significativas ao nível de 95% de confiança para os dados de taninos condensados obtidos.

Obteve-se, pela análise de variância (ANOVA) do software, obteve-se $R^2 = 0,7573$.

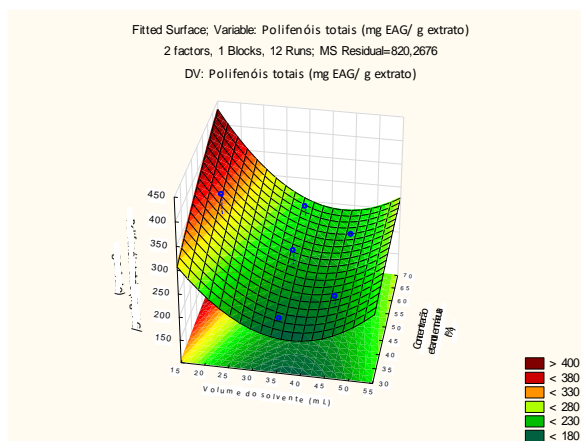
Figura 39 - Diagrama de Pareto para polifenóis totais, no novo planejamento (A).



Fonte: Autora, 2019.

Através da superfície de resposta da Figura 40, pode-se corroborar com o diagrama de Pareto, no qual nos informa que a concentração etanólica não é significativa para esta faixa de valores.

Figura 40 - Superfície de resposta para o teor de polifenóis totais em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.



Fonte: Autora, 2019.

5.7.3 Teor de Sólidos Totais

A partir da análise dos resultados para o teor de sólidos totais (TST) foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 9 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (teor de sólidos totais), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

Modelo de Regressão:

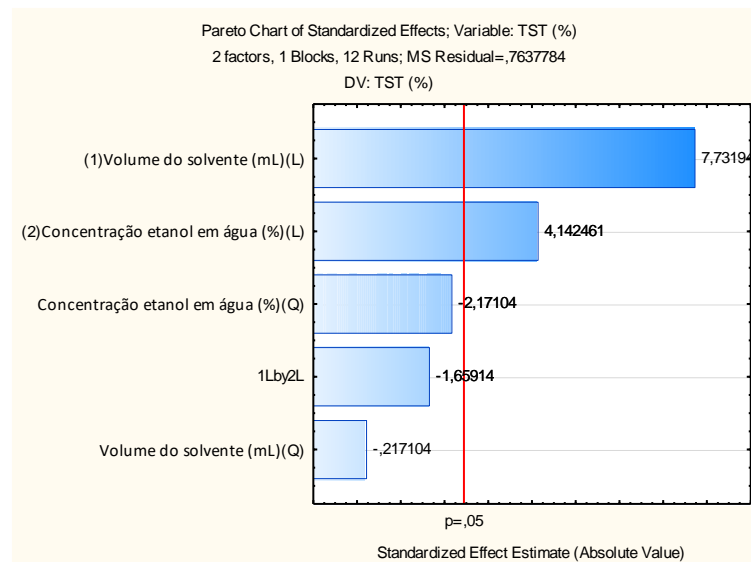
$$\text{Teor de Sólidos Totais (\%)} = -26,5229 + 0,5947V - 0,0007V^2 + 1,0141C - 0,0067C^2 - 0,0065 V.C \quad (9)$$

Sendo: V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração etanol em água (%).

Na Figura 41 temos o diagrama de Pareto, no qual demonstrou significância para as variáveis volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%) nos modelos lineares, porém nossa superfície de resposta representa um modelo quadrático. As interações entre as variáveis não foram significativas ao nível de 95% de confiança para os dados de taninos condensados obtidos.

Obteve-se, pela análise de variância (ANOVA) do software, obteve-se $R^2 = 0,8784$.

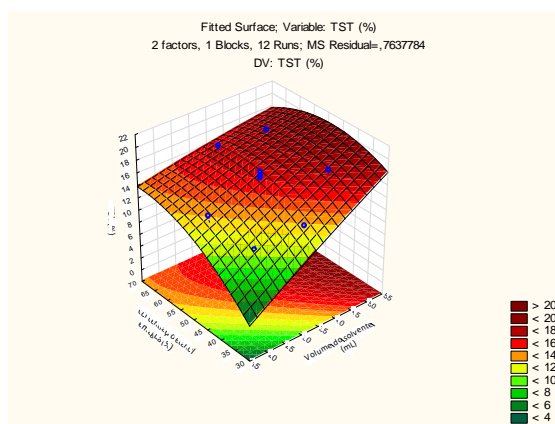
Figura 41 - Diagrama de Pareto para Teor de Sólidos Totais (%), para novo planejamento (A).



Fonte: Autora, 2019.

Na Figura 42, que representa a superfície de resposta para TST (%), indica que maiores volumes de solvente (acima de 50 mL) aumenta o TST independente da concentração do solvente etanol em água.

Figura 42 - Superfície de resposta para o teor de sólidos totais em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.



Fonte: Autora, 2019.

5.7.4 Concentração de Sólidos Totais (g/ ml de extrato)

Como citado anteriormente, também foi analisado as concentrações de sólidos totais nos extratos obtidos. Pois através da Tabela 16, é possível observar que a concentração de sólidos totais apresenta linearidade com os teores de taninos condensados e polifenóis totais. Por isso, é possível analisar o processo de extração de taninos através desta variável, já que o Diagrama de Pareto não foi significativo e a superfície de resposta para Taninos Condensados não foi satisfatória.

A partir da análise dos resultados para o teor de concentração de sólidos totais (g/mL de extrato), foi possível obter o modelo de regressão para descrever a variável resposta. A Equação 10 representa o modelo de segunda ordem para a variável dependente (polifenóis totais), considerando todos os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

Modelo de Regressão:

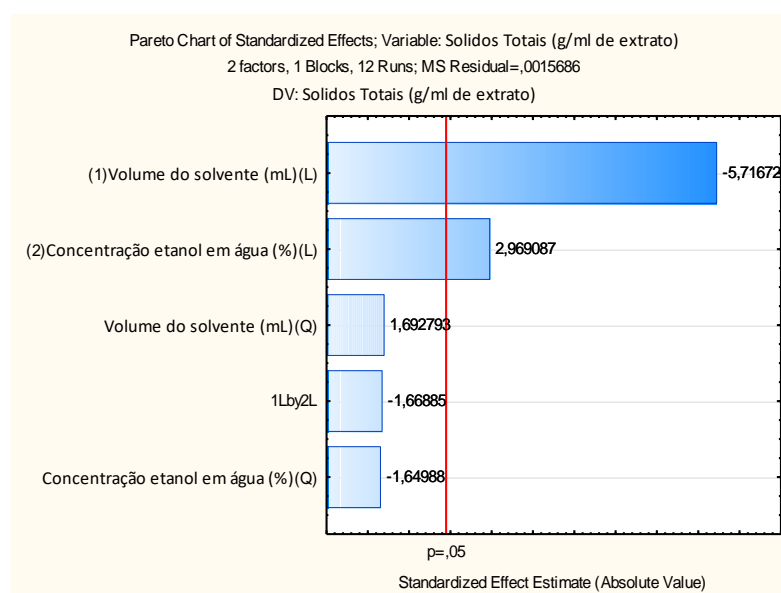
$$\text{Concentração de sólidos totais (g de extrato seco / mL de extrato bruto)} = -0,2694 - 0,0094V + 0,0002V^2 + 0,0372C - 0,0002C^2 - 0,0003 V.C \quad (10)$$

Sendo: V: Volume do solvente (mL) e C: Concentração etanol em água (%).

Na Figura 43, temos o diagrama de Pareto, no qual demonstrou significância para as variáveis volume de solvente (mL) e concentração de etanol, nos modelos lineares. As interações entre as variáveis não foram significativas ao nível de 95% de confiança para os dados.

Obteve-se, pela análise de variância (ANOVA) do software, obteve-se $R^2 = 0,8952$.

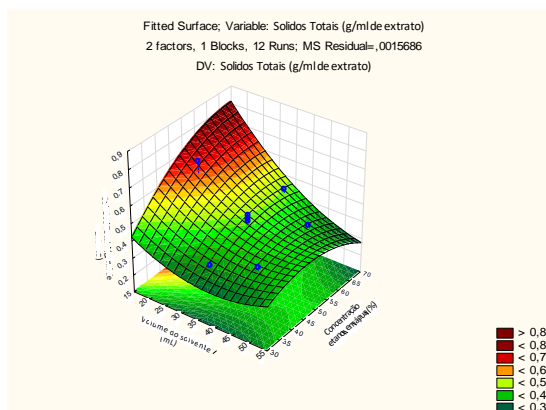
Figura 43 - Diagrama de Pareto para Concentração de sólidos totais, para o Planejamento Experimental (A).



Fonte: Autora, 2019.

Observando o gráfico de superfície de resposta (Figura 44) verifica-se que a diminuição do volume implica no aumento da concentração de sólidos totais extraídos. Costa *et al.* (2011) e Sousa (2013) também relataram este efeito em extratos aquosos de mulateiro (*Calycophyllum spruceanum*) e de cajueiro (*Anacardium occidentale L.*), respectivamente. Eles observaram que a diminuição do volume utilizando o mesmo valor mássico de cascas das plantas, aumentava a eficiência da extração de taninos. Este efeito, pode estar relacionado à saturação do solvente utilizado na extração. Logo, o extrato seco (g) obtido, que é composta por todos sólidos solúveis presentes no extrato, é proporcional à razão massa de cascas (g)/ volume de solvente (mL).

Figura 44 - Superfície de resposta para a concentração de sólidos totais em função do volume de solvente (mL) e concentração de etanol (%), T= 30 °C e t = 30 min.



Fonte: Autora, 2019.

Como é possível visualizar na Figura 44, o gráfico ainda não estando na faixa de valores ótimos, é possível observar o aumento da concentração de sólidos totais com a diminuição do volume e a concentração de etanol entre 55 a 70%. Para esta superfície de resposta os pontos ótimos obtidos são: para Volume = 50,25 mL e Concentração de etanol/água = 48,78%.

Com base nos dados obtidos nos dois planejamentos experimentais e as variáveis respostas, foi possível obter as maiores concentrações de taninos condensados que estão dispostos na Tabela 17.

Tabela 17 - Melhores condições de extração para taninos condensados.

Temperatura (°C)	Tempo de extração (min)	Volume do Solvente (ml)	Concentração etanol em água (%)	Taninos condensados (mg EC/ g)	Polifenóis Totais (mg EAG/ g)	Teor de sólidos Totais (TST) (%)
30	30,0	20,0	50,0	69,2 ± 0,8	353,3 ± 2,6	13,7
41,25	67,5	22,5	25,0	83,7 ± 12,2	260,9 ± 10,7	12,7
52,5	105	60	50,0	85,6 ± 2,5	164,6 ± 3,2	18,8

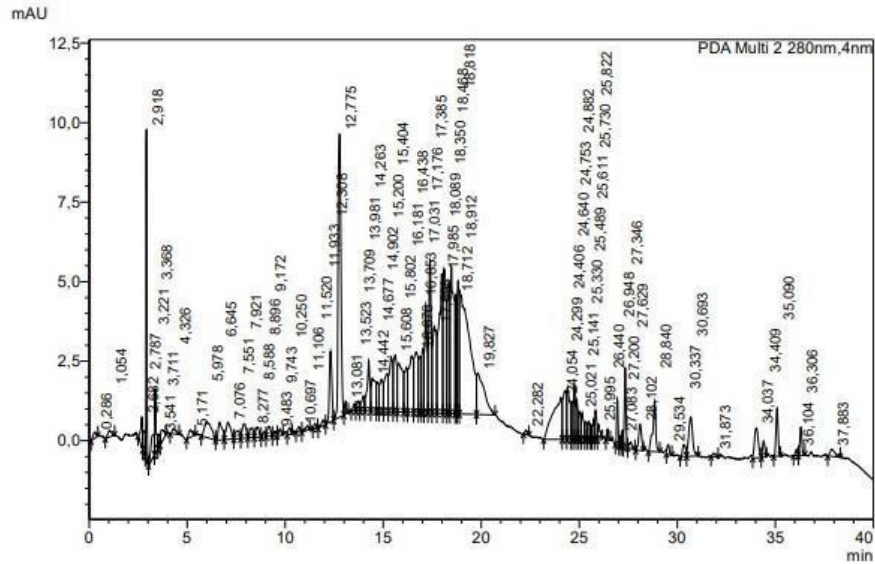
Fonte: Autora, 2019.

Como é possível observar, apesar do maior teor de taninos condensados ser de 85,6 ± 2,5 mg EC/g em relação aos outros experimentos, para isto ser possível, é necessária uma aplicação de maior temperatura, maior tempo de extração e maior volume de solvente para o processo, o que encarece o custo de produção a nível industrial. Visando isso, é mais viável a utilização das variáveis de temperatura = 41,25°C, tempo = 67,5 min, volume do solvente = 22,5 ml e concentração etanol água = 25% para obter altos valores de taninos condensados.

5.8 Análise por HPLC

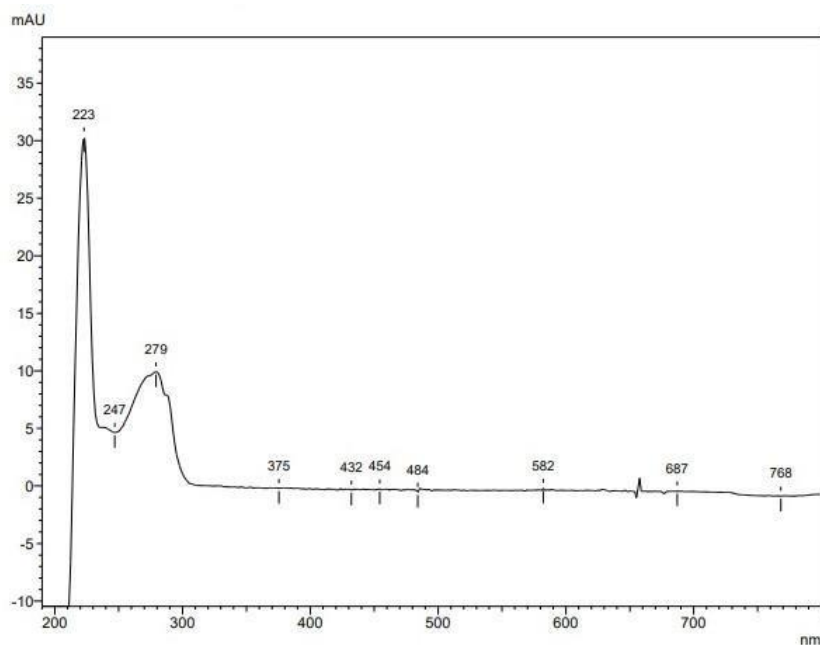
Através da análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC), foi possível obter os cromatogramas das Figuras 45 e 46.

Figura 45 - Perfil cromatográfico a 280 nm do extrato de *M. tenuiflora*.



Fonte: Autora, 2018.

Figura 46 - Espectros de absorção, de 200 a 800 nm do extrato no tempo de retenção de 12,78 minutos.



Fonte: Autora, 2018.

Tabela 18- Picos do cromatograma com comprimento de onda 280 nm, e suas respectivos tempos de retenção e áreas em %.

Nº do Pico	Tempo de Retenção (min)	Área (%)	Nº do Pico	Tempo de Retenção (min)	Área (%)
1	0,286	0,153	46	17,031	1,139
2	1,054	0,209	47	17,176	2,359
3	2,682	0,449	48	17,385	3,135
4	2,787	0,393	49	17,598	2,712
5	2,918	1,934	50	17,985	4,544
6	3,221	0,666	51	18,089	3,976
7	3,368	0,677	52	18,350	2,605
8	3,541	0,197	53	18,468	4,761
9	3,711	0,351	54	18,712	1,445
10	4,326	0,160	55	18,818	2,326
11	5,171	0,230	56	18,912	10,415
12	5,978	0,941	57	19,827	2,689
13	6,645	0,634	58	22,282	0,085
14	7,076	0,710	59	24,054	3,321
15	7,551	0,314	60	24,299	1,552
16	7,921	0,497	61	24,406	1,372
17	8,277	0,318	62	24,640	0,519
18	8,588	0,300	63	24,753	0,892
19	8,896	0,117	64	24,882	0,655
20	9,172	0,308	65	25,021	0,462
21	9,483	0,112	66	25,141	0,542
22	9,743	0,165	67	25,330	0,280
23	10,250	0,149	68	25,489	0,348
24	10,697	0,110	69	25,611	0,202
25	11,106	0,101	70	25,730	0,300
26	11,520	0,085	71	25,822	0,492
27	11,933	0,157	72	25,995	0,300
28	12,308	1,508	73	26,440	0,116
29	12,775	7,100	74	26,948	0,531
30	13,081	0,212	75	27,083	0,132
31	13,523	0,129	76	27,200	0,235
32	13,709	0,227	77	27,346	1,036
33	13,981	0,365	78	27,629	0,173
34	14,263	1,221	79	28,102	0,666
35	14,442	1,250	80	28,840	1,313
36	14,677	0,567	81	29,534	0,192
37	14,902	0,958	82	30,337	0,320
38	15,200	1,235	83	30,693	1,321
39	15,404	1,748	84	31,873	0,083
40	15,608	1,532	85	34,037	0,984
41	15,802	2,145	86	34,409	0,326
42	16,181	1,244	87	35,090	0,836
43	16,438	2,256	88	36,104	0,132
44	16,676	1,954	89	36,306	0,507
45	16,853	1,288	90	37,883	0,295
			Total		100,000

Fonte: Autora, 2018.

Através da Tabela 18, podemos observar todos os picos apresentados no cromatograma e as áreas correspondentes. Pode-se observar que o pico 56, obteve o maior percentual em área (10,415%) no tempo de retenção de 18,912 minutos. Para posteriores estudos, faz-se necessário realizar o procedimento com o cromatograma do padrão de vanilina para determinar o pico correspondente no extrato de Jurema preta, e conseqüentemente, determinando o teor de taninos condensados e outros compostos polifenólicos.

6 CONCLUSÃO

As cascas da Jurema Preta apresentam os compostos fenólicos de interesse, tanto taninos condensados quanto os taninos hidrolisáveis, como relatado na literatura.

Os extratos obtidos com etanol a 50% em água apresentaram elevadas quantidades de polifenóis totais e taninos condensados em relação às outras concentrações de etanol em água corroborando com Sousa (2013), que obteve maiores concentrações de taninos condensados utilizando etanol em água a 50% para a casca de cajueiro. Através do planejamento foi possível observar que menores volumes de solvente, apresentava maiores quantidades de taninos condensados e polifenóis totais.

A variável volume de solvente (mL) foi a que apresentou maior significância ao longo dos planejamentos experimentais, para as variáveis respostas. Compreendeu-se que menores volumes de solvente, obtêm-se maiores valores para taninos condensados e também de outros compostos polifenólicos.

As variáveis temperatura e tempo de extração não se mostraram significativas através dos diagramas de Pareto para taninos, porém analisando os maiores teores de taninos condensados do Planejamento inicial (85,6 mg EC/g de extrato) e do Planejamento (A) (69,2 mg EC/g de extrato), ambos com concentração de etanol de 50% em água, porém com diferentes temperaturas, volume e tempo, (52,5°C, 60 mL e 105 min) e (30°C, 20 mL e 30 min) respectivamente, a aplicação da temperatura e tempo maiores realizados no Planejamento inicial, possibilitou que extrato com de maior volume de solvente obtivesse maior teor de taninos condensados, este resultado pode ter sido obtido por conta do aumento da difusividade que a temperatura mais alta proporciona ao extrato, aliado ao tempo de contato maior.

Pode-se observar uma relação diretamente proporcional entre a concentração de sólidos totais e os teores de polifenóis totais e taninos condensados no processo de extração.

Através dos planejamentos, foi possível obter os modelos de regressão matemáticos para todas as variáveis respostas e obter um ponto ótimo para taninos condensados.

REFERÊNCIAS

ALVES, L. F. Produção de Fitoterápicos no Brasil: Histórias, Problemas e Perspectivas. UFF. **Revista Virtual de Química**, Niterói, v.5, n.3, p. 450-513, 2013.

ALVINO LEITE, I. A etnobotânica de plantas medicinais no município de São José de Espinharas, Paraíba, Brasil. **Revista Biodiversidade**, Mato Grosso, v. 14, n.1, p. 22 – 30, 2015.

ANDRADE, A. P. de; COSTA, R. G da; SANTOS, E. M. Produção animal no semi-árido: o desafio de disponibilizar forragem, em quantidade e com qualidade, na estação seca. **Tecnologia & Ciência Agropecuária**, Paraíba, v.4, n.4, p.01-14, 2010.

ANVISA. **Farmacopeia Brasileira**, v. 1, 2. ed. Brasília, 2010.

ARAÚJO, L. V. C.; Leite, J. A. N. PAES, J. B. Estimativa da produção de biomassa de um povoamento de jurema-preta (*mimosa tenuiflora* (willd.) Poiret) com cinco anos de idade. **Biomassa & Energia**, v. 1, n. 4, p. 347-352, 2004.

ARAÚJO FILHO, J.A.; CRISPIM, S.M.A. Pastoreio combinado de bovinos, caprinos e ovinos em áreas de caatinga no Nordeste do Brasil. In: CONFERÊNCIA VIRTUAL GLOBAL SOBRE PRODUÇÃO ORGÂNICA DE BOVINOS DE CORTE, 1., 2002, Corumbá. Anais.. Corumbá: Embrapa Pantanal; Concórdia: Universidade de Contestado, 2002. 7 f. 1 CD-ROM.

ASLAN, N. Application of response surface methodology and central composite rotatable design for modeling and optimization of a multi-gravity separator for chromite concentration. **Powder Technology**, v. 185, n. 1, p. 80-86, 2008.

ASPÉ, E.; FERNÁNDEZ, K. The effect of different extraction techniques on extraction yield, total phenolic, and anti-radical capacity of extracts from *Pinus radiata* Bark. **Industrial Crops and Products**, v. 34, n. 1, p. 838-844, 2011.

BA, D.; BOYACI, I.H. Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, v. 78, n. 3, p. 836-845, 2007.

BARREIRO, E. J. BOLZANI; V. S. Biodiversidade: Fonte potencial para a descoberta de fármacos. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 679-688, 2009.

BARREIRO, E. J.; VIEGAS JR, C.; BOLZANI, V. S. Os produtos naturais e a química medicinal moderna. **Química Nova**, v. 29, n. 2, p. 326-337, 2006.

BEELEN, P. M. G.; BERCHIELLI, T. T.; BEELEN, R. N. Taninos condensado das espécies jurema preta (*Mimosa hostilis*), sabiá (*Mimosa caesalpinifolia*) e mororó (*Bauhinia cheilantha*), em três fases do ciclo fenológico. In: SIMPÓSIO INTERNACIONAL SOBRE CAPRINOS E OVINOS DE CORTE, 1, 2003, João Pessoa. Anais... João Pessoa: EMEPA- PB, 2003.

BEZERRA, D.A.C.; RODRIGUES, F.F.G.; COSTA, J.G.M. Abordagem fitoquímica, composição bromatológica e atividade antibacteriana de *Mimosa tenuiflora* (Wild) Poiret e *Piptadenia stipulacea* (Benth) Ducke. **Acta Scientiarum Biological Sciences**, v.33, n.1, p. 99-106, 2011.

BOX, G. E. P.; WILSON, K. B. On the experimental attainment of optimum conditions. **Journal of the Royal Statistical Society**, v. 13, n. 1, p. 1–45, 1951.

BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S. Multi-factor experimental design for exploring response surfaces. **Annals of Mathematical Statistics**, v. 28, n. 1, p. 195–241, 1957.

BRANDÃO, K.S.R. Otimização do processo de produção de biodiesel metílico e etílico do óleo de mamona (*ricinus communis l.*) Aplicando um delineamento composto central rotacional (DCCR). 2007. 124 f. Dissertação (Mestrado em Química Analítica) – Universidade Federal do Maranhão, São Luís, 2007.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). RESOLUÇÃO DA DIRETORIA COLEGIADA - RDC N° 26, de 13 de maio de 2014.

Brasília. Disponível em:<
http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2014/rdc0026_13_05_2014.pdf>. Acesso em 26 out. 2018.

BRASIL. MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. 5º Relatório nacional para a Convenção

Sobre Diversidade Biológica. Brasília: MMA, 2016.

BRASIL. Ministério da Integração Nacional. Semiárido Brasileiro. Brasília: Ministério da Integração Nacional, 2018. Disponível em: <<http://www.integracao.gov.br/semiarido-brasileiro>>. Acesso em: 25 out. 2018.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Caatinga. Brasília: Ministério do Meio Ambiente, 2012. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/biomas/caatinga>>. Acesso em: 25 out. 2018.

BRASIL. Lei Nº 12.651, de 25 de maio de 2012 - Dispõe sobre a proteção da vegetação nativa; altera as Leis nos 6.938, de 31 de agosto de 1981, 9.393, de 19 de dezembro de 1996, e 11.428, de 22 de dezembro de 2006; revoga as Leis nos 4.771, de 15 de setembro de 1965, e 7.754, de 14 de abril de 1989, e a Medida Provisória no 2.166-67, de 24 de agosto de 2001; e dá outras providências. Disponível em:< http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_Ato2011-2014/2012/Lei/L12651.htm>. Acesso em 25 out. 2018.

BRUSOTTI, G.; NGUEYEM, T. A.; BIESUZ, R.; CACCIALANZA, G. Optimum extraction process of polyphenols from *Bridelia grandis* stem bark using experimental design. **Journal of Separation Science**, v. 33, p. 1692-1697, 2010.

CANNAS, A. Tannins: fascinating but sometimes dangerous molecules. Itaka, 1999. Disponível em: <<http://www.ansci.cornell.edu/plants/toxicagents/tannin.html>> Acesso em 08 de out. 2018.

CARVALHO FILHO, O. M.; SALVIANO, L. M. Evidências de ação inibidora da Jurema-Preta na fermentação "in vitro" de gramíneas forrageiras. Petrolina: Embrapa/Cpatsa, 15p. (Circular Técnica - Embrapa/Cpatsa). 1982

CLIMATE-DATE.ORG. Temperaturas e precipitações médias. Disponível em:<<https://pt.climate-data.org/america-do-sul/brasil/alagoas/delmiro-gouveia-42941/>>. Acesso em 25 ago. 2019.

CORDÃO, M. A.; Jurema preta (*Mimosa tenuiflora* (Wild.) Poiret) pods in the diet of lombs. **Revista Agrariam**, v.9, n.33, p. 287-295, 2016.

CORDEIRO, J.C.P. Atividade antimicrobiana de extratos vegetais e formação de biofilme pelos isolados de *Salmonella* spp. provenientes de caprinos e ovinos do Vale do São Francisco. 2014, 70 f. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal) - Universidade Federal do Vale do São Francisco UNIVASF, Petrolina, 2014.

COSTA, L. M. et al. Technological development of aqueous extracts from *Calycophyllum spruceanum* (mulateiro) using factorial design. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 21, n. 1, p. 181-186, 2011.

CUNHA, F. P.; DA COSTA, L. J. L.; FERNANDES, A. J. D.; DE SOUZA, T. P.; SOARES, L. A. L. Development and optimization of extractives from *Astronium urundeuva* (allemão) Engl. by factorial design. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 52, n. 3, p. 647-652, 2009.

CUNHA, A. L. Análise do potencial antioxidante de três espécies da família *Fabacea*. 2015. 52 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) – Universidade Estadual de Alagoas, Arapiraca, 2015.

DAI, J.; MUMPER, R. J. Plant phenolics: Extraction, analysis and their antioxidant and anticancer properties. **Molecules**, v. 15, n. 10, p. 7313–7352, 2010.

DERKYI, N. S. A.; ADU-AMANKWA, B.; SEKYERE, D.; DARKWA, N. A. Optimum Acetone and Ethanol Extraction of Polyphenols from *Pinus caribaea* Bark: Maximizing Tannin Content Using Response Surface Methodology. **Chemical Product and Process Modeling**, v. 6, n. 1, p. 9, 2011.

DINIZ, C. E. F.; PAES, J. B.; MARINHO, I. V.; LIMA, C. R. Avaliação do potencial tanífero de seis espécies florestais de ocorrência no semi-árido brasileiro. In: CONGRESSO FLORESTAL BRASILEIRO, 8., 2003, São Paulo. Anais...São Paulo: SBS/SBEF, 2003.

FARIA, W. L. F. A jurema preta (*Mimosa hostilis Benth.*) como fonte energética do Semi-árido do Nordeste- Carvão, 1984. 113 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 1984.

FESSENDEN, R.J. *Organic chemistry*. Boston: Willard Grant Pres, 1982.

GALVEZ, J. M. G.; RIEDL, B.; CONNER, A. H. Analytical studies on tara tannins. **Holzforsch**, v. 51, n. 3, p. 235-243, 1997.

GARCIA, T. P. R.; RIZZATO, C. M.; SILVA, P. H. S.; COELHO, R. Z.; SILVA, G. F. Quantificação de taninos em extrato de guaraná (*Paullinia cupana*) realizado através de planejamento experimental. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação científica. Anais...Campinas, 2015.

GIRONI, F.; PIEMONTE, V. Temperature and solvent effects on polyphenol extraction process from chestnut tree wood. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 89, n. 7, p. 857-862, 2011.

GONÇALVES, A.L; ALVES FILHO, A.; MENEZES, H. Estudo Comparativo da Atividade Antimicrobiana de Extratos de Algumas Árvores Nativas. **Arquivos do Instituto Biológico**, v.72, n.3, p.353-358, 2005.

GUIMARÃES-BEELLEN, P. M; BERCHIELLI, T. T.; BUDDINGTON, R.; Efeito dos taninos condensados de forrageiras nativas do semi-árido nordestino sobre o crescimento e atividade celulolítica de *Ruminococcus flavefaciens* FD1. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v.58, n.5, p.910-917, 2006.

HERGET, H. L. Condensed tannins in adhesives. In: HEMONGWAY, R W.; CONNER, A. H.; BRANHAM, S. J. Adhesives from renewable resources. Washington, D. C.: American Chemical Society, p. 155-171, 1989.

HUSSAIN, A. I.; CHATHA, S. A. S.; NOOR, S.; KHAN, Z. A.; ARSHAD, M. U.; RATHORE, H. A.; SATTAR, M. Z. A. Effect of Extraction Techniques and Solvent Systems on the Extraction of Antioxidant Components from Peanut (*Arachis hypogaea L.*) Hulls. **Food Analytical Methods**, v. 5, n. 4, p. 890-896, 2012.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Pesquisa Trimestral do couro, 2018. Disponível em:< <https://sidra.ibge.gov.br/home/couro/alagoas>>. Acesso em: 24 out. 2018.

IEMI - Instituto de Estudos e Marketing Industrial. Estudo do setor de curtumes, 2013. Disponível em: < <http://www.cicb.org.br/wp-content-cicb/uploads/2014/11/estudo-IEMI.pdf>>. Acesso em: 24 out. 2018.

INPI – Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Boletim Mensal de Propriedade Industrial, Rio de Janeiro, v.2, n. 1, p. 1-18, 2017.

JORGE, F. C.; BRITO, P.; PEPINO, L.; PORTUGAL, A.; GIL, H.; COSTA, R. P. Aplicações para as Cascas de Árvores e para os Extractos Taninosos: uma Revisão. **Silva Lusitana**, v. 9, n. 2, p. 225-236, 2001.

KUPFER, D.; TIGRE, P. B. Modelo SENAI de Prospecção: Documento metodológico. Cap. 2: Prospecção Tecnológica. In: Organización Internacional Del Trabajo. CINTEFOR Papeles de La Oficina Técnica, n. 14, Montevideo, 2004.

LAFLEUR, J. R. O mercado de castanha do Pará no Brasil: projeto Castanha. Recife: ECOTEC, 1993.

LEAL, I. R.; TABARELLI, M.; SILVA, J.M.C.; BARROS, M.L.B. Ecologia e conservação da caatinga. Recife : Ed. Universitária da UFPE, 2003. 822 p.

LEITE, E. M. Crescimento inicial de espécies arbóreas em solo salino-sódico tratado com corretivos, 2002, 22 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Florestal) – Universidade Federal da Paraíba, Patos, 2002.

LIMA, J. L. S. Plantas forrageiras das caatingas: uso e potencialidades. Petrolina: EMBRAPACPTASA/PNE/RBG-KEW, 1996. 28 p.

LORENZI, H. Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil. Nova Odessa: Plantarum, 1998. v.2.

LOZOYA, X.; NAVARRO, V.; ARNASON, J.T.; KOURANY, E. Experimental evaluation of *Mimosa tenuiflora* (Wild.) Poir. (Tepeschohuite) I. Screening of the antimicrobial properties

of bark extracts. **Archivos de Investigación Médica**, v.20, n.1, p.87-93, 1989.

LOPES, P. J.G; CALEGARI, L.; CALEGARI, C.C.A; OLIVEIRA, E.; STANGERLIN, D.M.; GATTO, D.A. Produtividade em casca e taninos condensados de jurema-preta. *Nativa*, Sinop, v. 03, n. 2, p. 95-101, 2015.

LUCIANO, G.; MONAHAN, F.J.; VASTA, V.; BIONDI, L.; LANZA, M.; PRIOLO, A. Dietary tannins improve lamb meat colour stability. **Meat Science**, v.81, p.120-125, 2009.

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

MONTEIRO, J. M.; ALBUQUERQUE, U. P.; ARAÚJO, E. L.; AMORIM, E. L. C. Taninos: uma abordagem da química à ecologia. **Química Nova**, v. 28, n. 5, p. 892-896, 2005.

NEVES, M.S.; BRANDÃO, H.N. Estudo fitoquímico biomonitorado da *Mimosa tenuiflora* (*willd.*) *poir.* (jurema-preta) pela atividade antioxidante. In: XVI Seminário de Iniciação Científica, 16., 2014. Feira de Santana. Anais... Feira de Santana: UEFS, 2012. p. 1417-1420. Disponível em: < <http://www.xvisemic.esy.es/arquivos/sessao-v/maiane-dos-santosneves.pdf>>. Acesso em: 20 jun. 2019.

NOZELLA, E. F. Determinação de taninos em plantas com potencial forrageiro para ruminantes. 2001. 58f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Centro de Energia Nuclear na Agricultura/ Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2001.

NSF – National Science Foundation. State of US science enterprise report shows US leads in S&E as China rapidly advances. 2018. Disponível em: < https://www.nsf.gov/news/news_summ.jsp?cntn_id=244271>. Acesso em: 30 out. 2018.

OLIVEIRA, E.; VITAL, B.R.; PIMENTA, A. S.; LUCIA, R. M. D.; LADEIRA, A. M. M.; CARNEIRO, A. C. O. Estrutura anatômica da madeira e qualidade do carvão de *Mimosa tenuiflora* (Willd.) Poir. *Revista Árvore*, Viçosa, v. 30, n. 2, 2006.

OLIVEIRA, M. R. De; RODRIGUES, J. M. E.; CHIAVONE-FILHO, O.; MEDEIROS, J. T.N. De. Estudo das Condições de Cultivo da Algaroba e Jurema preta e determinação do poder

calorífico. **Ciência e Tecnologia**, São Paulo, v. 7, p. 93-104, 1999.

OLIVEIRA, O. F.; SILVA, H.M.S.; SANTOS, M.V.F.; MUIR, J. P.; CUNHA, M. V.; DUBEUX JUNIOR, J. C.; NAUMANN, H.D. Taninos condensados da Jurema preta (*Mimosa tenuiflora Benth*) em diferentes municípios de Pernambuco. 2013. Disponível em:< https://www.researchgate.net/publication/287201498_Taninos_condensados_da_Jurema_preta_a_Mimosa_tenuiflora_Benth_em_diferentes_municipios_de_Pernambuco. Acesso em: 20 de jun. de 2019.

O'KENNEDY, R.; THORNES, R.D. *Coumarins: biology, applications and mode of action*. New York: John Willey, 1997.

PAES, J. B.; DINIZ, C. E. F.; MARINHO, I. V.; LIMA, C. R. Avaliação do potencial tanífero de seis espécies florestais de ocorrência no semi-árido brasileiro. **Cerne**. v. 12, n. 3, p. 232-238, 2006.

PANSHIN, A. J.; HARRAR, E. S.; BETHEL, J. S.; BAKER, W. J. *Forest products: their sources, production, and utilization*. 2. ed. New York: McGraw-Hill, 1962. 538 p.

PARRA POZO, L. A. Estudo “in vitro” do efeito de extratos aquosos de plantas medicinais sobre *Clostridium difficile*. 1997. 77 f. Dissertação (Mestrado em Ciência Florestal) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 1997.

PEREIRA, A. V. Análise da atividade antimicrobiana de taninos totais de plantas aromáticas do Nordeste brasileiro. **Revista Agrotec**, v. 36, n. 1, p. 109 – 114, 2015.

PEREIRA, D.D. *Plantas em Prosa e Poesia do Semi-árido*. Campina Grande: EDUFCG, 2005. 219 p.

PEREIRA FILHO, J.M.; VIEIRA, E.L.; KAMALAK, A. Correlação entre o teor de tanino e a degradabilidade ruminal da matéria seca e proteína bruta do feno de jurema preta (*Mimosa tenuiflora Willd*) tratada com hidróxido de sódio. **Liv. Res. Rural Dev.**, v.17, 2005.

PIZZI, A. *Tanin-Based adhesives*. Wood adhesives: chemistry and technology. New York: M.

Dekker, 1993. p. 177-246.

PIZZI, A. Advanced wood adhesives technology. New York: Marcell Dekker, p.289, 1994.

PIZZI, A. Tannins: Major Sources, Properties and Applications. In *Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources*. Elsevier, v. 8, p. 179-199, 2008.

QUINTELLA, C. M.; MEIRA, M.; GUIMARÃES, A. K.; TANAJURA, A. S.; SILVA, H. R.G. Prospecção tecnológica como uma ferramenta aplicada em ciência e tecnologia para se chegar à inovação. **Revista Virtual Química**, v.3, n.5, p. 406-415, 2011.

REED, J.D. Nutritional toxicology of tannins and related polyphenols in forage legumes. **Journal of Animal Science**, v.73, n.5, p. 1516-1528, 1995.

RIBÉREAU-GAYON, P., 1972. Plant Phenolics, **Oliver & Boyd**, Edinburgh, cap. 7, p. 169-197.

RHODES, P.L.; MITCHELL, J.W.; WILSON, M.W.; MELTON, L.D. Antilisterial activity of grape juice and grape extracts derived from *Vitis vinifera* variety Ribier. **International Journal of Food Microbiology**, v.107, p.281-286, 2006.

RODRIGUES, R.R. (Coord.). *Trilhas do parque da ESALQ: árvores medicinais*. 1996. Piracicaba: ESALQ, 1996. 28p.

RODRIGUES, N. D.; LELIS, R. C. C.; NASCIMENTO, A. M.; VIEIRA, M. C.; CARDOSO, J. C. Otimização do processo de extração taninos de *Pinus oocarpa* para manufatura de adesivos para madeira. **Sci. For.**, Piracicaba, v. 43, n. 108, p. 1013-1020, 2015.

RODRIGUES, C.G.; FERREIRA P.R.B.; OLIVEIRA C.S.M.; JÚNIOR R.R.; VALÉRIO H.M.; BRAMDI I.V.; OLIVEIRA D.A. Antibacterial activity of taninis from *Psidium guineense* Sw. (*Myrtaceae*). **Journal of Medicinal Plant Research**, v.8, p.1-5, 2014.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A.F. Planejamento de experimentos. 1. ed. Campinas - SP, 2005.

SAMPAIO, E. V. S. B.; ARAÚJO, E. L.; SALCEDO, I. H. TIESSEN, H. regeneração da vegetação de Caatinga após corte e queima, em Serra Talhada, PE. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 33, n. 5, p. 621-632, 1998.

SANTANA, M. F. S.; LIMA, A. K. V. O.; MOURÃO, M. Avaliação Prospectiva do Açaí: Análise através dos pedidos de patentes e referências bibliográficas. **GEINTEC**, v. 4, p. 437-452, 2014.

SARTORI, C.J. Avaliação dos teores de compostos fenólicos nas cascas de *Anadenanthera peregrina* (Angico-Vermelho). 2012. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira). Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2012.

SCALBERT, A. Antimicrobial properties of tannins. **Phytochemistry**, v.30, p. 3875-3883, 1991.

SEDETUR. Balanço energético do Estado de Alagoas – BEAL, 2017. Disponível em :< <http://www.sedetur.al.gov.br/images/estrutura/institucional/BEAL-2017.pdf>>. Acesso em 26 out. 2018.

SILVA, T. S. S. Estudo de tratabilidade físico-química com uso de taninos vegetais em água de abastecimento e de esgoto. 1999. 87 f. Dissertação (Mestrado em Saúde Pública) – Fundação Oswaldo Cruz, Rio de Janeiro, 1999.

SILVA, A. M. A.; PEREIRA FILHO, J. M.; SOUZA, I. S.; VIEIRA, E. L. E.; AMORIM, O.S. Aceitabilidade dos ovinos a espécies lenhosas do semi-árido paraibano. In: Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Zootecnia, 35, Botucatu, 1998. Anais... Botucatu: SBZ, 1998, p. 230-232.

SILVA, J. A. Avaliação do estoque lenhoso – Inventário florestal do Estado da Paraíba. João Pessoa: PNUD/FAO/IBAMA/Gov. da Paraíba, 1994. 27p.

SILVA, N.C. Desenvolvimento de aditivo antioxidante para o biodiesel a partir de taninos. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal do Paraná,

Curitiba, 2015.

SIMÕES, C. M. O. Farmacognosia: da planta ao medicamento. 5ª ed. Florianópolis, SC: Ed. da UFSC; Porto Alegre, 2003.

SOUZA, A. D. Otimização da extração de taninos da casca do cajueiro. 2013. 68 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal do Ceará, Ceará, 2013.

SOUZA, R. T.A. Potencial taninífero da jurema preta e do angico vermelho avaliado por diferentes métodos. 2015. 98 f. Dissertação (Mestrado em Ciência animal e pastagens), Universidade Federal Rural de Pernambuco, Pernambuco, 2015.

SOUZA, Rafael Sampaio Octaviano de et al. Jurema-Preta (*Mimosa tenuiflora* [Willd.] Poir.): a review of its traditional use, phytochemistry and pharmacology. **Brazilian Archives Of Biology And Technology**, v. 51, n. 5, p. 937-947, 2008.

TORSSEL, B.G. Natural product chemistry: A mechanistic and biosynthetic approach to secondary metabolism. New York: John Willey, 1989. 401p.

TANAC S. A. TANAC AS anuncia investimentos de US\$ 60 milhões para construir uma fabrica de pellets de madeira no Brasil. Disponível em: <<http://www.tanac.com.br/pt-br/noticia/tanac-sa-anuncia-investimentos-de-us-60-milh%C3%B5es-para-construir-uma-fabrica-de-pellets-de>>. Acesso em: 08 out. 2018.

TROPICOS.ORG. Missouri Botanical Garden. 2011. Disponível em: <<http://www.tropicos.org/Name/13036820>>. Acesso em: 11 jun. 2019.

TRUGILHO, P.F.; CAIXETA, R.P.; LIMA, J.T.; MENDES, L.M. Avaliação do conteúdo em taninos condensados de algumas espécies típicas do cerrado mineiro. **Cerne**, v. 3, n.1, p. 1-13, 1997.

VASCONCELOS. V. R. Caracterização química e degradação de forrageiras do semi-árido brasileiro no rúmeme de caprinos. 1997. 86 f. Tese (Doutorado em Zootecnia) - Universidade

Estadual Paulista, Jaboticabal. 1997.

VASCONCELOS, S. H. L.; ARAÚJO FILHO, J. A. Influência da frequência e intensidade de poda sobre a produtividade da jurema preta (*Mimosa* sp.). **Caatinga**, v. 5, n. 1-2, p. 27-34. 1985.

VÁZQUEZ, G.; GONZÁLEZ-ALVAREZ, J.; SANTOS, J.; FREIRE, M. S.; ANTORRENA, G. Evaluation of potential applications for chestnut (*Castanea sativa*) shell and eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) bark extracts. **Industrial Crops and Products**, v. 29, p. 364-370, 2009.

VIEIRA, A. M.; KACHBA, Y. R.; FRANCO, M. L. R. S.; OLIVEIRA, K. F.; GODOY, L. C.; GASPARINO, E. Curtimento de peles de peixe com taninos vegetal e sintético. *Acta Sci.* **Anim Sci.**, v. 30, p., 359 – 363, 2008.

ZHANG, L.; CHEN, J.; WANG, Y.; WU, D.; XU, M. Phenolic extracts from *Acacia mangium* bark and their antioxidant activities. **Molecules**, v. 15, n. 5, p. 3567-3577, 2010.