

## Estudo do extrato das folhas de *Syzygium malaccense* e das argilas perlita e caulinita, *in natura* e modificados

### Study of extract of *Syzygium malaccense* leaves and of the perlite and kaolinite clays, *in natura* and modified

#### RESUMO

Este trabalho tem como objetivo fazer um estudo do extrato de jambo e das argilas perlita e caulinita. O extrato das folhas de jambo foi preparado por meio de uma mistura extratora e liofilizado, as argilas foram maceradas e peneiradas. O extrato e as argilas foram caracterizados por Difractometria de Raios X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Análise Térmica. Foi realizada a reação mecanoquímica entre o extrato de jambo e a caulinita com o objetivo de intercalar o extrato na estrutura da argila, o mesmo ocorreu com a perlita. No DRX e FTIR das amostras de caulinita, houve o aumento da intensidade conforme o aumento do tempo de reação, e novos picos foram observados no FTIR. O resíduo e a perda de massa também aumentaram de acordo com o aumento do tempo de reação. O FTIR das amostras de perlita apresentou novas bandas, coincidentes com algumas bandas do espectro do extrato de jambo. O difratograma apresentou muitos ruídos e de acordo com ele não foi possível afirmar quais eventos ocorreram. A amostra caujam5h seguiu um padrão em todas as análises, já para as amostras de perlita não foi possível identificar qual foi a melhor.

**PALAVRAS-CHAVE:** Argilas. Caulinita. Extrato. Jambo. Perlita.

#### ABSTRACT

This work aims to study the extract of jambo and kaolinite clays. The extract of the leaves of jambo was prepared by means of a lyophilized, the clays were macerated and sieved. The extract and clays were characterized by X-Ray Diffractometry (XRD), Infrared Spectroscopy with Fourier Transform (FTIR) and Thermal Analysis. The mechanochemical reaction was carried out between the extract of jambo and the kaolinite in order to intercalate the extract in the clay structure, the same occurred with the perlite. In the XRD and FTIR of the kaolinite samples, there was an increase in intensity as the reaction time increased, and new peaks were observed in the FTIR. The residue and loss of mass also increased according to the increase in reaction time. The FTIR of the perlite samples showed new bands, coinciding with some bands in the spectrum of the jambo extract. The diffractogram showed a lot of noise and according to him it was not possible to state which events occurred. The caujam5h sample followed a pattern in all analyzes, but for the perlite samples it was not possible to identify which was the best.

**KEYWORDS:** Clays. Kaolinite. Extract. Jambo. Perlite.

Eloisa Regina Zanchet  
[eloisazanchet@alunos.utfpr.edu.br](mailto:eloisazanchet@alunos.utfpr.edu.br)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Eduardo Vinicius Tel  
[eduardovtel@gmail.com](mailto:eduardovtel@gmail.com)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Celly Yukari Watanabe  
[cellywatanabe@hotmail.com](mailto:cellywatanabe@hotmail.com)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Cristiane Regina Budziak Parabocz  
[cristianerb@utfpr.edu.br](mailto:cristianerb@utfpr.edu.br)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

**Recebido:** 19 ago. 2020.

**Aprovado:** 01 out. 2020.

**Direito autorial:** Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



## INTRODUÇÃO

As argilas são classificadas como materiais constituídos por partículas finamente divididas formadas essencialmente por argilominerais, um material natural, terroso, de granulação fina, que quando hidratada adquire certa plasticidade (BALDUINO, 2016). A perlita é uma rocha de origem vulcânica com uma estrutura vítrea e uma composição riolítica sendo membro da família da sílica amorfa (ALMEIDA, 2015). A caulinita origina-se a partir da transformação de uma grande variedade de minerais primários, especialmente feldspatos e micas, ou minerais secundários (SILVA; SANTANA, 2013).

O *Syzygium Malaccense* popularmente conhecido como jambo vermelho, é encontrado na região norte e nordeste e nas regiões quentes do sudeste do Brasil (NERYS et al. 2017). Esta planta tem sido usada na medicina tradicional para tratamento de doenças como diabetes, inflamações e também possui ação antimicrobiana (OYINLADE, 2014). Estudos realizados com os frutos e folhas do jambeiro destacaram um grande potencial antioxidante e um alto teor de compostos fenólicos (COSTA, 2010).

Este estudo tem como objetivo a intercalação do extrato bruto das folhas do jambo na estrutura das argilas, por meio da reação mecanoquímica, para posteriormente produzir um cosmético com a adição destas amostras, analisar o potencial antioxidante e as propriedades que as argilas fornecem para o cosmético. As análises realizadas foram a Difractometria de Raios X (DRX), a Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e a Análise Térmica, para a caracterização das amostras. O desenvolvimento do cosmético não foi realizado devido ao início da pandemia.

## MATERIAL E MÉTODOS

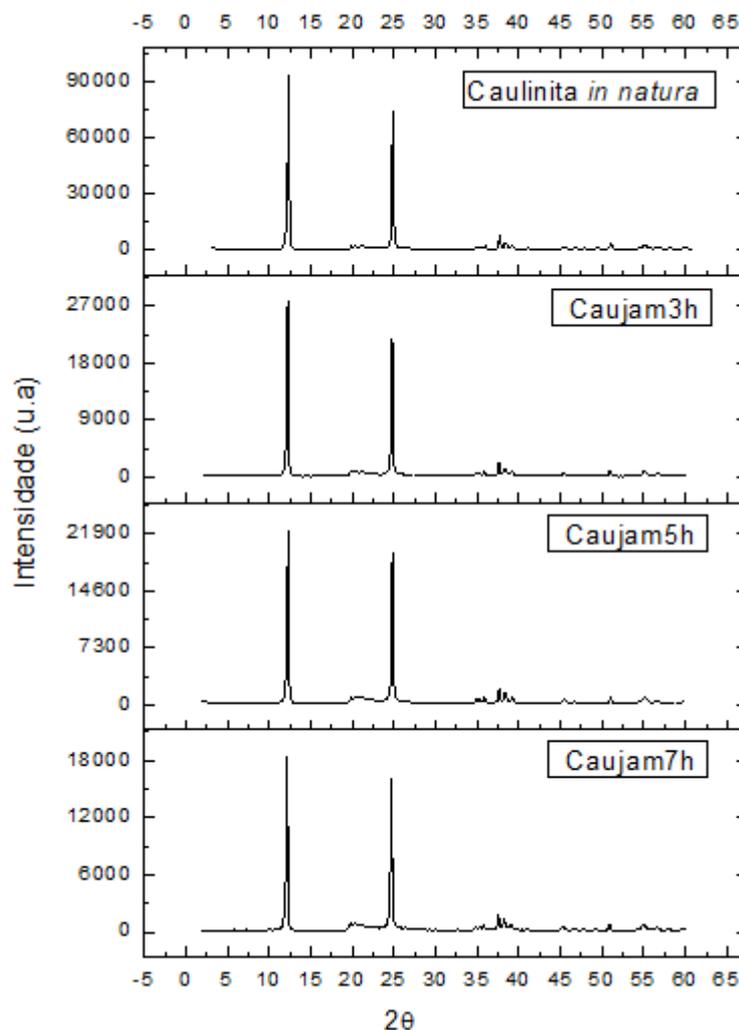
- a) **Preparo das argilas.** As argilas *in natura* foram maceradas e peneiradas, para ficarem com partículas finas e proporcionais para facilitar o processo. As amostras foram denominadas perlita *in natura* e caulinita *in natura*;
- b) **Extrato de Jambo.** As amostras foram preparadas e cedidas pela Professora Tatiane Luiza Cadorin Oldoni.
- c) **Processo de intercalação.** A intercalação foi realizada através da reação mecanoquímica em um almofariz e pistilo de ágata, onde foi adicionado 2,7 g de argila com 0,3 g de jambo, esta metodologia foi desenvolvida pelo grupo de pesquisa, juntamente com a professora Cristiane. A primeira alíquota deu-se com 3 horas de reação, a segunda alíquota com 5 horas e a terceira com 7 horas. O procedimento repetiu-se para as duas argilas. As amostras foram denominadas, Caujam3h (reação entre a caulinita *in natura* e o extrato de jambo por 3 horas), Caujam5h, Caujam7h, Perjam3h (reação entre a perlita *in natura* e o extrato de jambo por 3 horas), Perjam5h e Perjam7h.
- d) **Análises.** Todas as análises a seguir foram realizadas antes do processo de maceração com os produtos puros, para verificar a estrutura de cada um e após o processo de intercalação foram realizadas novamente para verificar se houve a intercalação ou apenas uma adsorção do extrato na

argila. Para o DRX as amostras foram caracterizadas utilizando um difratômetro de bancada, com leituras na faixa de 2 a 80° de 2θ, velocidade de 2° e voltagem de 40kV e 15mA. As amostras foram analisadas no FTIR, por meio de pastilhas de KBr, com leituras na faixa de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>, resolução 2 cm<sup>-1</sup> e 16 varreduras. As análises TG e DSC, foram realizadas em atmosfera de ar sintético, 50 mL/minuto, de 25 a 1000 °C.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1, representa os difratogramas das amostras Caulinita *in natura*, Caujam3h, Caujam5h e Caujam7h.

Figura 1 – Difractometria de raios X das amostras Caulinita *in natura*, Caujam3h, Caujam5h e Caujam7h



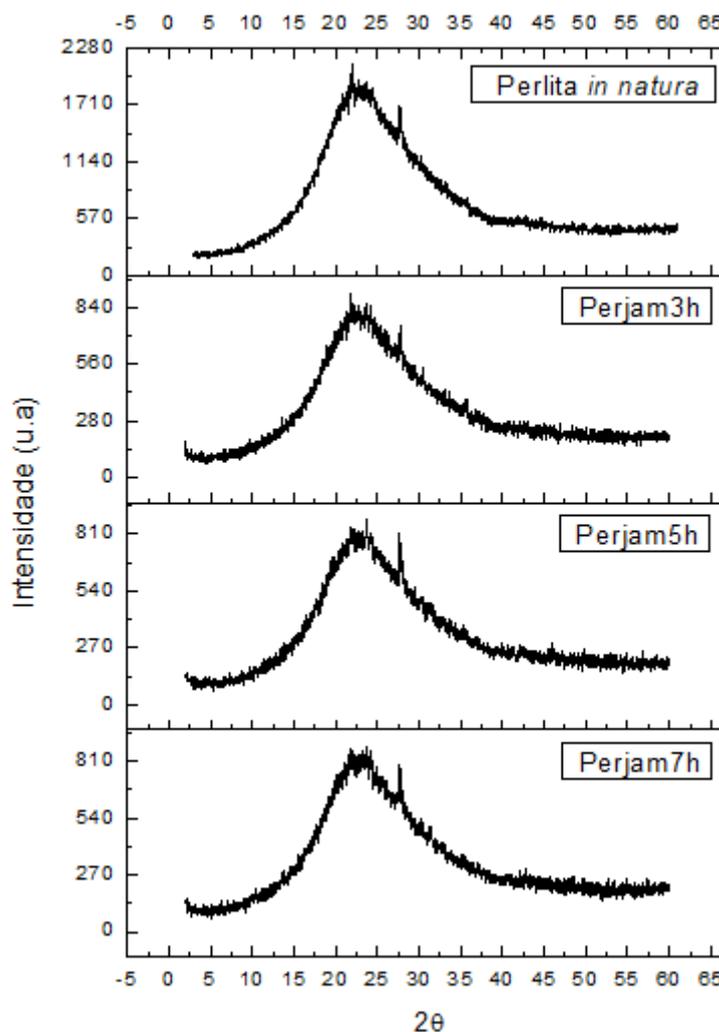
Fonte: Autoria própria (2020)

Verifica-se no difratograma acima, bandas intensas e de base estreita, estas propriedades são características de material cristalino, é observado também que

não houve deslocamento de nem um dos picos principais, portanto não pode ser afirmado se houve ou não intercalação. Não foram identificados novos picos, apenas verificou-se que as intensidades dos picos diminuíram, de acordo com o aumento do tempo de reação.

A Figura 2, representa o DRX das amostras Perlita *in natura*, Perjam3h, Perjam5h e Perjam7h.

Figura 2 – Difratometria de raios X das amostras Perlita *in natura*, Perjam3h, Perjam5h e Perjam7h



Fonte: Autoria própria (2020)

Observa-se que o material utilizado tem características de material amorfo, ou seja, apresenta baixa cristalinidade. O único pico observado em torno de 22° de 2θ, apresentou diminuição na intensidade, quando comparada a amostra de perlita *in natura* com a amostra Perjam3h. A amostra Perjam5h, também apresentou o pico menos intenso do que a amostra Perjam3h. Da amostra Perjam5h para a amostra Perjam7h, a intensidade manteve-se constante.

Na Tabela 1, pode-se observar a atribuição de algumas vibrações das amostras de Extrato de Jambo, Caulinita *in natura*, Caujam3h, Caujam5h e Caujam7h.

Tabela 1 – Atribuição das principais bandas do FTIR das amostras com caulinita

Extrato de Jambo (cm <sup>-1</sup> )	Caulinita <i>in natura</i> (cm <sup>-1</sup> )	Caujam3h (cm <sup>-1</sup> )	Caujam5h (cm <sup>-1</sup> )	Caujam7h (cm <sup>-1</sup> )	Atribuição SIDDING (2015) e PAVIA (2010)
1532	-	1532	1538	1538	Estiramento C=C de anel aromático
1446	-	1446	1446	1446	Ácido carboxílico
1377	-	1396	1399	1399	Dobramento C-H (CH <sub>3</sub> )
1313	-	1310	1311	1311	Não identificado

Fonte: Autoria própria (2020).

São verificadas novas bandas após a incorporação do extrato na Caulinita *in natura*. O extrato apresenta uma banda na região de 1532, referente ao estiramento C=C de anel aromático e as amostras após a incorporação apresentaram atividade em região próxima, caracterizadas pelas 1532 e 1538 cm<sup>-1</sup>. Outra banda verificada nas amostras após a incorporação foi na região de 1446 cm<sup>-1</sup>, característica no espectro do extrato como uma vibração do ácido carboxílico. A banda presente na região de 1377 cm<sup>-1</sup>, no espectro do extrato é referente ao dobramento C-H, bandas na região próxima como 1396 e 1399 cm<sup>-1</sup>, foram verificadas nas amostras após a reação mecanoquímica. Uma banda não identificada na região de 1313 cm<sup>-1</sup>, foi verificada tanto no espectro do extrato quanto no das amostras após a reação

A Tabela 2, mostra as principais bandas do FTIR, das amostras de Extrato de Jambo, Perlita *in natura*, Perjam3h, Perjam5h e Perjam7h.

Tabela 2 – Atribuição das principais bandas do FTIR das amostras com perlita

Extrato de Jambo (cm <sup>-1</sup> )	Perlita <i>in natura</i> (cm <sup>-1</sup> )	Perjam3h (cm <sup>-1</sup> )	Perjam5h (cm <sup>-1</sup> )	Perjam7h (cm <sup>-1</sup> )	Atribuição SIDDING (2015) e PAVIA (2010)
1532	-	1517	1517	1515	Estiramento C=C de anel aromático
1446	-	1443	1445	1444	Ácido carboxílico
1377	-	1389	1389	1389	Dobramento C-H (CH <sub>3</sub> )
1313	-	-	-	-	Não identificado

Fonte: Autoria própria (2020).

Novas bandas também são verificadas nas amostras de perlita após a reação mecanoquímica. A banda presente em 1532 cm<sup>-1</sup>, no espectro de jambo é caracterizada como estiramento C=C de anel aromático, também é possível analisar o surgimento de novas bandas nas amostras após a reação na região de 1517 e 1515 cm<sup>-1</sup>. As bandas observadas no espectro do extrato em 1446 cm<sup>-1</sup>, refere-se à vibração do ácido carboxílico e a banda em 1377 cm<sup>-1</sup>, é referente ao dobramento C-H, essas bandas foram observadas em regiões próximas nas amostras após a reação.

A Tabela 3, mostra o resíduo e a perda de massa das curvas TG e DSC, referente as amostras contendo caulinita.

Tabela 3 – Resíduo e perda de massa das curvas TG e DSC das amostras com caulinita

	Resíduo (mg)	Perda de massa (mg)
<b>Extrato de Jambo</b>	0,8227	8,6632
<b>Caulinita <i>in natura</i></b>	8,9185	1,3724
<b>Caujam3h</b>	7,5067	2,1646
<b>Caujam5h</b>	8,7142	2,6184
<b>Caujam7h</b>	7,8493	2,5007

Fonte: Autoria própria (2020)

Verifica-se que o extrato de jambo apresenta bastante água em sua estrutura, pois obteve uma perda de massa de 8,6632 mg, referente a perda de água de hidratação, enquanto o resíduo de óxidos foi apenas de 0,8227 mg, ou seja a amostra degradou aproximadamente 82% de sua massa inicial, devido a temperatura ao qual foi submetida. Para a caulinita *in natura*, observa-se que apresenta uma quantidade maior de óxidos, pois o resíduo foi 8,9185 mg e a perda de massa resultou em 1,3724 mg, verifica-se, portanto, que a amostra de caulinita *in natura*, degrada menos com a temperatura ao qual é submetida, pois apresenta uma maior quantidade de óxidos em sua estrutura, que precisam de temperaturas bem maiores para serem degradados. Comparando-se as amostras Caujam3h, Caujam5h e Caujam7h, obtidas após a reação, com a amostra de caulinita *in natura*, observa-se para as amostras após a reação, uma diminuição do resíduo e um aumento da perda de massa. Como o extrato de jambo incorporado na reação, apresentou como maior parte de sua massa, a água, é possível afirmar que o extrato influenciou nas amostras obtidas após a reação, pois anteriormente a caulinita *in natura*, possuía menor quantidade de água, e nas amostras após a reação a quantidade de água aumentou. Portanto, as amostras Caujam3h, Caujam5h e Caujam7h, degradam mais com o aumento da temperatura do que a amostra pura (caulinita *in natura*).

Na Tabela 4, é possível observar o resíduo e a perda de massa referente as amostras contendo Perlita.

Tabela 4 – Resíduo e perda de massa das curvas TG e DSC das amostras com perlita

	Resíduo (mg)	Perda de massa (mg)
<b>Extrato de Jambo</b>	0,8227	8,6632
<b>Perlita <i>in natura</i></b>	10,0142	0,2470
<b>Perjam3h</b>	8,9490	1,0854
<b>Perjam5h</b>	9,7312	1,1960
<b>Perjam7h</b>	9,2407	1,1307

Fonte: Autoria própria (2020)

Conforme mostra a Tabela 4, a perlita *in natura*, apresentou uma maior quantidade de resíduos e perda de massa comparado a amostra de extrato de jambo, logo é possível afirmar que o extrato de jambo possui água, como maior porcentagem de sua massa, assim tendo uma maior degradação com o aumento da temperatura, e a perlita *in natura*, apresenta maior quantidade de óxidos, assim precisa uma temperatura muito mais elevada, para ser degradada. Observa-se que as amostras Perjam3h, Perjam5h e Perjam7h (após a reação), apresentaram uma

maior quantidade de água, comparando-se a amostra de perlita *in natura*. É possível afirmar, que o extrato de jambo incorporado na amostra de perlita *in natura*, mostrou influencia, observadas nas amostras após a reação, que apresentaram maior quantidade de água quando comparado a amostra de perlita *in natura*.

## CONCLUSÃO

No DRX das amostras de caulinita, houve diminuição da intensidade conforme o aumento do tempo de reação. Por meio do DRX das amostras contendo perlita, observou-se a diminuição da intensidade até a amostra Perjam5h, após a intensidade manteve-se constante. Como a intensidade dos picos foram alteradas, quando comparadas as amostras *in naturas* com as amostras após a reação, é possível afirmar que houve interação do extrato com as argilas.

Por meio da técnica de FTIR, é possível afirmar que ocorreu interações entre o extrato de jambo e as argilas, caracterizadas pelo surgimento de novas bandas nos espectros.

De acordo com a análise térmica, quando observadas as amostras *in naturas* e as amostras que possuíam tanto o extrato quanto a argila, foi possível observar novas mudanças, como a porcentagem de óxidos (resíduo) e a perda de massa. Isso indica novamente a presença do extrato.

## AGRADECIMENTOS

À UTFPR e central de análises, campus Pato Branco. Também à professora Tatiane Luiza Cadorin Oldoni que colaborou na pesquisa.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, J. M. F. DE. **Aplicação da perlita expandida modificada com ortofenantrolina na remoção do negro de eriocromo T em águas residuais geradas em laboratórios de ensino de química**. 2015. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015. Disponível em:

[https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/20285/1/JanieleMayaraFerreiraDeAlmeida\\_DISSERT.pdf](https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/20285/1/JanieleMayaraFerreiraDeAlmeida_DISSERT.pdf). Acesso em: 15 fev. 2020

BALDUINO, A.P.Z. **Estudo da Caracterização e composição de argilas de uso cosmético**. 2016. Dissertação (Mestrado em ciências aplicadas à saúde) – Universidade Federal de Goiás, Jataí, 2016. Disponível em:

<https://repositorio.bc.ufg.br/tede/bitstream/tede/7044/5/Disserta%C3%A7%C3%A3o%20-%20Ana%20Paula%20Zen%C3%B3bia%20Balduino%20-%202016.pdf>.

Acesso em: 10 fev. 2020.

COSTA, M. **Estudo da atividade antioxidante de frutas tropicais exóticas sobre espécies reativas de oxigênio de importância biológica em ensaios modelos**. Dissertação (Mestrado em Biociência e Biotecnologia aplicadas à Farmácia) – Universidade Federal Paulista, Araraquara, 2010. Disponível em:

[https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/87974/costa\\_mp\\_me\\_arafcf.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/87974/costa_mp_me_arafcf.pdf?sequence=1&isAllowed=y). Acesso em: 20 fev. 2020

NERYS L. DE C.R. et al. Avaliação da atividade antioxidante de *Syzygium malaccense* e *Syzygium cumini*. **Biofísica**, p. 81-82, 2017. Disponível em: <http://pdf.blucher.com.br.s3-sa-east-1.amazonaws.com/biophysicsproceedings/biofisica2017/030.pdf>. Acesso em: 5 mar. 2020

OYINLADE, O. C. Phytochemical and Physicochemical Analysis of Three Different Types of Apples. **International Journal of Scientific Research and Reviews**, v. 3, n. 1, p. 67-78, 2014. Disponível em: [https://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:5kFSpvAUbsgJ:https://www.ijrr.org/down\\_287.php+%&cd=2&hl=pt-BR&ct=clnk&gl=br](https://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:5kFSpvAUbsgJ:https://www.ijrr.org/down_287.php+%&cd=2&hl=pt-BR&ct=clnk&gl=br). Acesso em: 18 fev. 2020

PAVIA, D. L. et al. **Introdução a Espectroscopia**. 4. ed. Cengage Learning, 2010. Disponível em: Acervo Físico. Acesso em: 04 fev. 2020

SIDDIG, M. A. Structural Characterization and Physical Properties of *Syzygium cumini* Flowering Plant. **International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology**, v. 04, n. 02, p. 2694-2699, 2015. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/277904540\\_Structural\\_Characterization\\_and\\_Physical\\_Properties\\_of\\_Syzygium\\_cumini\\_Flowering\\_Plant](https://www.researchgate.net/publication/277904540_Structural_Characterization_and_Physical_Properties_of_Syzygium_cumini_Flowering_Plant). Acesso em: 15 mar. 2020

SILVA, M. S.; SANTANA, G. P. Caulinita: Estrutura cristalina, técnicas físicas e estudo de adsorção. **Scientia Amazonia**, v. 2, n. 3, p. 54-70, 2013. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/301543196\\_Caulinita\\_Estrutura\\_cristalina\\_tecnicas\\_fisicas\\_e\\_estudo\\_de\\_adsorcao](https://www.researchgate.net/publication/301543196_Caulinita_Estrutura_cristalina_tecnicas_fisicas_e_estudo_de_adsorcao). Acesso em: 10 fev. 2020