

Incorporação do extrato bruto de *Syzygium malaccense* em argilas Halloysita

Incorporation of *Syzygium malaccense* extract in Halloysite clays

RESUMO

A Halloysita é uma argila mineral do grupo da Caulinita que se dispõe naturalmente em forma de nanotubos. O presente trabalho avalia a incorporação do extrato bruto das folhas da espécie *Syzygium malaccense* (jambo-vermelho) em diferentes frações de Halloysita (Alimentador e Fino) para aplicação em protetor solar. Para a incorporação foi utilizada a técnica de maceração através do almofariz e pistilo de ágata; amostras foram coletadas nos tempos 3h, 5h e 7h de maceração. Para avaliar a incorporação e determinar qual amostra traria melhores resultados em um protetor solar foram aplicadas as técnicas de Difractometria de Raios-X (DRX), Espectroscopia Vibracional na Região do Infravermelho (FTIR) e Análise Termogravimétrica (TGA). Conclui-se que o melhor tempo de maceração é de 5 horas, e que a Halloysita Fino apresenta uma melhor incorporação do extrato de jambo-vermelho.

PALAVRAS-CHAVE: Argila. Cosméticos. Jambo. Maceração.

ABSTRACT

Halloysite is a mineral clay from the Kaolinite group that comes naturally in the form of nanotubes. The present work evaluates the incorporation of the *Syzygium malaccense* (red-jambo) leaves extract in different fractions of Halloysite (Alimentador and Fino) for application in a sunscreen. For the incorporation, the maceration technique was used through the agate pestle and mortar; samples were collected at 3h, 5h and 7h maceration times. To evaluate the incorporation and determine which sample would bring better results in a sunscreen, the techniques of X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA) were applied. It is concluded that the best maceration time is 5 hours, and that Halloysite Fino presents a better incorporation of the red-jambo extract.

KEYWORDS: Clay. Cosmetics. Jambo. Maceration.

Eduardo Vinicius Tel
eduardovtel@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Cristiane Regina Budziak Parabocz
cristianerb@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Eloisa Regina Zanchet
eloisazanchet@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Celly Yukari Watanabe
cellywatanabe@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Recebido: 03 set. 2020.

Aprovado: 01 out. 2020.

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



INTRODUÇÃO

A pesquisa realizada dá continuidade ao trabalho anterior de caracterização de diferentes frações de argila Halloysita (Alimentador e Fino) e aplicação das mesmas na área da cosmetologia, anteriormente aplicada em sabonetes, e agora aplicada na formulação de um protetor solar.

Essas frações Alimentador e Fino se diferenciam quanto ao processo de classificação, ambas foram submetidas a um campo magnético de 14 mil gauss (para a retirada dos materiais magnéticos presentes) e também a processos de classificação abaixo de 0,44 mm, se diferem porque apenas a fração Fino foi ainda submetida a um classificador hidráulico gravitacional.

A Halloysita foi descoberta em 1826 como uma argila mineral dioctaédrica 1:1 (Al:Si) do grupo da caulinita, apresenta fórmula estrutural $Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot nH_2O$, sendo $n=2$ quando hidratada e $n=0$ quando desidratada. [1] [2]

As argilas se fazem cada vez mais importantes nas áreas da cosmetologia e medicina estética devida suas inúmeras propriedades positivas, apresenta diversos recursos como hidratar, reconstituir, desintoxicar, revitalizar, equilibrar e até mesmo curar a pele. [3]

Com o objetivo de aumentar o caráter antioxidante do protetor solar, aumentando assim a proteção da pele, incorporou-se nas argilas o extrato bruto das folhas da espécie *Syzygium malaccense*, popularmente conhecida como jambo-vermelho. [4]

MATERIAL E MÉTODOS

Para a incorporação do extrato de jambo-vermelho nas argilas, foi utilizada a técnica de maceração através do almofariz e pistilo de ágata. A proporção utilizada foi de 9:1, resultando assim em 2,7g de argila e 0,3g de extrato de jambo-vermelho. Alíquotas de 1g foram coletadas nos tempos 3h, 5h e 7h de maceração.

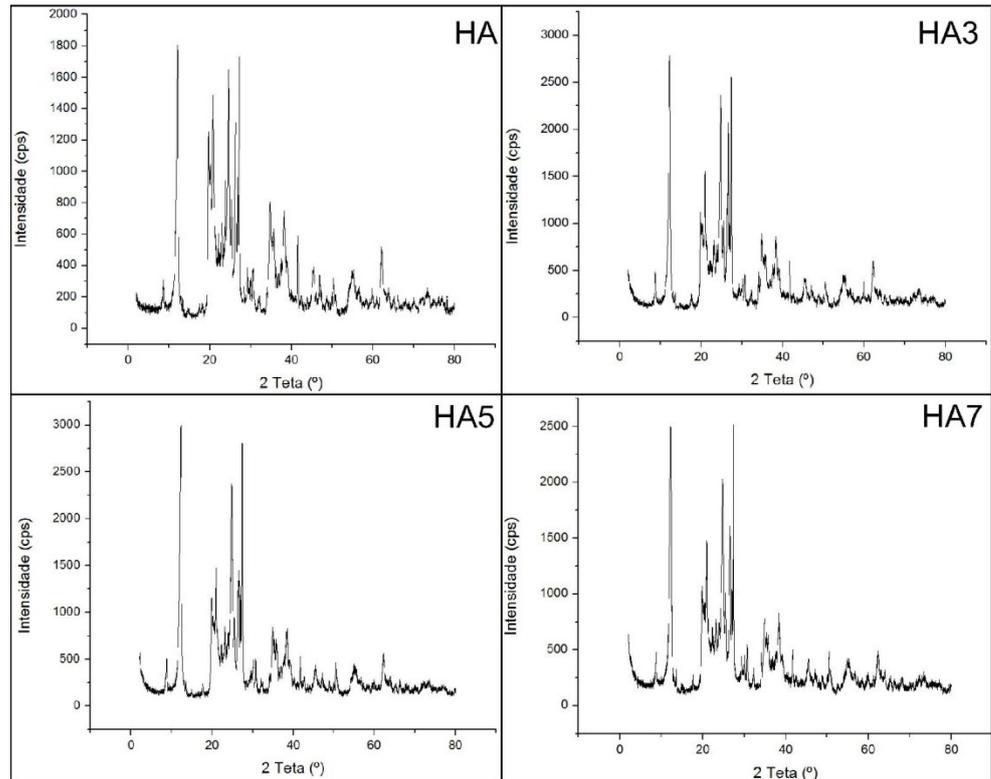
Com o objetivo de saber em qual tempo a incorporação foi mais eficiente, foram aplicadas as técnicas de Difractometria de Raios-X (DRX), Espectroscopia Vibracional na Região do Infravermelho (FTIR) e Análise Termogravimétrica (TGA).

Após concluir qual o melhor tempo de incorporação através das técnicas aplicadas, o próximo passo seria a formulação do protetor solar em si, o qual não foi possível devido à suspensão das aulas e atividades nos laboratórios por conta da pandemia do vírus COVID-19.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

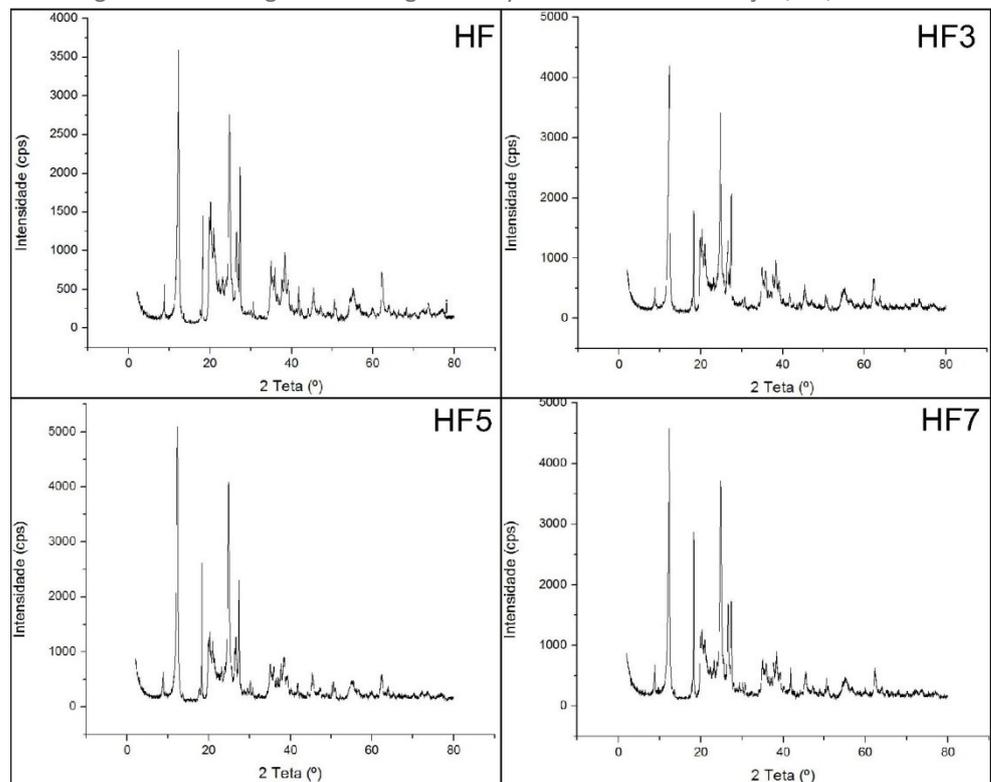
Aplicando a técnica de DRX nas amostras de argila pré-maceração e argila intercalada com extrato de jambo-vermelho, têm-se os difratogramas presentes nas Figuras 1 e 2.

Figura 1 – Difratogramas da argila Halloysita Alimentador: Pré-maceração, 3h, 5h e 7h.



Fonte: Autoria própria (2020).

Figura 2 – Difratogramas da argila Halloysita Fino: Pré-maceração, 3h, 5h e 7h.



Fonte: Autoria própria (2020).

Pode-se observar um comportamento que se repete para ambas as argilas Halloysita: a intensidade dos picos aumenta das amostras de argila pré-maceração para as amostras com 3h de maceração, aumenta novamente nas amostras com 5h de maceração, porém diminui nas amostras com 7h de maceração. Portanto, as amostras com 5h de maceração se mostram mais cristalinas, visto a maior intensidade dos picos.

Para o FTIR, faz-se importante a caracterização das vibrações dos grupos funcionais presentes nas argilas pré-maceração e no extrato de jambo-vermelho puro separadamente, para que então seja possível verificar possíveis novas interações através da maceração. Na Tabela 1 pode-se observar a atribuição das vibrações nas argilas Halloysita Alimentador e Halloysita Fino.

Tabela 1 – Atribuição dos picos de vibração FTIR para as argilas pré-maceração.

Tipo de vibração	H. Alim. (cm ⁻¹)	H. Fino (cm ⁻¹)
O–H vibração de estiramento	3696	3696
O–H interno entre as folhas tetraédricas e octaédricas	3620	3620
Si–O estiramento fora do plano, sílica amorfa	1114	1116
Si–O estiramento no plano	1032	1032
Al–Al–OH flexão	912	912
Si–O estiramento simétrico	788	790
Si–O–Al vibração	756	754
O–H translação	696	694
O–H na superfície interna	648	648
Si–O–Al deformação fora do plano	538	538
Si–O no plano de formação	470	468
Si–O flexão	430	430

Fonte: Leandro Zatta (2010). [5]

Na Tabela 2 se fazem presentes as principais vibrações atribuídas ao extrato de jambo-vermelho.

Tabela 2 – Atribuição dos picos de vibração FTIR para o extrato de jambo-vermelho

Tipo de vibração	Número de ondas (cm ⁻¹)
Alongamento O–H em compostos fenólicos [6]	3340
Grupo funcional benzeno [7]	1610
Grupo funcional ácido carboxílico [7]	1444
Grupo funcional fenol [8]	1216
Alongamento álcool primário C–O [9]	1037

Fonte: Autoria própria (2020).

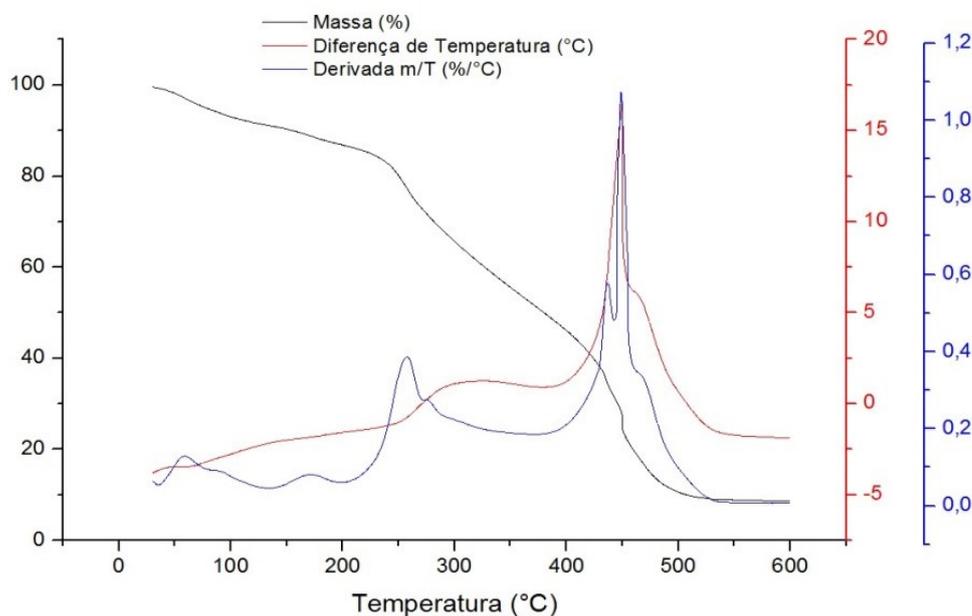
Após a incorporação do extrato na argila Halloysita Alimentador, é possível observar a existência de uma nova vibração em 1440 cm⁻¹, que é característica do grupo funcional ácido carboxílico presente no espectro FTIR do extrato de jambo-vermelho.

Para a argila Halloysita Fino, após a incorporação, além da observação de uma nova vibração em 1440 cm^{-1} (característica do grupo funcional ácido carboxílico), também é possível observar uma nova atividade na região de 3400 cm^{-1} , que é próxima da região característica de alongamento O-H em compostos fenólicos.

Com o objetivo de avaliar se existe uma mudança de comportamento da amostra com o aumento da temperatura entre as argilas pré-maceração e com extrato ativo a análise termogravimétrica foi empregada.

A Figura 3 representa a curva termogravimétrica do extrato de jambo-vermelho.

Figura 3 – Curva termogravimétrica do extrato de jambo-vermelho.

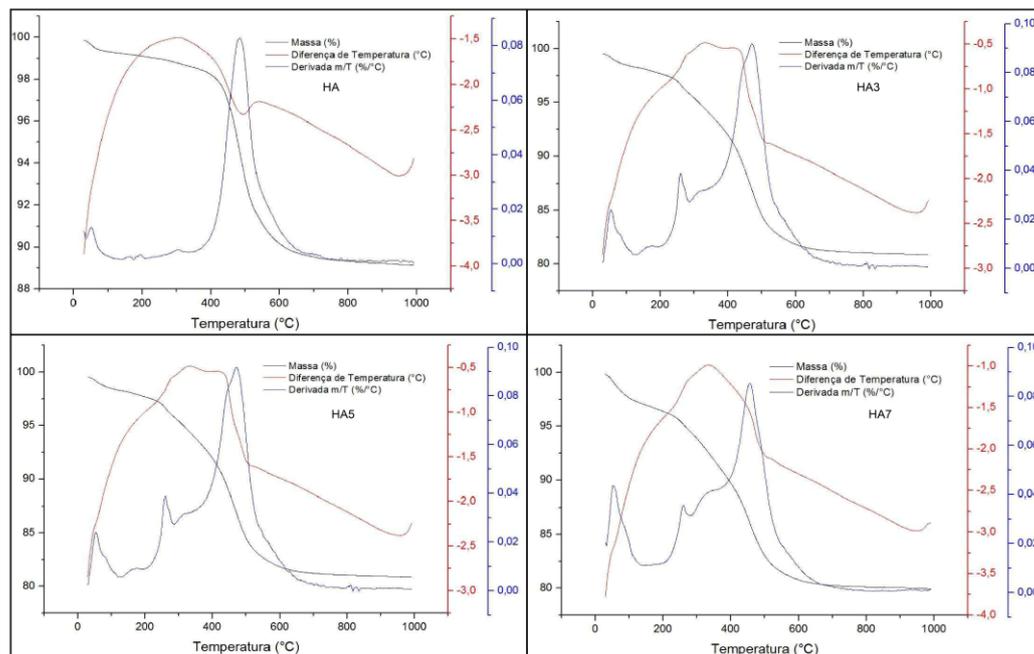


Fonte: Autoria própria (2020).

Na Figura 3 é possível observar picos nas temperaturas 257, 437 e 450 °C, e uma massa residual de aproximadamente 8% ao fim da curva.

Na Figura 4 estão representadas as curvas referentes às amostras de argila Halloysita Alimentador nos diferentes tempos de maceração.

Figura 4 – Curvas termogravimétricas da argila Halloysita Alimentador: Pré-maceração, 3h, 5h e 7h.

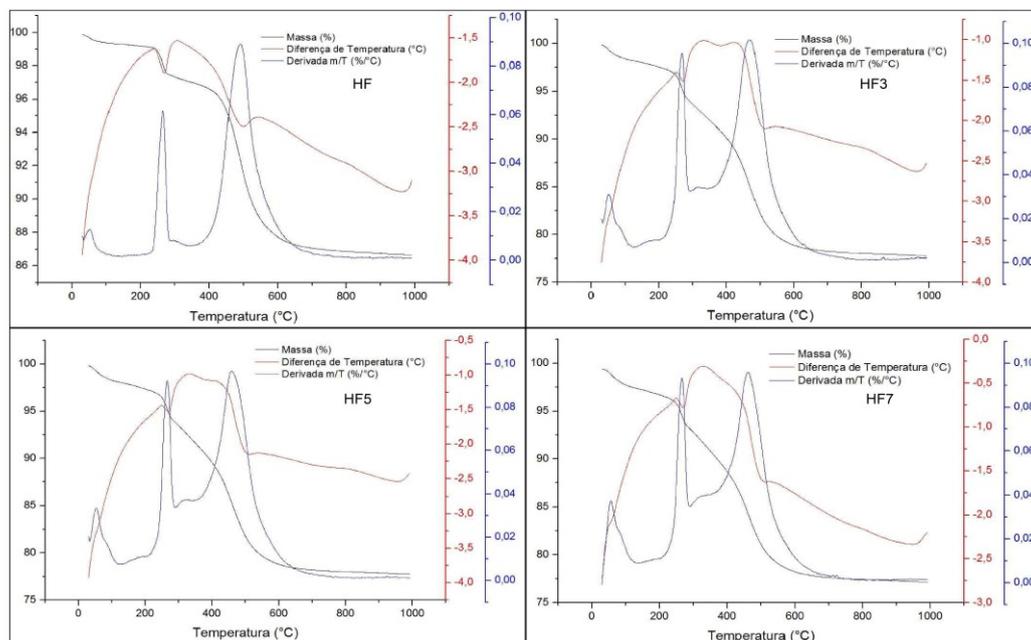


Fonte: Autoria própria (2020).

Na Figura 4, a amostra de argila Halloysita Alimentador pré-maceração termina a curva com 89% de porcentagem de massa restante, enquanto as amostras com o extrato bruto incorporado terminam a curva com aproximadamente 80% de massa. Também é importante pontuar um novo pico nas amostras que apresentam o princípio ativo, na temperatura de 260 °C, esse pico também está presente na curva do extrato de jambo-vermelho (Figura 3) e pode ser associado com a degradação da matéria orgânica.

Na Figura 5 estão presentes as curvas termogravimétricas referentes às amostras da argila Halloysita Fino.

Figura 5 – Curvas termogravimétricas da argila Halloysita Fino: Pré-maceração, 3h, 5h e 7h.



Fonte: Autoria própria (2020).

Com base na Figura 5 pode-se constatar que a massa ao final da curva da amostra de argila Halloysita Fino pré-maceração era de 86%, e com a adição do princípio ativo a porcentagem de massa final passa a ser em torno de 77%.

Diferente da amostra de Halloysita Alimentador pré-maceração, a amostra de Halloysita Fino pré-maceração já apresenta o pico em 265 °C, porém, após a incorporação do princípio ativo é possível notar o aumento da intensidade desse pico, indicando uma maior massa de matéria orgânica sendo degradada.

CONCLUSÃO

Fazendo uso da técnica de FTIR é possível observar as novas interações das argilas quando maceradas com o princípio ativo.

Com a análise termogravimétrica (TGA) também foram observadas mudanças entre as amostras com e sem a presença de jambo-vermelho, como a porcentagem de massa final e o surgimento de eventos, indicando a possível incorporação do jambo.

Utilizando a técnica de DRX podemos concluir que em ambas as argilas (Halloysita Alimentador e Halloysita Fino) as amostras com o tempo de 5 horas de maceração mostram-se mais cristalinas e são as amostras escolhidas para a formulação de um protetor solar, sendo a Halloysita Fino ainda mais recomendada, visto que se trata de uma fração mais fina da argila e foi possível uma maior incorporação da argila com o princípio ativo das folhas de jambo-vermelho.

AGRADECIMENTOS

À Job Tolentino Junior e Luiz Carlos Bertolino por disponibilizar as argilas, Tatiane Oldoni por disponibilizar o extrato de jambo-vermelho; UTFPR e Central de Análises do Campus Pato Branco.

REFERÊNCIAS

- [1] MACHADO, S. P.; DE FREITAS CASTRO, K. A. D.; WYPYCH, F.; NAKAGAKI, S. N. Immobilization of metalloporphyrins into nanotubes of natural halloysite toward selective catalysts for oxidation reactions. **Journal of Molecular Catalysis A: Chemical**, v. 283, p. 99-107, 2008.
- [2] DU, M.; GUO, B.; JIA, D. Newly emerging applications of halloysite nanotubes: a review. **Polymer international**, v. 59, p. 574-582, 2010.
- [3] HEIDEMANN, M.S.; DE CARVALHO, D. K. **O uso da argila nos tratamentos estéticos faciais: uma revisão integrativa**. TCC (Pós-graduação Estética e Bem Estar) – Universidade do Sul de Santa Catarina (UNISUL), Tubarão, 2018. Disponível em: [https://riuni.unisul.br/bitstream/handle/12345/5575/Artigo%20Morgana%2030%20de%20junho%20\(2\).pdf](https://riuni.unisul.br/bitstream/handle/12345/5575/Artigo%20Morgana%2030%20de%20junho%20(2).pdf). Acesso em: 19 mai. 2020.
- [4] SAVITHA, R.C.; PADMAVATHY, S.; SUNDHARARAJAN, A. In vitro Antioxidant Activities on Leaf Extracts of Syzygium Malaccense (L.) Merr and Perry, **Ancient Science of Life**, v. 30, n. 4, p. 110-113, 2011.
- [5] ZATTA, L. **Caulinita e haloisita “in-natura” e ativadas com ácidos minerais como catalisadores heterogêneos para esterificação (m)etílica de ácidos graxos**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2010. Disponível em: https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/23076/Dissertacao_Leandro_Zatta.pdf. Acesso em: 25 mai. 2020.
- [6] MITTAL, A. K.; BHAUMIK J.; KUMAR, S.; BANERJEE, U. C.; Biosynthesis of silver nanoparticles: Elucidation of prospective mechanism and therapeutic potential. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 415, p. 39-47, 2014.
- [7] SIDDIG, M. A.; ABDELGADIR, A. E.; ELBADAWI, A. A.; MUSTAFA, E. M.; MUSSA, A. A. Structural Characterization and Physical Properties of Syzygium cumini Flowering Plant, **International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology**, v. 4, n. 5, p. 2694-2699, 2015.
- [8] MANSUR, H. S. **Infrared Spectroscopy**. Biomaterial. 2018. Disponível em: <http://www.biomaterial.com.br/FTIR.pdf>. Acesso em: 05 jun. 2020.

[9] LENG, L Y.; NADZRI, N. B.; KHOR, C. Y.; RAZAK, N. A; SHAARI, A. R. Antioxidant and Total Phenolic Content of Breadfruit (*Artocarpus altilis*) Leaves. **MATEC Web of Conferences**, v. 150, p. 1-4, 2018.