



UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAIBA

CAMPUS CAMPINA GRANDE

CENTRO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

QUÍMICA INDUSTRIAL

GEZABEL ALVES OLIVEIRA

**PREPARAÇÃO DE PIGMENTO A BASE DE URUCUM E ARGILA CAULIM -
ACOMPANHAMENTO DA FOTODECOMPOSIÇÃO**

Campina Grande – PB

2019

GEZABEL ALVES OLIVEIRA

**PREPARAÇÃO DE PIGMENTO A BASE DE URUCUM E ARGILA CAULIM-
ACOMPANHAMENTO DA FOTODECOMPOSIÇÃO.**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de Química Industrial da Universidade Estadual da Paraíba, Campus I, como requisito parcial à obtenção do grau de Bacharel em Química Industrial.

Orientador (a): Prof^a. Dra. Maristela Alves da Silva

Coorientador: Prof. Dr. Francisco de Assis Rodrigues Pereira

Campina Grande – PB

2019

É expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano do trabalho.

O48p Oliveira, Gezabel Alves.
Preparação de pigmento a base de urucum e argila caulim [manuscrito] : acompanhamento da fotodecomposição / Gezabel Alves Oliveira. - 2019.
33 p. : il. colorido.
Digitado.
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia , 2019.
"Orientação : Profa. Dra. Maristela Alves da Silva , Coordenação do Curso de Química Industrial - CCT."
"Coorientação: Prof. Dr. Francisco de Assis Rodrigues Pereira , Coordenação do Curso de Química Industrial - CCT."
1. Pigmentos naturais. 2. Urucum. 3. Caulim. 4. Fotodecomposição. I. Título

21. ed. CDD 660

GEZABEL ALVES OLIVEIRA

Preparação de pigmento a base de Urucum e Argila Caulim- acompanhamento da fotodecomposição

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de Química Industrial da Universidade Estadual da Paraíba, Campus I, como requisito parcial à obtenção do grau de Bacharel em Química Industrial.

Área de Concentração: Adsorção

Aprovada em : 02 / 12 / 2019

BANCA EXAMINADORA

Maristela M da S.M.

Profa. Dra. Maristela Alves da Silva (Orientador)

Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Maria Roberta de Oliveira Pinto.

Profa. Dra. Maria Roberta de Oliveira

Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

IPM

Profa. MSc. Maria da Conceição Nóbrega Machado

Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Dedico esse trabalho a Deus que me guiou e iluminou o meu caminho, e aos meus pais por toda dedicação e paciência.

AGRADECIMENTOS

À Deus por chegar até aqui por que não foi fácil essa caminhada cheia de obstáculos e muitos não, mas através da fé venci mais uma etapa.

Aos meus pais que sempre acreditaram em mim e me ajudaram chegar ao fim desse percurso, e principalmente a minha mãe que teve papel fundamental nessa caminhada sempre me guiando e dando força para prosseguir independente dos obstáculos.

As minhas irmãs, Isabelly e Gizelly, pela paciência compressão durante esse percurso acadêmico.

Aos meus amigos e familiares que estiveram presente, me encorajando e me apoiando nessa caminhada, tornando mais leve.

E, a todos os amigos de graduação no qual foram importante nesse processo, em especial Igor, Amanda e Marivaldo que compartilham comigo inúmeros desafios e obstáculos durante essa caminhada árdua.

À minha orientadora Maristela pela paciência, confiança e por estar sempre presente para indicar o caminho.

Obrigada!

RESUMO

Na história, tem-se relatos sobre o processo de extração de pigmentos que eram extraídos de plantas e sementes para a produção de cores. Um exemplo disso, eram os índios que extraíam de plantas e sementes do urucum, a cor, para pintar seus corpos. Esses pigmentos por serem derivados de plantas não são tóxicos e não degradam o meio ambiente, como os pigmentos sintéticos, além de seus métodos de extração serem muitos simples. Os pigmentos naturais são utilizados para diversos fins, assim como as argilas que são utilizadas como catalisadores, na área cosmética, farmacêutica, e entre outros. Este trabalho de pesquisa teve como objetivo preparar o sistema caulim/urucum com alguns aglutinantes (gema de ovo, óleo de linhaça e cera de abelha). Inicialmente, foi realizada a extração da cor com solução alcalina de hidróxido de sódio à 0,2 M e em seguida a preparação do sistema caulim/urucum. Realizou-se a exposição do sistema caulim/urucum a luz solar e em seguida a mistura do sistema com aglutinantes. Os resultados preliminares indicam que o sistema caulim/urucum é estável a fotodecomposição (observado por 8 dias) e que dos aglutinantes utilizados o óleo de linhaça foi o que melhor homogeneizou o sistema.

Palavras-Chave: Pigmentos Naturais. Urucum. Caulim. Fotodecomposição.

ABSTRACT

In history, there are reports about the process of extracting pigments that were extracted from plants and seeds for color production. An example of this, were the Indians who extracted from the plants and seeds of the annatto, the color to paint their bodies. These pigments derived from plants are not toxic and do not degrade the environment, as synthetic pigments. Besides its extraction methods are very simple. Natural pigments are used for various purposes, as well as clays that are used as catalysts in the cosmetic, pharmaceutical and other fields. This research work aimed to prepare the kaolin / annatto system with some binders (egg yolk, flaxseed oil and beeswax). Initially, color extraction was performed with 0.2 M alkaline sodium hydroxide solution and then the preparation of the kaolin / annatto system. The kaolin / annatto system was exposed to sunlight and then mixed with binder. Preliminary results indicate that the kaolin / annatto system is photodecomposition stable (observed for 8 days) and that those of the binders used the flaxseed oil was the best to homogenize the system.

keywords: Natural Pigments. Annatto. Kaolin. Photodecomposition.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Corantes sintéticos e naturais.....	12
Figura 2- Planta Urucuzeiro.....	14
Figura 3- Plantação de Urucum.....	15
Figura 4- Sementes de Urucum.....	16
Figura 5- Flores e frutos do urucuzeiro.....	17
Figura 6- Estrutura molecular da Bixina e Norbixina	17
Figura 7- Caulim sem beneficiamento físico.....	20
Figura 8- Estrutura da caulinita.....	21
Figura 9- Fluxograma do beneficiamento físico das Sementes.....	25
Figura 10- Extração do pigmento de urucum: a) mistura da semente com NaOH e b) Filtração.....	26
Figura 11- Processo de purificação da cera.....	27
Figura 12- Difratoograma da argila caulim.....	28
Figura 13- Espectro de infravermelho:a) caulim; b) sistema caulim/urucum.....	29
Figura 14- Solução de urucum exposta durante dias a luz ambiente.....	29
Figura 15- Aglutinantes: sentido horário (cera de abelha, pó puro, gema de ovo e óleo de linhaça.....	30

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	12
2.1 Corantes e pigmentos	12
2.1.1 Corantes	13
2.2.2 Pigmentos.....	13
2.2.3 Aglutinantes	13
2.2 A história do urucum (<i>Bixa Orellana L</i>).....	14
2.2.1 A Planta urucum (<i>Bixa orellana L</i>).....	15
2.2.2 A estrutura da <i>Bixa orellana L</i>.	17
2.3 Extração do corante de urucum.....	18
2.4 Caracterização da bixina	18
2.5 Argila	19
2.5.1 A argila Caulim	20
2.6 Processos adsorptivos	21
2.6.1 Tipos de Adsorção.....	22
2.7 Fotodecomposição.....	22
3 METODOLOGIA.....	24
3.1 Preparação do caulim.....	24
3.1.1 Caracterização do caulim	24
3.1.2 Difratomia de raio X	24
3.1.3 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	24
3.2 Beneficiamento físico nas Sementes de Urucum.....	25
3.2.1 Extração da cor do urucum.....	25
3.3 Preparação do sistema Caulim-Urucum	26
3.4 Formulação dos pigmentos com aglutinantes (Gema de Ovo, Óleo de Linhaça e Cera de Abelha)	26
3.4.1 Purificação da cera de abelha	26
3.4.2 Mistura do sistema caulim/urucum com os aglutinantes.....	27
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
4.1 Caracterização do Caulim	28
4.1.1 Difratomia de raios X.....	28

4.1.2 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	28
4.2 Preparação do Sistema Caulim/Urucum	29
4.3 Preparação do Sistema Caulim/Urucum Com Aglutinantes	30
5. CONCLUSÃO	31
REFERÊNCIAS	32

1. INTRODUÇÃO

Os pigmentos começaram a ser usado pelo homem muito antes da Revolução Industrial. Há milhares de anos a humanidade utiliza-se desses pigmentos que são encontrados na natureza e o transforma, através de processos físico-químicos e processos simples como moer, misturar, secar e entre outros. Os pigmentos são apreciados pelo homem desde o início do registro da sua existência, como por exemplo, os desenhos nas cavernas que foram elaborados através desses pigmentos (ISENMANN, 2014). Consegue-se perceber um grande avanço desses pigmentos naturais na história, até os dias atuais e a sua importância nos variados setores.

A tendência atualmente demonstrada pelo mercado mundial em substituir ou restringir o uso dos corantes sintéticos, devido à sua toxicidade, por produtos provenientes de processos limpos aumentou o interesse por novas pesquisas em desenvolvimento de pigmentos naturais. Os corantes naturais são comumente encontrados na fauna e na flora, sendo considerados seguros por não serem tóxicos e nem carcinogênicos. Na história da humanidade há diversos relatos que os pigmentos eram extraídos de plantas e sementes para a reprodução das cores. Por exemplo, os índios que extraíam da semente do urucum a cor e pintavam seus corpos com o mesmo, demonstrando que o Urucum não é tóxico além de ser um recurso natural renovável e não prejudica o meio ambiente como os pigmentos sintéticos. No entanto, apesar desses corantes serem superiores aos corantes sintéticos quanto à segurança (não tóxicos e nem carcinogênicos), em muitos casos, não é satisfatório para o seu uso comercial, pois ainda apresentam alguns problemas, principalmente os decorrentes da instabilidade à incidência direta da luz e oxigênio. Várias técnicas vêm sendo utilizadas visando à estabilização de corantes naturais como a microencapsulação, complexação, adsorção, entre outras (DIAS, 2010).

O urucum é um dos principais corantes naturais utilizados pela indústria mundial. Porém, o pigmento principal do urucum é o caratenóide bixina que representa 80% dos caratenóides que estão presente na semente, a sua cor varia entre o vermelho e o amarelo (ALVES, 2005). A concentração da bixina é encontrada nas camadas externas da semente, portanto o pigmento corante está localizado na superfície dessas sementes facilitando o processo de extração e utilizando solventes e soluções alcalinas para esse processo de extração da cor (CUNHA, 2008). Neste trabalho, foi utilizado pigmento extraído das sementes do urucum (*Bixa orellana L.*) com hidróxido de sódio (NaOH) para

formação do sistema Caulim-Urucum objetivando estudar a fotodecomposição através da exposição a luz ambiente de formulações do pigmento com aglutinantes tais como: gema de ovo, óleo e cera de abelha.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Corantes e pigmentos

Corantes e pigmentos começaram a ser usados pelo homem a milhares de anos. O registro mais antigo de uso de corante natural foi encontrado na China. Sabe-se que os caçadores do Período Glacial pintavam com ocre, fuligem e sumos de frutas as paredes das cavernas, pinturas como essas resistiram ao tempo. (GOMES, 2018).

No início do século XIX a indústria de corantes mudou completamente, e foi através da revolução industrial que a sociedade agrícola começou a tomar novos rumos, como a indústria têxtil vinha ganhando muito espaço, houve uma demanda muito grande de produtos químicos para beneficiar, branquear e tingir. Dessa forma, os corantes naturais não supriam mais a demanda. Em 1856 surgiu o primeiro corante sintético pelo inglês William Perkin, a partir daí começou uma intensa e revolucionara inovação tecnológica na indústria química para sintetizar diferentes corantes. No final do século XIX, já existiam muitas fábricas de corantes sintéticos em países como Alemanha, Inglaterra e França. Com cerca de duas mil cores sintéticas à disposição (MARTINHO, 2011). A Figura 1 apresenta alguns corantes sintéticos e naturais.

Figura 1- Corantes sintéticos e naturais



Fonte: <http://portalcultura.com.br/node/34666>, 2013.

2.1.1 Corantes

Os corantes consistem em um grupo de moléculas orgânicas, que são capazes de absorver em uma faixa de comprimento de onda na região do visível (COSTA, 2019). São substâncias solúveis que são retidas em matérias por adsorção, dissolução, ligações química iônicas ou covalentes. Esses corantes são classificados como corante natural e sintéticos. Os corantes naturais são extraídos de plantas, animais e minerais, enquanto os artificiais são sintetizados em laboratórios em uma variedade de cores e com uma estrutura química mais definida.

2.2.2 Pigmentos

Os pigmentos são materiais sólidos, insolúvel no meio, e é utilizado para conferir a cor, opacidade e características de resistência (FAZENDA, 2009). Os pigmentos são classificados como orgânicos e inorgânicos, naturais, artificiais ou sintéticos. Os pigmentos inorgânicos são substâncias que apresentam uma excelente estabilidade térmica e química, e possuem estrutura cristalina. A estrutura do mesmo é formada por uma rede hospedeira, na qual se integra o componente cromóforo e seus componentes modificadores, que estabilizam, conferem ou reafirmam as propriedades dos componentes. Os pigmentos orgânicos não apresentam características anticorrosivas, tem uma ótima durabilidade e propriedades que não modificam a cor, mesmo ela sendo exposta ao ambiente. Apresentam brilho, baixa densidade e tem fraca resistência aos raios ultravioletas e alta resistência térmica (CASQUEIRA, et al., 2008).

2.2.3 Aglutinantes

Os aglutinantes são substâncias adicionadas aos pigmentos, que unem essas partículas formando uma liga, como por exemplo óleos, ceras e resinas. Pode-se determinar a sua especificidade nas tintas a óleo, acrílicas dentre outras. As tintas naturais líquidas tem como diluente água e seus aglutinantes que devem ser incolores para que não ocorram alteração nas cores (SOARES, et al., 2018).

2.2 A história do urucum (*Bixa Orellana L*)

O urucum é um pigmento vermelho de uso milenar entre os índios amazônicos, que extraíam da semente de urucum o corante para pintura dos rostos para rituais e celebrações, e, posteriormente adotado pelos colonizadores europeus. O nome urucum é de origem indígena Uru-ku que significa vermelho. A *Bixa Orellana L* é o nome científico que foi dado em homenagem a Francisco de Orellana, que era membro da expedição de Francisco Pizarro e o explorador espanhol que navegou pelo rio Amazonas. Devido a sua ampla expansão geográfica o urucum é conhecido por vários nomes pelo mundo (CARVALHO, 2014). A Figura 2 apresenta uma planta de urucuzeiro.

Figura 2- Planta Urucuzeiro



Fonte: <https://www.floresefolhagens.com.br/urucum-bixa-orellana/>, 2018.

No Brasil, essa planta é conhecida por vários nomes: urucum, urucu, urucu-bravo, bixa, além de seus nomes indígenas. Na América espanhola é conhecida por achiote, anoto, achote, uruca entre outros. Na Espanha é chamada de bija, e na França de rocuyver. Os habitantes da América Central e Sul utilizavam o corante dessas sementes para tingir artefatos de caça, pesca e enfeites de guerra (SILVA, et al., 2018).

Os nativos da América do Sul utilizavam resinas, óleos e gorduras que eram extraídas de animais e plantas, para a preparação do corante de urucum. A utilização desses materiais ajudava como reforço à ação protetora do urucum contra os insetos. Os processos artesanais para obtenção do corante através das sementes do urucum, que foi aprendido com os índios continuaram por longo tempo. Os Astecas também usavam o pigmento de urucum para dá consistência e aparência a uma bebida que era preparada a partir do cacau. No século XVIII os ingleses descobriram que o urucum seria um corante muito útil para a fabricação dos seus queijos. Além disso, também foi o primeiro corante de origem vegetal a ser vendido em grande escala na Europa (CARVALHO, 2014).

2.2.1 A Planta urucum (*Bixa orellana* L)

O urucuzeiro (*Bixa orellana* L.) é uma planta da família Bixácea que é representada pelo gênero *Bixa*. É um arbusto nativo da América Tropical e pertencente também a região amazônica. É uma árvore pequena que pode chegar a atingir uma altura de três a seis metros, é conhecida no Brasil por urucum, urucu, urucu-bravo e bixa, conforme mostrado na Figura 3 (SILVA, 2006).

Figura 3- Plantação de Urucum



Fonte: <https://www.brasilandia.ms.gov.br/exibe.php?id=415>, 2018.

A cor do pigmento é devido às moléculas que estão presente na semente do urucum, bixina e norbixina. Porém, o principal pigmento é o carotenóide de bixina que representa 80% dos carotenóides totais, a cor vermelha ocorre pela presença da molécula

bixina, que é solúvel em óleo. A norbixina é um ácido dicarboxílico, produto da hidrólise da bixina. São compostos bastante polares e úteis em produto a base de água (MARIA, 2018). As sementes do urucum são utilizadas para a comercialização de grãos que são moídos para a obtenção dos pigmentos em diversas áreas. Como é produto natural, os corantes não causam riscos e nem danos à saúde humana ao contrário dos corantes sintéticos. Destacando-se a importância da semente de urucum nas áreas de cosméticos, de tintas, alimentícias, farmacêuticas e têxteis (CARVALHO, 2014).

O urucuzeiro consegue se adaptar a diversos tipos de solos mais profundo, drenado e com uma textura mais argilosa e com pH entre 5,5 a 7, e com bons níveis de cálcio, magnésio e ausência de alumínio (HUSSAR, 2004). O processo de maturação das cápsulas tem uma duração média entre 3 a 4 meses e a colheita é realizada de forma manual. A cor dessas cápsulas varia durante o período de maturação, mas quando essas cápsulas apresentam uma cor castanha avermelhada, podemos dizer que se encontram no seu estado de maturação ideal para colheita (Figura 4). A maturação da cápsula é essencial pois influencia no produto final (MARIA, 2018).

Figura 4 - Sementes de Urucum



Fonte: <https://www.soflor.com.br/produto/urucum-sementes/>, 2019.

Os frutos, são cápsulas com espinhos que reveste a casca do fruto e suas sementes que são pequenas e revestidas pelo o arilo, em uma finíssima película que vai estar presente o corante vermelho. Dependendo do tipo e variedade, essas cápsulas podem conter de 30 a 50 sementes (CASTRO et al., 2009). Nas regiões mais chuvosas a planta floresce e frutifica durante todo ano. A suas folhas são cordiformes, pontudas e dentadas,

e com dimensões médias, e uma coloração verde clara. Suas flores são hermafroditas com tonalidade rósea com pétalas nas extremidades dos galhos, formando o fascículo (Figura 5).

Figura 5 - Flores e frutos do urucuzeiro

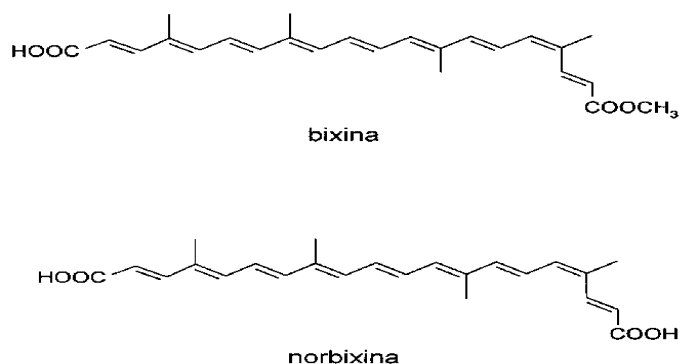


Fonte: <https://revistanatureza.com.br/curiosos-frutos/>, 2018.

2.2.2 A estrutura da *Bixa orellana* L.

A *bixa orellana*, é constituída, em sua maioria, por carotenóides de bixina e norbixina, onde a bixina encontra-se em maior porcentagem. A bixina é o principal pigmento da semente do urucum. Pode-se observar na Figura 6.

Figura 6 – Estrutura molecular da Bixina e Norbixina



Fonte: <https://www.researchgate.net/figure/>

2.3 Extração do corante de urucum

Os processos de extração do corante das sementes de urucum podem ser por um processo físico-químico ou mecânico (através de atrito ou raspagem), por utilização de óleos vegetais, soluções alcalina aquosa, solventes e enzimas, através dos quais se obtém a bixina que é lipossolúvel e os sais da norbixina que são hidrossolúveis (WISSMANN, 2001).

A soluções alcalinas de hidróxido de sódio e potássio consegue converter a bixina em norbixina (solúvel em água). A bixina é um carotenóide natural do urucum, já a norbixina ocorre através de uma transformação química da molécula (MARIA, 2018).

2.4 Caracterização da bixina

A bixina foi isolada em 1825 pela primeira vez por Jean Baptiste Boussingault. No entanto, a sua estrutura somente foi elucidada em 1961, através de análises de ressonância magnética nuclear feita por Barber. Os carotenóides estão na natureza sob a forma mais estável que é a sua configuração *trans*. Entretanto alguns estão na forma *cis* que ocorre naturalmente. Um dos mais importante pigmentos vermelho presente na semente de urucum é os carotenóides oxigenados alfa-bixina, que é conhecido como a *bixina cis* (VERÍSSIMO, 2003).

A caracterização deve-se em parte à isomerização e a formação de produtos de degradação que ocorrem durante ao processo de manipulação do composto, a bixina é facilmente analisada por espectrofotometria na faixa ultravioleta-visível. Os carotenóides tem um sistema de duplas ligações conjugadas e confere uma alta absorvidade no intervalo 300-500 nm e o seu pico de absorção ocorre 470 nm quando se solubiliza em clorofórmio, que apresenta uma coloração com tonalidade amarela e vermelha (TAKAMOTO, 2015).

O processo de absorção da luz pelos carotenóides ocorre na presença de ligações duplas de carbono. É uma série de duplas ligações conjugadas que chamamos de cromóforos. A luz quando é absorvida pela molécula, uma parte da energia do fóton é transferida para o mesmo, essa molécula que está absorvendo a energia é levada do estado de menor para um estado de energia maior. Esse resultado de absorção de energia é

conhecido e corresponde as bandas de absorção dos espectros de absorbância. A espectroscopia de UV-Visível é uma técnica bastante importante para as análises dos carotenóides, pois nos fornece informações sobre a presença de carbonilas, anéis e os efeitos isoméricos. A absorção dessa energia chega a um valor crítico, ocasionando um rompimento das ligações duplas e a formação de compostos que contribuem para atenuação da cor (SILVEIRA, 2007).

O espectro de absorção dos carotenóides apresentam três picos, os dois últimos apresentam maior intensidade. Cada uma das moléculas apresenta um pico de absorção em comprimento de onda específico. Os isômeros são diferenciados quando comparados com a absorção relativa dos dois últimos picos. Segundo TAKAMOTO (2015), na identificação da bixina por espectrofotometria considera-se: a localização do pico de absorção que nos informa sobre a estrutura da molécula; a intensidade do pico de absorção relacionada com a estrutura e a concentração do carotenóides tornando-se possível a quantificação do mesmo.

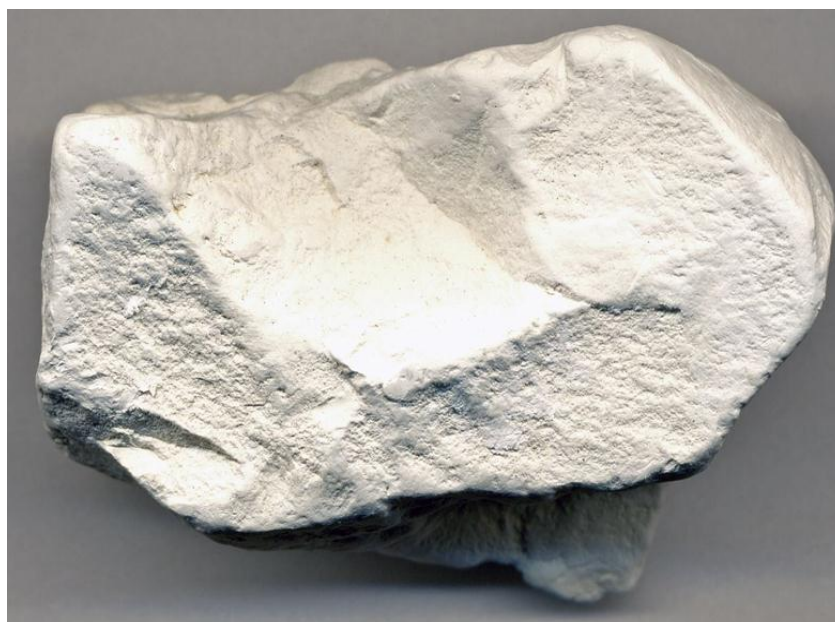
2.5 Argila

A argila origina-se da decomposição do solo através de ações e transformações físico-químicas do ambiente natural, que ocorre através dos anos que é também decorrente da sedimentação de partículas que são transportadas pela água da chuva e ventos. É um mineral de rochas sedimentares que são compostas de grãos finos de silicatos de alumínio associados a óxidos que conferem a diversas propriedades. As argilas podem ser aplicadas como catalisadores, fertilizantes, tijolos refratários, adsorventes, agente de filtração, etc. Essa ocorrência é devido as variedades e propriedades que as argilas apresentam, como adsorção, propriedade reológicas e coloidais. Porém, essas aplicações só serão possíveis após a modificação superficial das argilas cujo principal objetivo é a obtenção das argilas organofílicas (PAIVA, et al., 2008).

2.5.1 A argila Caulim

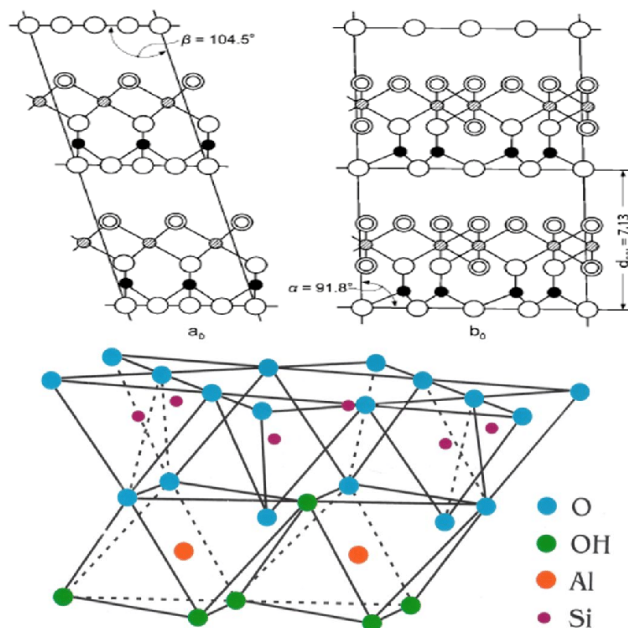
De acordo com Benvindo et al. (2008), o caulim é uma argila branca formada basicamente pela caulinita. A cor branca desse mineral está relacionado ao baixo teor de ferro. O caulim é uma rocha de granulometria muito fina que é constituída de um material argiloso. A Figura 7 apresenta uma um bloco da argila caulinita.

Figura 7 – Caulim sem beneficiamento físico



Fonte: <https://www.wikiwand.com/pt/Caulinita>, 2017.

A caulinita é o principal componente do caulim, apresentando a haloisita como componente secundário. O caulim é composto de silicatos de alumínio hidratado, cuja composição química é: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, contendo outros elementos sob forma de impurezas como areia, quartzo, óxidos de ferro, titânio, entre outros. As haloisitas e meta-haloisita são uma variedade de polimorfos da caulinita com um sistema de cristalização diferenciado (BENVINDO, et al., 2000). A Figura 8 apresenta a estrutura da caulinita, formado por camadas tetraédrica e octaédrica (1:1).

Figura 8 – Estrutura da caulinita

Fonte: <https://www.google.com/search>, 2018.

2.6 Processos adsorptivos

Um dos processos mais utilizados para a inserção de pigmentos em argilas é a adsorção. Adsorção é um processo de transferência de massa em sólidos concentrados na superfície de algumas substâncias existente nos fluidos gasosos ou líquidos, que ocorre a separação destes componentes. Os componentes adsorvido se concentram sobre essa superfície externa, porém se a superfície externa for maior por causa da massa mais favorável vai ser o processo de adsorção (NASCIMENTO, 2014). Este processo tem duas fases: a sólida (adsorvente) a líquida ou gás contendo espécies dissolvidas que serão adsorvidas (adsorvato), devido a afinidade do adsorvente com sua espécie do adsorvato. O adsorvato é atraído pelo sítio ativo até atingir o equilíbrio. É um fenômeno considerado complexo que depende de algumas condições operacionais como por exemplo, o pH, a força iônica, o tamanho da partícula do adsorvente e a temperatura (CLARA, 2017).

A adsorção é explicada termodinamicamente pela existência de suas forças de atração que são perpendiculares ao plano de superfície da fase sólida, que apresenta instaurações. Na adsorção a um processo de separação, que está baseada em três

mecanismos: o mecanismo estérico, o de equilíbrio e o cinético. No mecanismo estérico os poros do material adsorvente tem dimensões e características que permite determinadas moléculas, excluindo as demais. O mecanismo de equilíbrio se difere dos sólidos, pois acomoda diferentes espécies de adsorvatos. Porém o mecanismos cinético é baseado em diferentes difusividades de diferentes espécies no poros adsorventes (NASCIMENTO, 2014).

2.6.1 Tipos de Adsorção

Dependendo das forças de ligação das moléculas envolvidas, o processo de adsorção é classificado em: adsorção física e adsorção química. A adsorção física ou fisissorção, está relacionada a uma ligação do adsorvato na superfície do adsorvente que ocorre a uma interação relativamente fraca, e é atribuída as forças de Van der Waals que é, parecido às forças de coesão molecular. Na adsorção química ou quimissorção a molécula ou o átomo se liga a superfície do adsorvente através de ligações químicas. Essas ligações de interação entre o adsorvente e o adsorvato são ligações químicas fortes, porém essas ligações são rompidas e formadas em um processo irreversível (CLARA, 2017).

Portanto, essas moléculas não são atraídas em todos os pontos da superfície, se dirigem apenas para os centros ativos e que envolve apenas a primeira camada, pois esse tipo de adsorção é específica e depende da natureza química das espécies. As adsorções físicas e químicas são bem diferentes, entretanto esses mecanismos são completamente independentes (NASCIMENTO, 2014).

2.7 Fotodecomposição

A fotodecomposição é um processo de decomposição por meio da luz solar. A fotodecomposição ocorre através do vapor da água por luz UV que é uma importante fonte para o oxigênio (CHANG, et al.). Uma reação quando iniciada pela ação de fótons é chamada de reação fotoquímica. Os corantes naturais embora, superiores em relação à proteção em comparação aos corantes sintéticos, são menos estáveis. A perda da

coloração desses compostos é explicada por um processo conhecido como foto-oxidação, que é irreversível e envolve diretamente os pigmentos receptores de luz, os quais, ao absorverem a luz ficam muito tempo excitados e interagem com o O_2 produzindo radicais livres, podendo destruir os pigmentos.

3.METODOLOGIA

3.1 Preparação do caulim

A argila utilizada foi o caulim de rejeito de uma mineradora da região do Junco do Seridó - Paraíba. A argila foi seca em estufa a 70 °C. Em seguida, foi peneirada em uma peneira ABNT #200.

3.1.1 Caracterização do caulim

O caulim foi caracterizado difratometria de raio X e por infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).

3.1.2 Difratação de raio X

A análise de difratometria foi realizada no laboratório de avaliação de Desenvolvimento de Biomateriais (CERTBio) localizado na Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, campus Campina Grande. O equipamento utilizado foi o Shimadzu XRD 6000. Os detalhes operacionais da técnica foram definidos como segue: Radiação $K\alpha$ de cobre a 40 kV / 30 mA, com uma velocidade de 2°min⁻¹ e um passo de 0,02° na faixa de 2 θ varredura de 2° a 50°.

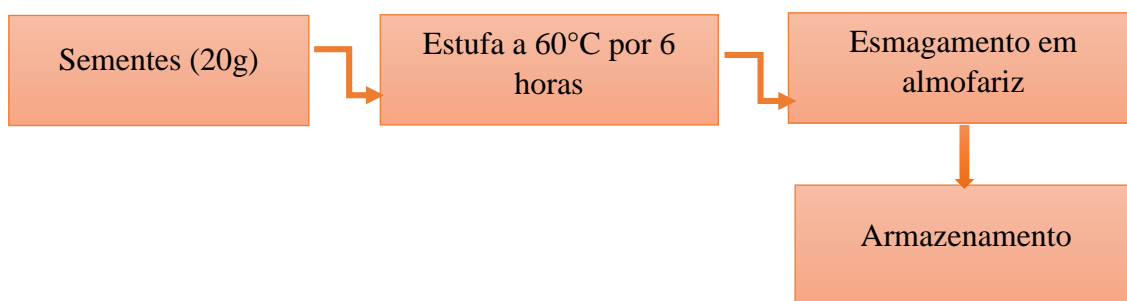
3.1.3 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

As análises de espectrometria foram realizadas no laboratório de Avaliação de Desenvolvimento de Biomateriais (CERTBio), localizado na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). O equipamento utilizado foi o spectrun 400 da marca Perkin Elmer, com comprimento de onda de 4000 – 600 cm⁻¹.

3.2 Beneficiamento físico nas Sementes de Urucum

As sementes utilizadas nesse trabalho foram adquiridas no comércio local da cidade de Paulo Afonso–Ba. Para o processo de secagem 20 gramas de sementes foram colocadas em estufa a 60 °C por 6 horas. Após este período, as sementes foram esmagadas em almofariz em tamanhos aleatórios e colocadas em tubos de plásticos. Estes tubos foram cobertos com folhas de alumínio para evitar o contato com a luz. O Fluxograma da Figura 9 mostrar o beneficiamento das sementes.

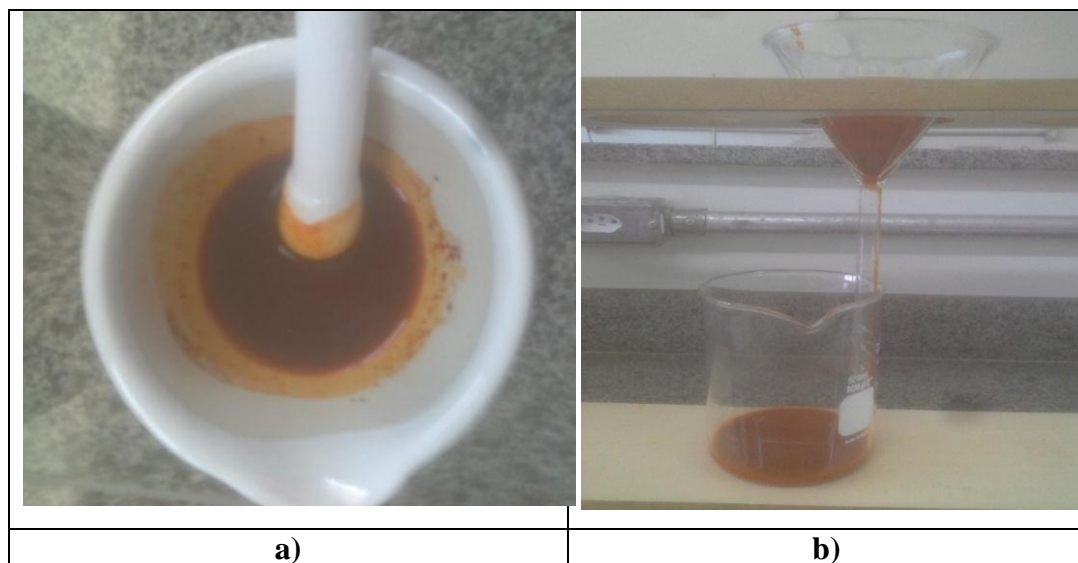
Figura 9- Fluxograma do beneficiamento físico das Sementes



3.2.1 Extração do pigmento do urucum

A extração foi realizada colocando-se em um almofariz 2g da semente de urucum obtida no item 3.2. e adicionando-se 5 mL de hidróxido de sódio (NaOH) a 0,02 MolL⁻¹. Foi realizado o maceramento e adicionado 40 mL de água. Em seguida, a solução foi filtrada e o filtrado foi reservado para a etapa seguinte, conforme mostra a Figura 10.

Figura 10 - Extração do pigmento de urucum: a) mistura da semente com NaOH e b) Filtração



Fonte: Própria, 2019.

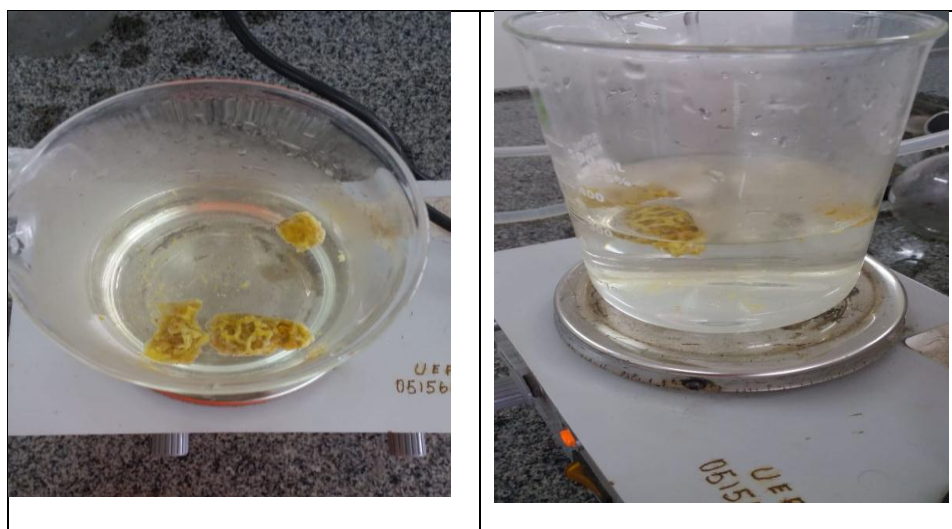
3.3 Preparação do sistema Caulim-Urucum

Para a preparação do sistema caulim-Urucum, 1g de caulim obtido do item 3.1 foi adicionado a 20 mL da solução preparada no item 3.2.1. Após homogeneização da argila com a solução transferiu-se para a uma placa de Petri, ficando a mesma exposta a luz ambiente por 8 dias. Acompanhou-se a secagem fazendo-se o registro a cada 24 horas.

3.4 Formulação dos pigmentos com aglutinantes (Gema de Ovo, Óleo de Linhaça e Cera de Abelha)

3.4.1. Purificação da cera de abelha

Para o processo de obtenção e purificação da cera, pesou-se 4,25 g da cêra de mel em um Becker e adicionado 300 mL de água. Em seguida, levou-se para aquecimento até fervura, quando ocorre o processo de derretimento da cêra, conforme mostra a Figura 11.

Figura 11 - Processo de purificação da cera

Fonte: Própria, 2019.

3.4.2. Mistura do sistema caulim/urucum com os aglutinantes

Para a mistura do sistema caulim/urucum com os aglutinantes 0,4 gramas do pó foram misturados com 0,5 mL de óleo de linhaça ou gema de ovo (peneirada). Foi realizada uma mistura física em placa de Petri e deixado em ambiente aberto. Para o aglutinante cera de abelha, após o derretimento da mesma adicionou-se uma quantidade suficiente para homogeneizar o pó do sistema caulim/urucum.

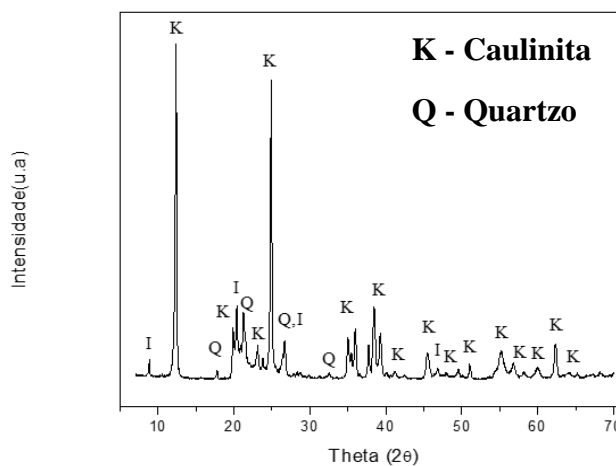
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do Caulim

4.1.1 Difratometria de raios X

A Figura 12 apresenta o difratograma da argila caulim da região do Junco do Seridó – PB. Observa-se que a caulinita (K) é o argilomineral predominante na estrutura do sólido. Pequenos picos de quartzo (Q) também pode ser observado, porém com baixa intensidade.

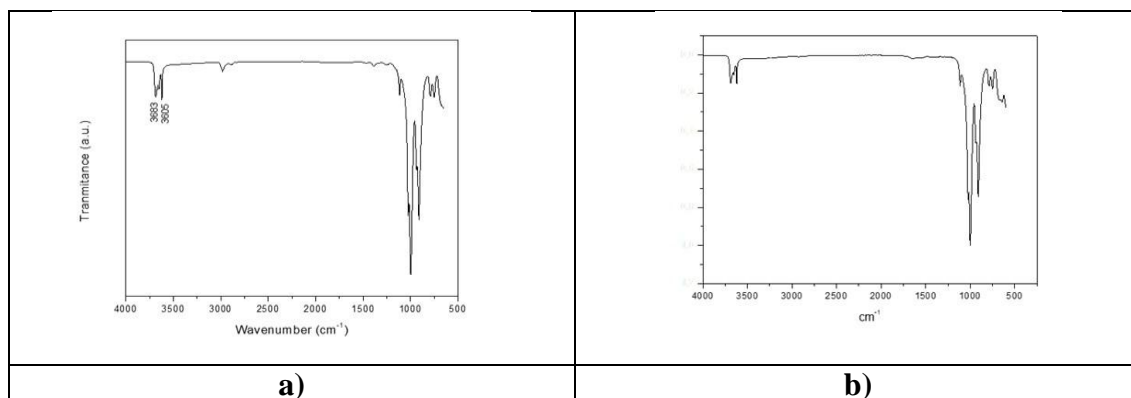
Figura 12 - Difrátograma da argila caulim



4.1.2 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 13 (a e b), apresenta os espectro de infravermelho do caulim antes da incorporação do pigmento extraído das sementes de urucum. Embora a quantidade de bixina extraída tenha sido considerável, não foi observado qualquer modificação ou aparecimento de bandas referente a bixina.

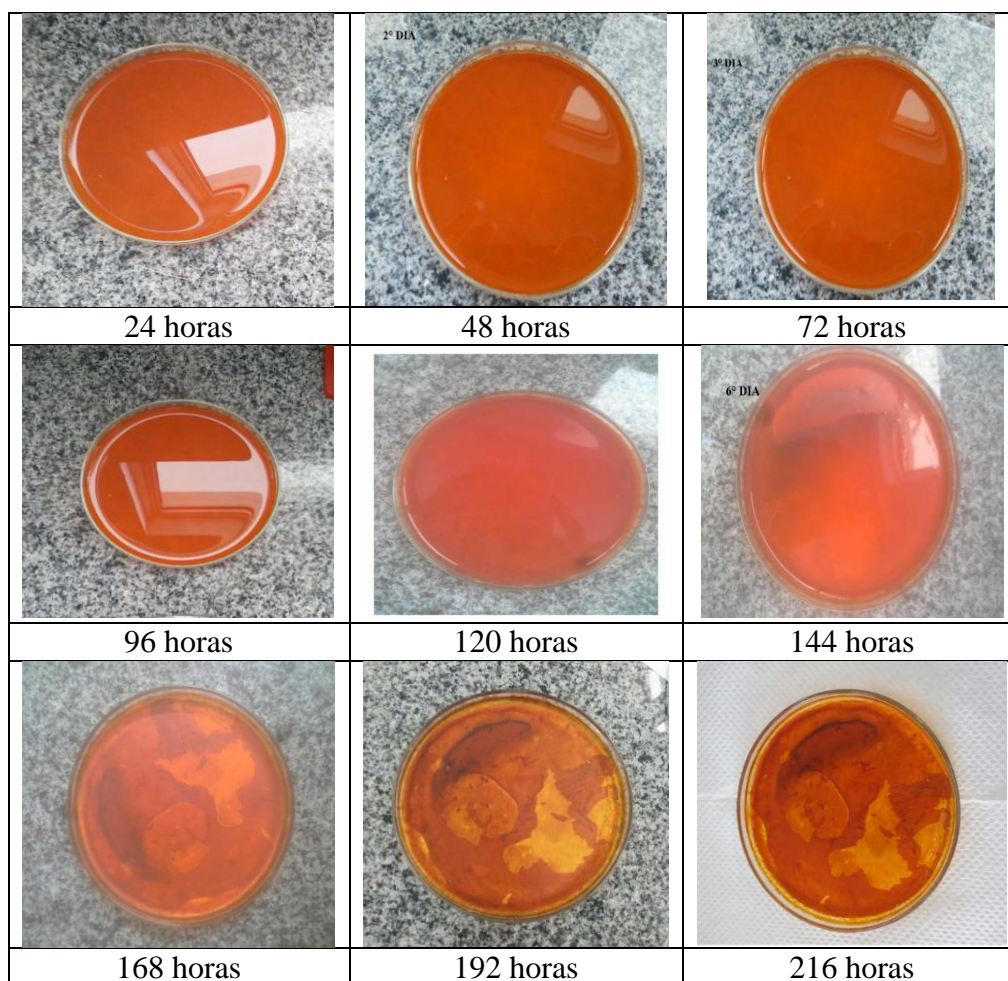
Figura 13 – Espectro de infravermelho: a) caulim; b) sistema caulim/urucum



4.2 Preparação do Sistema Caulim/Urucum

A Figura 14 mostra a sequência de tempo do sistema caulim/urucum com tempo máximo de 8 dias.

Figura 14 – Solução de urucum exposta durante dias a luz ambiente

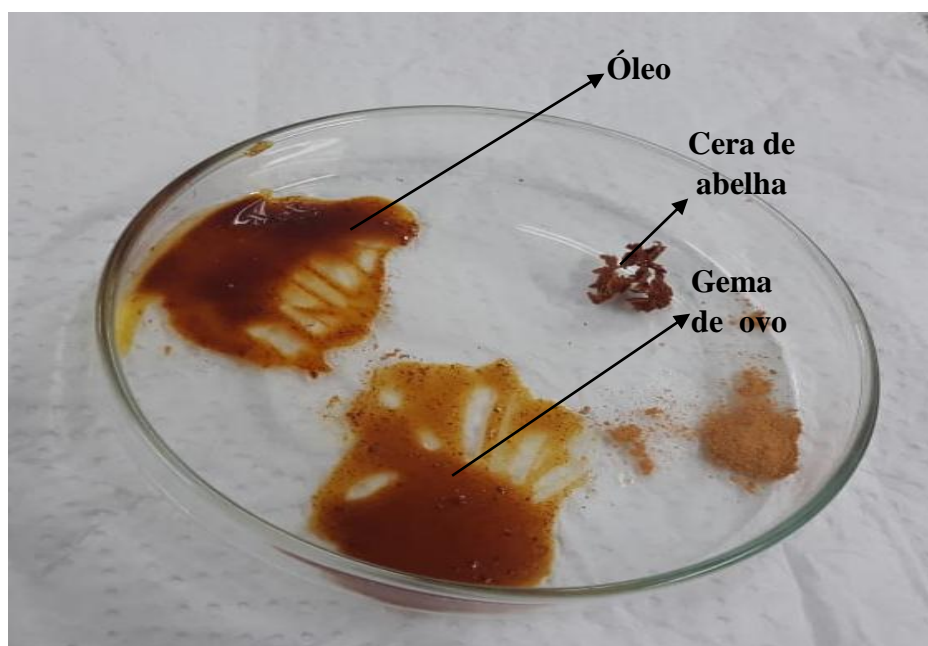


A descoloração da cor durante a secagem é um processo natural. No entanto, a cor permanece sem alteração após a secagem em ambiente aberto (168 horas).

4.3 Preparação do Sistema Caulim/Urucum Com Aglutinantes

A Figura 15 apresenta as misturas do sistema com aglutinantes na sequência do sentido horário, iniciando pela composição com a cera de abelha, pó puro, mistura com gema de ovo e mistura com óleo de linhaça.

Figura 15 – Aglutinantes: sentido horário (cera de abelha, pó puro, gema de ovo e óleo de linhaça).



Fonte: Própria, 2019.

Durante a formulação com os aglutinantes óleo e gema de ovo, por serem líquidos, a textura foi bastante cremosa e de fácil homogeneização. Quanto a cera de abelha, mesmo derretida, a secagem por ser muito rápida a homogeneização é mais dificultada.

5. CONCLUSÃO

Do trabalho realizado foi possível inferir os seguintes resultados:

- Por difratometria de raios X comprovou-se que se tratava de uma argila essencialmente caulinitica com pequena quantidade de quartzo.
- Os espectros de infravermelho corroboraram com os resultados de DRX na comprovação da estrutura do caulim com bandas características dessa argila.
- As formulações realizadas nas condições desse trabalho mostraram que há uma homogeneização facilitada quando se utiliza gema de ovo e óleo de linhaça. Sendo que com o óleo a textura foi mais homogênea.
- Alguns testes com a cera de abelha ainda precisam ser formulados para se encontrar a melhor condição de mistura.
- A exposição por 48 horas após adição dos aglutinantes mostrou que há uma boa estabilização da cor.

REFERÊNCIAS

- ALFREDO, A. P. C. **Adsorção de Azul Metileno em Casca de Batata Utilizando Sistema em Batelada e Coluna de Leito fixo.** 2013. (Conclusão de curso) - Curso de Tecnologia em Processos Químicos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, 2013.
- CASTRO, B. C.; MARTINS, S. C.; FALESI, C. I. **A cultura do urucum.** 2ªed. rev. ampl. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 61p.
- Corantes e Pigmentos. Disponível em: < [https://www . portalsaofrancisco. com. br/quimica/ corantes-e-pigmentos](https://www.portalsaofrancisco.com.br/quimica/corantes-e-pigmentos) >. Acesso em: 12 setembro. 2019.
- COSTA, V. F. V. **Corantes Naturais Da cultura Indígena No ensino de Química.** 2019. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal De Santa Maria, RS, 2019.
- CARVALHO, PAULO R. N. O Urucum uma Semente com a Nossa História - Uma breve história dos corantes de urucum. 2014. Disponível em: < [https://www. O urucum .com.br/single-post/2014/10/13/Uma-breve-hist%C3%B3ria-dos-corantes-de-urucum](https://www.Ourucum.com.br/single-post/2014/10/13/Uma-breve-hist%C3%B3ria-dos-corantes-de-urucum) >. Acesso em: 14 setembro. 2019.
- CASQUEIRA, RUI DE GOES.; SANTOS, SHIRLENY. F. **Pigmentos inorgânicos: Propriedade Métodos de Síntese e Aplicações.** Rio de Janeiro: CETEM, 2008.
- CLARA, Maria Mendes Da Silva. **Avaliação Da Adsorção De Cobre a Partir De Carvão Ativado Obtido Quimicamente Do Bagaço De Cana De Açúcar.** 2017. (Conclusão de Curso) – Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande Do Norte, Natal, 2017.
- DIAS, Munique. **Estabilidade à radiação UV em estamperia do corante natural de urucum adsorvido em argila caulim.** Dissertação (Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.
- FAZENDA, J. M. R. Tintas Ciência e Tecnologia. 1ª ed. São Paulo: Blucher, 2009.
- F. A. SILVA.; A. M. C. BIZERRA.; P. R. D. FERNANDES. **Testes Fito químicos Em Extratos Orgânicos de *Bixa Orellana L.*(Urucum).** Holos, Ano 34, Vol.02, p.15,2018
- GOMES, B. S. G. **Pigmentos Naturais de Origem Vegetal: Betalaínas.** 2018. Dissertação de Mestrado – Universidade Do Algarve, Portugal, 2018.
- GOMES, HUGO.; ROSINA, P.; OOSTERBEEK, LUIZ. Natureza e Processamento de Pigmentos De Pintura Rupestre. 2004.
- HUSSAR, M. M. Análise Técnica e da Atividade Agropecuária Do Urucuzeiro (*Bixa orellana L.*) No Município De Paracity. 2004.
- KEHL, Cibele. C. P. L. **Remoção de nitrogênio amoniacal por adsorção em carvão ativado.** 2015. (Conclusão de Curso em Engenharia Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- LUZ, Adão Benvindo da et al. **Argila – Caulim.** Rochas & minerais industriais. 2ª ed. Rio de Janeiro, 2008.
- LUZ, ADÃO BENVINDO.; Pinto, A. C. **Tecnologia do caulim: Ênfase na indústria de papel.** Rio de Janeiro: Cetem, 2000.

MARTINHO, LUIZ - Corantes e Pigmentos - 2011. Disponível em: < https://crq4.org.br/quimicaviva_corantespigmentos >. Acesso em: 23 setembro. 2019.

MARIA, M.O.V. **Bixa orellana L.** 2018. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade Do Algarve Faculdade de Ciências e Tecnologia, Portugal, 2018.

NASCIMENTO, Ronaldo *et al.* **Adsorção: Aspectos teóricos e aplicações ambientais.** Fortaleza: Imprensa Universitária, 2014. 256 p.v.1.

O vestir da Cor – A origem dos Corantes Sintéticos – 2012. Disponível em: < <https://textileindustry.ning.com/profiles/blogs/o-vestir-da-cor-01> >. Acesso em : 23 setembro.2019.

PAIVA, L. B; MORALES, A. R.; DÍAZ, F. R. V. **Argilas organofílicas: Características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização,**São Paulo, v.54, pp. 213-226, Apr./June. 2008.

SILVA, Felipe de Araújo *et al.* **Testes Fítoquímicos em Extratos Orgânicos de *Bixa orellana. L* (URUCUM). HOLOS, [S.I].v. 2, p. 484 -498, jun. 2018. Disponível em: <<http://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/6929>>. Acesso em: 24 out. 2019.**

TAKAMOTO, Rafael Teruiti de Oliveira. **Caracterização e Aplicação de Nanodispersão de Bixina.** 2015. Dissertação (Mestrado Em Ciências Farmacêuticas) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

VIDAL, Carla Bastos *et al.***Cinética de Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais.**Fortaleza : Imprensa Universitária, 2014.

VERÍSSIMO, Silvagner Adolpho. **Extração, caracterização e aplicação do corante de urucum (*Bixa Orellana L.*) no tingimento de fibras naturais.** 2003. Dissertação (Mestrado em Pesquisa e Desenvolvimento de Tecnologias Regionais)- Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2003.

WISSMANN, R. A. **Extração e Purificação De Corantes De Urucum.**2001 Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.