

# XIX MET

***Encontro Nacional sobre Metodologias e Gestão de Laboratórios da Embrapa***

*VI Simpósio sobre Procedimentos Analíticos e a Rastreabilidade dos Resultados na Agropecuária*

13 a 17 de outubro de 2014 - Hotel Seara, Fortaleza, CE



***Unir talentos para ultrapassar fronteiras***

**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Agroindústria Tropical  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

***XIX Encontro Nacional sobre Metodologias e Gestão  
de Laboratórios da Embrapa e VI Simpósio sobre Procedimentos  
Analíticos e a Rastreabilidade dos Resultados na Agropecuária***

***13 a 17 de outubro de 2014  
Fortaleza, Ceará***

***Unir talentos para ultrapassar fronteiras***

***Patricia do Nascimento Bordallo  
Editora Técnica***

***Embrapa  
Brasília, DF  
2014***

**Unidade responsável pelo conteúdo e edição:**

Embrapa Agroindústria Tropical

Rua Dra. Sara Mesquita 2270, Pici

CEP 60511-110 Fortaleza, CE

Fone: (85) 3391-7100

Fax: (85) 3391-7109

www.embrapa.br/agroindustria-tropical

www.embrapa.br/fale-conosco

**Comitê de Publicações da Embrapa Agroindústria Tropical**

Presidente: *Marlon Vagner Valentim Martins*

Secretário-Executivo: *Marcos Antônio Nakayama*

Membros: *José de Arimatéia Duarte de Freitas, Celli Rodrigues*

*Muniz, Renato Manzini Bonfim, Rita de Cassia Costa*

*Cid, Rubens Sonsol Gondim, Fábio Rodrigues de Miranda*

Revisão de texto: *Marcos Antônio Nakayama*

Normalização bibliográfica: *Rita de Cassia Costa Cid*

Capa: *Ana Elisa Galvão Sidrim*

Foto da capa: *Wavebreak Media*

Editoração eletrônica: *Arilo Nobre de Oliveira*

**1ª edição**

On-line (2014)

**Todos os direitos reservados**

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**

Embrapa Agroindústria Tropical

---

Encontro Nacional sobre Metodologias e Gestão de Laboratórios da Embrapa  
(19. : 2014 : Fortaleza, CE).

Unir talentos para ultrapassar fronteiras / XIX Encontro Nacional sobre Metodologias e Gestão de Laboratórios da Embrapa / VI Simpósio sobre Procedimentos Analíticos e a Rastreabilidade dos Resultados na Agropecuária ; editora técnica Patricia do Nascimento Bordallo. – Brasília, DF : Embrapa, 2014.

46 p. ; 16,5 cm x 23 cm.

ISBN: 978-85-7035-423-5

Publicação disponibilizada on line no formato PDF.

1. Laboratório – Metodologia. 2. Gestão de laboratório. 3. Gestão Ambiental. 4. Gestão da qualidade. 5. Técnicas analíticas. I. XIX Encontro Nacional sobre Metodologias e Gestão de Laboratórios da Embrapa. II. VI Simpósio sobre Procedimentos Analíticos e a Rastreabilidade dos Resultados na Agropecuária. III. Bordallo, Patricia do Nascimento. V. Título.

CDD 542.1

## **Comissão Técnico-Científica**

### **Patricia do Nascimento Bordallo (Presidente)**

Engenheira-agrônoma, D.Sc. em Produção Vegetal, pesquisadora da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Ana Cecília Ribeiro de Castro**

Bióloga, D.Sc. em Botânica, pesquisadora da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Ana Cristina Portugal Pinto de Carvalho**

Bióloga, D.Sc. em Ciências Biológicas, pesquisadora da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Ana Ribeiro Cassales**

Química industrial, M.Sc. em Ciências e Tecnologia dos Alimentos, analista da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Andréia Hansen Oster**

Engenheira-agrônoma, D.Sc. em Fitotecnia, pesquisadora da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Celli Rodrigues Muniz**

Bióloga, D.Sc. em Biotecnologia de Alimentos, analista da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Ídila Maria da Silva Araújo**

Bióloga, D.Sc. em Ciências Biológicas, técnica da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Myrella Maria Tabosa de Almeida**

Engenheira química, M.Sc. em Engenharia Química, técnica da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Natália Moura de Vasconcelos**

Engenheira de alimentos, técnica da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

### **Renato Manzini Bonfim**

Zootecnista, D.Sc. em Engenharia de Produção, pesquisador da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

**Comissão Organizadora do XIX Encontro Nacional sobre  
Metodologias e Gestão de Laboratórios da Embrapa  
e VI Simpósio sobre Procedimentos Analíticos e a Rastreabilidade  
dos Resultados na Agropecuária**

Aline Saraiva Teixeira (Presidente)  
Ana Cecília Ribeiro de Castro  
Ana Cristina Portugal Pinto de Carvalho  
Ana Elisa Galvão Sidrim  
Ana Ribeiro Cassales  
Andréia Hansen Oster  
Celli Rodrigues Muniz  
Ídila Maria da Silva Araújo  
Myrella Maria Tabosa de Almeida  
Natália Moura de Vasconcelos  
Nicodemos Moreira dos Santos Júnior  
Patricia do Nascimento Bordallo  
Renato Manzini Bonfim  
Sirley Freire Nogueira

**Revisores Técnicos**

Aline Saraiva Teixeira  
Ana Cecília Ribeiro de Castro  
Ana Cristina Portugal Pinto de Carvalho  
Andréia Hansen Oster  
Celli Rodrigues Muniz  
Gustavo Adolfo Saavedra Pinto  
Hilton César Rodrigues Magalhães  
Lilian Chayn Alexandre  
Natália Moura de Vasconcelos  
Nedio Jair Wurlitzer  
Nivia da Silva Dias  
Patricia do Nascimento Bordallo  
Tigressa Helena Soares Rodrigues

# Apresentação

Em 2014, ocorreu o Encontro Nacional sobre Metodologias de Laboratório da Embrapa (MET), na cidade de Fortaleza, CE, sob coordenação da Embrapa Agroindústria Tropical. O evento teve como principal objetivo capacitar e difundir boas práticas laboratoriais para pesquisadores, analistas e assistentes da Embrapa que executam atividades em laboratórios de todas as unidades, além de estudantes, professores e profissionais de instituições públicas e privadas que utilizem técnicas analíticas laboratoriais como ferramenta de trabalho.

Com o tema “Unir talentos para ultrapassar fronteiras”, a 19ª edição do encontro procurou explorar a relação entre os laboratórios de pesquisa e os seus diversos parceiros, internos e externos. Paralelamente ao encontro, ocorreu a sexta edição do Simpósio sobre Procedimentos Analíticos e a Rastreabilidade dos Resultados na Agropecuária, com apresentação de trabalhos, exposição de pôsteres e espaço de demonstração de produtos e serviços de fornecedores de insumos laboratoriais.

O presente documento é composto por 36 resumos de trabalhos técnico-científicos apresentados no XIX MET, em quatro áreas temáticas: gestão ambiental, gestão de laboratórios, gestão da qualidade e técnicas analíticas.

Em nome da comissão organizadora do XIX MET, agradecemos a participação e o empenho de todos para o sucesso do evento.

*Patricia do Nascimento Bordallo*

Presidente da Comissão Técnico-Científica do XIX MET

# Sumário

	Página
<b>Gestão Ambiental</b>	<b>7</b>
<b>Gestão de Laboratório</b>	<b>13</b>
<b>Gestão da Qualidade</b>	<b>18</b>
<b>Técnicas Analíticas</b>	<b>23</b>

# **Gestão Ambiental**

# CARACTERIZAÇÃO E DESTINAÇÃO DE RESÍDUOS EM CASA DE VEGETAÇÃO DA EMBRAPA SEMIÁRIDO

Paloma Clementino da Cruz LUBARINO<sup>1\*</sup>, Geania de Sousa VERA<sup>2</sup>, Edna Santos de BARROS<sup>3</sup>, Raquel Mota Carneiro FIGUEIREDO<sup>3</sup>, Viviane Siqueira Lima SILVA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Pós-Graduação em Gestão Ambiental das Faculdades Montenegro, Petrolina, PE, \*paloma.lubarino@embrapa.br, <sup>2</sup>Universidade Estadual do Piauí, <sup>3</sup>Embrapa Semiárido, Petrolina, PE.

As pesquisas realizadas em casa de vegetação são geradoras de uma diversidade de resíduos, porém, de volume reduzido quando comparado aos resíduos industrial e doméstico. De qualquer forma, caracterizar os resíduos torna-se muito importante para sua correta destinação. O objetivo deste trabalho foi classificar os resíduos como perigosos ou comuns, quantificar os resíduos gerados no período de seis meses e, assim, fazer a destinação correta dos mesmos de acordo com o plano de gerenciamento de resíduos da Unidade (PGRS). Os resíduos em estudo foram resultantes da avaliação de resistência de plantas de melancia ao nematoide das galhas. Por meio do levantamento dos materiais gerados durante esse experimento, foi possível classificá-los como resíduos químicos, biológicos e comuns. Assim, obteve-se como resíduos químicos: os agrotóxicos Score e Rovral, biológicos: solos contaminados com o nematoide; e comum: as luvas de procedimento cirúrgico, as garrafas de hipoclorito de sódio e os copos descartáveis de 500 mL. Os químicos foram classificados de acordo com o conceito normatizado no Brasil para o potencial de periculosidade ambiental (PPA) e Toxicológica, que constam na embalagem dos agrotóxicos. Assim, o agrotóxico Score teve o PPA na Classe II, “muito perigoso”, e definido na Classe I, “extremamente tóxico”. Já o agrotóxico Rovral define-se no PPA na Classe II, “muito perigoso”, e na Classe III, “medianamente tóxico”. O volume gerado de resíduos classificados como perigosos foi de 1 L para os fungicidas Score e Rovral (cada um) e de 175,5 L de solo contaminado com o nematoide das galhas. A porcentagem de resíduos sólidos gerados de classificação comum foi de 3% de garrafas de hipoclorito de sódio, 20% de luvas de procedimento cirúrgico e 77% de copos descartáveis de 500 mL. A destinação final adotada pela Unidade determina que os agrotóxicos líquidos devem ser acondicionados em recipientes constituídos de material compatível com o líquido armazenado, com tampa rosqueada, e devidamente identificados com o símbolo de risco associado, de acordo com a NBR-7500 da ABNT. Eles são armazenados temporariamente no GERECAAMP e depois direcionado para empresa responsável pela disposição final. O solo contaminado foi autoclavado e reutilizado. As luvas foram coletadas pela empresa terceirizada, responsável pela incineração do material; as garrafas e os copos descartáveis com resíduos de solo foram destinados ao lixo comum (aterro sanitário).

**Palavras-chave:** Classificação toxicológica, gerenciamento, perigo ambiental.

**Órgão financiador:** Embrapa Semiárido.

# IMPLANTAÇÃO DO GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS DE LABORATÓRIO NA EMBRAPA RONDÔNIA

Fabiane Goldschmidt ANTES<sup>1\*</sup>, Davi Melo de OLIVEIRA<sup>1</sup>, Iuri Aparecida da Silva OLIVEIRA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Rondônia, Porto Velho, RO, \*fabiane.antes@embrapa.br

O gerenciamento de resíduos de laboratórios de pesquisa e de prestação de serviço não é um tema novo. Entretanto, encarar o problema de frente, reduzir a geração e implantar procedimentos para o tratamento e destinação final ambientalmente adequada ainda não é uma tarefa fácil. O objetivo deste trabalho foi implantar o gerenciamento de resíduos de laboratório na Embrapa Rondônia. A Unidade possui um espaço construído para esse propósito (Gerelab), o qual é constituído por duas salas, sendo uma delas para o tratamento de resíduos e a outra para o acondicionamento temporário dos resíduos. O trabalho, que iniciou no ano de 2012, buscou envolver todos os funcionários lotados nos oito laboratórios da Unidade por meio da conscientização e estabelecimento de POPs específicos para o gerenciamento dos resíduos de cada laboratório. Inicialmente foi feito um levantamento da quantidade de resíduos (kg) gerados mensalmente. Em seguida, foram elaboradas planilhas classificando os resíduos e, para cada tipo, foram sugeridas as medidas que deveriam ser adotadas: segregação e acondicionamento temporário em embalagens adequadas, tratamento seguido de acondicionamento temporário ou tratamento seguido de descarte. São exemplos do primeiro grupo: luvas contaminadas, ponteiros, frascos descartáveis e material perfurocortante. Alguns resíduos recebem tratamento, e o material tratado que não pode ser descartado no lixo ou esgoto comum é destinado ao acondicionamento temporário. É o caso do resíduo de cromo em meio ácido sulfúrico, no qual é feito o ajuste de pH para que ocorra a precipitação do cromo, seguido de calcinação. O resíduo sólido é acondicionado e o filtrado (líquido) é neutralizado e descartado no esgoto comum. Resíduos ácidos ou básicos que, após neutralização, não conferem risco são neutralizados e descartados no esgoto comum. Os funcionários de cada laboratório são responsáveis pelo tratamento dos resíduos gerados e também por levar os resíduos até o depósito temporário junto ao Gerelab. Quando chegam ao Gerelab, é preenchido um formulário onde é informado: tipo de resíduo, quantidade, data e nome do responsável pela destinação. Para a destinação final ambientalmente adequada dos resíduos, foi contratada uma empresa especializada, que também é responsável pela coleta e transporte. Com esse trabalho foi possível estabelecer a gestão de resíduos de laboratório na Embrapa Rondônia, minimizando o descarte de materiais tóxicos no meio ambiente.

**Palavras-chave:** Gerelab, gestão ambiental, produtos químicos, tratamento, segregação.

**Órgão financiador:** Embrapa Rondônia.

# PROCEDIMENTO PARA TRATAMENTO DE RESÍDUOS DE PESTICIDAS DE EXPERIMENTOS EM LABORATÓRIO

André Fábio Medeiros MONTEIRO<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Acre, Rio Branco, AC, \*andre.monteiro@embrapa.br

Os seguintes métodos são atualmente usados para tratamento de resíduos de pesticidas: tratamentos químicos (ozônio/ultravioleta, hidrólise, oxidação por Fenton); tratamentos físicos (adsorventes e carvão ativado); tratamentos biológicos (compostagem, bioaugmentação e fitorremediação) e incineração. A execução desses métodos demanda, em geral, transporte do resíduo até empresas especializadas no seu tratamento ou o uso de equipamentos sofisticados com altos custos de aquisição, operação, manutenção e treinamento do operador. O objetivo deste trabalho é propor procedimento para redução de volume de resíduos derivados de soluções de pesticidas bem como para tratamento e disposição final do material remanescente. Para isso, as sobras de soluções com inseticidas sintéticos ou botânicos, preparadas em água destilada ou acetona, foram transferidas para um recipiente de 2 litros e deste para uma bombona de 50 litros, onde ficaram temporariamente acondicionadas. No período de julho a setembro de 2014, estação seca no Acre, tais sobras foram transferidas da bombona para bacias de 30 litros e bandejas de 60 cm x 40 cm x 9 cm (21.600 cm<sup>3</sup> = 21,6 litros), dispostas em local cercado, sinalizado, coberto, ventilado, com baixa circulação de pessoas e de acesso restrito por grade e cadeado. Após cerca de 10 dias, ocorreu substancial redução da fase líquida por volatilização da água, ficando no fundo do recipiente um líquido mais espesso ou viscoso. Contudo, a decomposição do resíduo no recipiente certamente é lenta e a eficácia desse procedimento na neutralização desse tipo de resíduo é parcial e incerta. Assim, o resíduo líquido remanescente foi transferido com auxílio de um funil de vidro para um frasco de vidro. Esse foi totalmente fechado com batoque e tampa. Posteriormente, tal frasco foi etiquetado com diagrama de Hommel antes de ser entregue à central de gerenciamento de resíduos de laboratório da Embrapa Acre. Mais adiante, o material deve ser enviado para incineração e suas cinzas para aterro industrial. Na incineração, processo oxidativo a altas temperaturas, os pesticidas são convertidos em gases inorgânicos (vapor de água, CO<sub>2</sub>, ácidos voláteis, partículas e cinzas) em temperaturas maiores que 1.000 °C com eficiência de destruição de 99%. Dos 20 litros de resíduos de pesticidas gerados durante um ano e meio nos bioensaios toxicológicos do Laboratório de Entomologia, restaram apenas 200 ml para serem transportados e incinerados, o que representa uma redução do volume de resíduo a ser incinerado de 99,0%. Portanto, houve significativa redução de volume de resíduos de inseticidas e, conseqüentemente, dos custos financeiros ou operacionais do gerenciamento desse tipo de resíduo.

**Palavras-chave:** Bacia de evaporação, incineração, inseticida, redução de volume, resíduo químico perigoso.

**Órgão financiador:** Embrapa Acre.

# CLIMATIZAÇÃO DE COLEÇÃO ENTOMOLÓGICA: SUBSÍDIO PARA A MINIMIZAÇÃO DE RISCOS ASSOCIADOS À TOXICIDADE AMBIENTAL

Carolina Rodrigues de ARAUJO<sup>1\*</sup>, Maria Jucineide Aguiar RODRIGUES<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Ecologia de Insetos, Embrapa Meio-Norte UEP Parnaíba, PI, \*carolina.araujo@embrapa.br

Quando se visita uma coleção entomológica, uma das primeiras características que chamam a atenção é o marcante odor do ambiente. Esse odor procede dos produtos químicos que se utilizam como conservantes do material das coleções, que permanecem no ambiente em suspensão no ar. A conservação do material encontrado na maioria das coleções entomológicas brasileiras ainda é baseada no uso de naftalina (naftaleno) que, a despeito de sua comprovada eficiência no controle e repelência de fungos, ácaros e insetos nocivos às coleções, é nociva à saúde dos profissionais que lidam com esse tipo de material. Além disso, o tempo de exposição desses profissionais a esse tipo de produto químico é muitas vezes alto, já que as coleções são a base para o trabalho dos taxonomistas, por exemplo. A naftalina possui efeitos deletérios à saúde humana, sendo eles imediatos (náuseas, vômitos, dor de cabeça, febre, entre outros) ou em longo prazo (efeitos cancerígenos e teratogênicos). A coleção entomológica da Embrapa Meio-Norte UEP Parnaíba conta com aproximadamente 2 mil espécimes pertencentes principalmente às ordens Lepidoptera, Hymenoptera, Coleoptera e Hemiptera, coletados em várias culturas de interesse econômico regional (coqueiro, melancia, caupi, hortaliças, entre outras) e em áreas florestais. O uso de naftalina na referida coleção foi ocasionado pela frequente perda de material, causada pela falta de conservantes ou pelo uso ineficiente de óleo de cravo (que tem bom potencial na repelência de organismos nocivos, mas que não possui eficiência/duração adequada). Esse trabalho buscou avaliar a eficiência da climatização para a extinção do uso de naftalina na coleção Entomológica da Embrapa Meio-Norte, UEP Parnaíba, para reduzir a insalubridade da atividade ligada a esse ambiente. Para isso, foram utilizados recursos do Projeto “Plataforma de Recursos Naturais dos Biomas Brasileiros (NATDATA)” financiado pelo convênio Embrapa-Monsanto, que permitiram a compra de ar-condicionado “split” e novo armário entomológico, que proporcionaram climatização (conservação da temperatura entre 18 °C e 20 °C, com medições diárias por termômetro de máximo e mínimo) e isolamento à coleção, respectivamente. A partir dessas readequações, o uso de naftalina foi excluído e a conservação do material entomológico foi considerada eficiente e adequada, já que não houve perda de material a cerca de um ano e houve melhora de qualidade ambiental.

**Palavras-chave:** conservantes, naftalina, saúde do trabalhador.

**Órgão financiador:** convênio Embrapa-Monsanto, Embrapa Meio-Norte.

# EFEITO DA SEDIMENTAÇÃO DA MATÉRIA ORGÂNICA NOS TEORES DE POTÁSSIO, CÁLCIO E MAGNÉSIO EM VINHAÇA

Marcos Roberto FERRAZ<sup>1\*</sup>, Elma Neide V. M. CARRILHO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos – Campus de Araras, mestrando do Programa de Pós-graduação em Agricultura e Ambiente, UFSCar, Araras, SP, \*mferraz@usp.br, <sup>2</sup>Universidade Federal de São Carlos – Campus de Araras, UFSCar / DCNME – Araras, SP

O Brasil é o maior produtor mundial de cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum* L.), com participação de 10% do total da área destinada à agricultura. Na região central do Estado de São Paulo concentra-se a maioria das indústrias sucroalcooleiras do Brasil e, nessas indústrias, temos a geração de elevada quantidade de vinhaça. Cada tonelada de cana moída tem um volume gerado de vinhaça de 12 a 15 vezes o volume de etanol produzido, tornando-a um dos principais subprodutos da indústria sucroalcooleira. A vinhaça, por ser rica em diversos nutrientes, pode ser utilizada como fertilizante orgânico. No entanto, seu uso excessivo e sem critérios bem definidos pode ser prejudicial ao meio ambiente, podendo atingir o lençol freático e águas superficiais. Em decorrência de seu elevado poder poluidor, a vinhaça deve ser analisada quanto a seu teor nutricional, antes de sua utilização na fertirrigação das lavouras. Dessa forma, avaliamos, neste trabalho, a variação da concentração de  $K_2O$ ,  $CaO$  e  $MgO$  em função da decantação desses nutrientes pela sedimentação da matéria orgânica, no decorrer de alguns dias. As amostras de vinhaça in natura foram homogeneizadas e distribuídas em recipientes plásticos de 2 L e as coletas foram realizadas a 5 cm de profundidade, nos seguintes intervalos de tempo: dia da instalação do experimento e, seguidamente, nos 7º, 14º, 21º e 28º dias de incubação das amostras. O experimento foi implantado em campo aberto utilizando um delineamento inteiramente casualizado, sendo o tratamento composto no tempo, com 5 repetições para cada período de incubação estipulado. Os resultados das análises demonstraram que a concentração de:  $K_2O$  reduziu de 7,94 kg/m<sup>3</sup> (dia 0) para 4,31 kg/m<sup>3</sup> (28º dia),  $CaO$  reduziu de 1,26 kg/m<sup>3</sup> (dia 0) para 0,56 kg/m<sup>3</sup> (28º dia), enquanto que o  $MgO$  reduziu de 0,50 kg/m<sup>3</sup> (dia 0) para 0,41 kg/m<sup>3</sup> (28º dia). Dessa forma, para a utilização da vinhaça como fonte desses nutrientes na agricultura, devem-se processar análises no dia da aplicação desse fertilizante para que se obtenha informações nutricionais precisas e que não se corra o risco de aplicar doses prejudiciais às culturas e ao meio ambiente.

**Palavras chaves:** cana-de-açúcar, meio ambiente, fertilizante orgânico.

# **Gestão de Laboratórios**

# TESTES COM O SOFTWARE PARA GESTÃO DE LABORATÓRIOS BIKA LABS

Flavio Lages MONTEIRO JUNIOR<sup>1\*</sup>, Jayme Garcia Arnal BARBEDO<sup>2</sup>, Luciano Vieira KOENIGKAN<sup>2</sup>, Pedro Sorrentino de SOUZA<sup>3</sup>, Wanderson José LAMBERT<sup>4</sup>.

<sup>1</sup>Embrapa Agrobiologia, Seropédica, RJ, \*flavio.lages@embrapa.br, <sup>2</sup>Embrapa Informática Agropecuária, Campinas, SP, <sup>3</sup>Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, <sup>4</sup>Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro/Professor-Adjunto – DEMAT-ICE.

Existem diversos sistemas de gestão das informações (controle de amostras, dados brutos, laudos emitidos, etc.) para laboratórios, mas eles são muito caros, assim como o custo de sua manutenção. Partindo da necessidade de uma solução economicamente viável, garantindo a rastreabilidade de informação e permitindo gerir melhor os dados dos laboratórios, iniciamos então os testes com o software para gestão de laboratórios de código aberto Bika LIMS (*Laboratory Information Management System*), o qual, numa primeira análise, apresentou atributos adequados às necessidades da Embrapa. Verificamos a aderência do sistema Bika às necessidades de uso para os laboratórios da Embrapa, por meio da simulação do uso do software por um laboratório de solos, testando assim sua viabilidade prática e como uma solução de baixo custo. Para a realização efetiva dos testes adotamos como procedimento: instalação da ferramenta em um servidor; parametrização para um laboratório padrão; teste entre unidades da Embrapa e, após o fim dos testes, apresentação do relatório para o CGTI; publicação sobre a ferramenta e, posteriormente, oferecimento de uma alternativa viável. O teste foi feito com integrantes de nove unidades da Embrapa. O servidor do software foi abrigado e instalado na Embrapa Informática Agropecuária. A Embrapa Agrobiologia ficou responsável por lecionar o curso de capacitação no sistema Bika fazendo uso do programa *Moodle*, uma plataforma EaD que possibilita uma comunicação direta com todos os participantes na avaliação do sistema e na geração de dados consistentes sobre a utilização do sistema LIMS. Aproveitando melhor as possibilidades do sistema, o teste foi dividido de acordo com os perfis de participação: Gerente, Analista, Balconista e Cliente. Foram testadas tanto a funcionalidade de cada perfil quanto suas aderências e do sistema de uma forma geral. Terminados os testes, observamos uma grande aderência e facilidade de uso por parte dos integrantes do teste. Algumas dificuldades foram encontradas no sistema. Entre elas podemos ressaltar o não efetuar o cadastro de amostras em lote, não emissão de boleto bancário, não verificação simultânea de amostra e não exportação de resultados em forma de planilhas. Uma das grandes vantagens do sistema é a existência de comunidade ativa destinada ao Bika, para sanar dificuldades e propor melhorias ao sistema, as quais são previstas em versões futuras do Bika. Alguns problemas encontrados em nosso teste do sistema já foram sanados na atual versão.

**Palavras-chave:** EaD, gerenciamento, Lims, programa.

**Órgão financiador:** CNPAB, CNPTIA.

# O SISTEMA DE GESTÃO DE LABORATÓRIOS NA EMBRAPA AGROENERGIA

Angélica de Paula G. GOMES\*, Gislaine GHISELLI, Lorena Costa GARCIA,

Raquel Bombarda CAMPANHA, Thais Demarchi MENDES, Felipe Brandão de Paiva CARVALHO

Embrapa Agroenergia, Brasília, DF, \*angelica.gomes@embrapa.br

O Setor de Gestão de Laboratórios (SGL) faz parte do Planejamento Estratégico da Embrapa Agroenergia e é responsável pelo planejamento e organização das atividades dos laboratórios. Está em conformidade com o plano de trabalho formulado com base nas diretrizes de qualidade e nos projetos de P&D. Sua estrutura organizacional inclui: um supervisor, um substituto, um comitê gestor, esse constituído pelos dois primeiros membros, além do supervisor do núcleo de gestão da qualidade (NGQ), dos coordenadores dos grupos de trabalho (GTs), e demais analistas e assistentes de P&D. Seu principal objetivo é desenvolver ações operacionais, de planejamento e acompanhamento de processos, bem como implementar e acompanhar a evolução da Gestão de Laboratórios, baseado em requisitos da Norma ISO 17.025 e Boas Práticas de Laboratório. Anualmente, um plano de atividades é preparado envolvendo três macroprocessos: 1) Gestão dos Laboratórios: gerenciamento de reagentes e substâncias, de equipamentos, de soluções e amostras, de resultados de análises laboratoriais e de atas eletrônicas; 2) Gerenciamento de Resíduos Químicos e Biológicos; 3) Aquisição de Reagentes, Equipamentos e Serviços, atuando também no gerenciamento técnico de contratos, nas atividades de infraestrutura dos laboratórios e apoiando as demais áreas administrativas da Unidade. Os processos são normatizados por documentos aprovados pelo NGQ. O processo de implantação do SGL ocorreu em fases distintas, iniciando-se em outubro/2011 com a formação dos GTs, que trabalharam no levantamento/discussão dos processos e na elaboração dos respectivos fluxos e procedimentos críticos para o início das atividades. De maio a dezembro/2012 houve a ocupação dos laboratórios. A fase de implantação do Sistema de Gestão de Laboratórios propriamente dita iniciou-se em abril/2012, com o treinamento dos usuários, a elaboração e implantação de novos documentos e o gerenciamento dos processos, seguida da avaliação da aplicação dos procedimentos, ajustando-os quando necessários, e estabelecendo pontos de controle nos processos monitorados. A fase de melhoria contínua do sistema visa estabelecer indicadores de desempenho e metas, bem como análises dos dados gerados na gestão, como registros e relatórios. Após a criação do SGL na Embrapa Agroenergia, conseguiu-se alcançar uma melhoria da eficiência operacional e da comunicação, registro das informações e/ou documentação adequada para os processos monitorados e maior confiabilidade dos resultados gerados por toda a equipe de P&D.

**Palavras-chave:** amostras, equipamentos, gerenciamento, reagentes, resíduos, resultados.

**Órgão financiador:** Embrapa Agroenergia.

# SireDNA: UM SISTEMA DE INFORMAÇÃO PARA ARMAZENAMENTO E RECUPERAÇÃO DE DADOS DO BANCO DE DNA DE BOVINOS DE LEITE

Katia Cristina L. dos SANTOS<sup>1\*</sup>, Wagner ARBEX<sup>1</sup>, Ênio de Oliveira NASCIMENTO<sup>2</sup>, Marta Fonseca MARTINS<sup>1</sup>, Marcos Vinícius Gualberto B. da SILVA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Gado de Leite, Juiz de Fora, MG, \*katia.santos@embrapa.br, <sup>2</sup>Faculdade Metodista Granbery, Juiz de Fora, MG

Em uma sociedade de informação globalizada, entender a gestão e o uso responsável e eficaz dos sistemas computacionais que gerenciem o crescente acervo de dados é uma necessidade para gerentes e os demais envolvidos em um determinado setor. Esse cenário trouxe a necessidade de se desenvolver um sistema de informação web confiável, rápido e com alta disponibilidade para automatizar o processo de controle e tramitação de dados de material para genotipagem de DNA presentes nas amostras de tecido de bovinos de leite preparadas pela Embrapa Gado de Leite. Atualmente, o referido processo envolve a interação entre dois diferentes laboratórios para análise e o resultado das análises desses laboratórios são registrados em planilhas eletrônicas. Para isso, a partir dos dados armazenados nas planilhas eletrônicas de controle empregadas atualmente, inicialmente foi definido um modelo de banco de dados conceitual, extensível às várias raças de bovinos. Nesse modelo são demonstradas todas as relações entre 12 (doze) entidades e seus atributos utilizados no processo corrente. A fase seguinte consistiu na implementação da interface gráfica web que realiza a comunicação com a referida base de dados. O acesso ao sistema é realizado por meio de login e senha, previamente cadastrados no SireDNA por um dos administradores de cada um dos laboratórios. Utilizando o conceito de perfil de acesso, para garantir a segurança dos dados manipulados, somente as funcionalidades correlacionadas a atividade de cada laboratório é disponibilizada ao usuário correspondente. Além disso, todas as alterações realizadas no sistema são registradas com data, horário e nome do responsável. As funcionalidades disponíveis no sistema são: cadastro (inclusão, edição e remoção) de amostras de tecido; registro da parcela de cada amostra que foi utilizada para extração do DNA; gerenciamento do envio do DNA extraído para genotipagem pela Embrapa Gado de Leite ou por empresas terceirizadas; e emissão automatizada de relatórios de controle das atividades registradas no SireDNA. Todo o sistema computacional foi desenvolvido com tecnologias livres e/ou gratuitas. O projeto encontra-se em fase de teste e implantação. Como trabalho futuro está previsto o desenvolvimento de uma funcionalidade de configurações personalizadas da ferramenta para viabilizar a adequação desta para controle específico de outros laboratórios de genética molecular.

**Palavras-chave:** confiabilidade, disponibilidade, genética molecular, gestão de laboratórios.

**Apoio financeiro:** Embrapa Gado de Leite, Faculdade Metodista Granbery.

# TÉCNICA DE CRIAÇÃO DE MANUTENÇÃO DA MOSCA-DAS-FRUTAS *Anastrepha fraterculus* EM LABORATÓRIO EM DIETA ARTIFICIAL

Claudio de Andrade BARROS<sup>1\*</sup>, Adalecio KOVALESKI<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Uva e Vinho, Vacaria, RS, \*claudio.barros@embrapa.br

A mosca-das-frutas sul-americana, *Anastrepha fraterculus* (Diptera:Tephritidae), é uma das pragas de maior expressão econômica por seus danos diretos e indiretos às frutíferas. Os inseticidas utilizados atualmente no controle da praga estão sofrendo fortes restrições pelos países importadores, tornando-se necessário o desenvolvimento de novos métodos de controle, tais como o Controle Biológico e a Técnica do Inseto Estéril, que minimizam os tratamentos químicos, não representando risco ao meio ambiente. Nesse sentido, é necessária a criação da praga em laboratório. A criação tem início pela obtenção dos ovos e pelo preparo das placas de oviposição que pode ser feita em tecido “emborrachado”. Deve-se recortar o fundo da placa de Petri deixando uma pequena borda externa, onde será fixado o tecido emborrachado com cola silicone. Após a secagem, deve-se colocar água e depositar sobre um papel toalha para observar se há vazamento. A seguir, colocar a placa com água no topo da gaiola de adultos onde as fêmeas irão depositar os ovos de baixo para cima, ficando esses na água. Diariamente os ovos devem ser retirados das placas, peneirados e depositados sobre um papel-filtro, mantendo-os sempre umedecidos em placas de Petri. Tampar a placa e deixar em ambiente para incubação por 48 horas na temperatura de 26 °C. Após esse período, quando inicia a eclosão, eles são transferidos para a dieta artificial composta por: pó de cenoura, 770 mL de água, sendo 170 mL fervida para dissolver o Nipagin. O restante da água colocar no recipiente para a mistura da dieta. Nessa água, dissolver o Benzoato de Sódio. Acrescentar o pó de cenoura e levedura de cerveja e misturar de forma lenta inicialmente, aumentando a velocidade, aos poucos e ao final acrescentar 8 mL do ácido cítrico misturando bem. Ao finalizar a dieta, colocar na placa de Petri deixando cerca de 0,5 cm abaixo da borda. Transferir o papel contendo os ovos sobre a dieta e tampar a placa colocando-a em um saco plástico escuro por cerca de 4-5 dias na temperatura de 26 °C. Após esse período, abrir a placa e colocá-la em um pote com vermiculita para obtenção das pupas. Em geral, nessa temperatura a pupação ocorre a partir do 7º dia até o 10º dia após a transferência dos ovos. O período pupal na temperatura de 26 °C dura aproximadamente 14 dias. Antes da emergência dos adultos, deve-se preparar uma gaiola com uma boa disponibilidade de água e alimento. O período de pré-oviposição na temperatura de 26 °C em média é de 6-8 dias.

**Palavras-chave:** Inseto estéril, oviposição, período pupal.

# **Gestão da Qualidade**

# PROCESSO DE ACREDITAÇÃO PELO INMETRO DE LABORATÓRIO DA EMBRAPA NA ÁREA DE DETERMINAÇÃO DE TOXICIDADE DE PRODUTOS BIOLÓGICOS A BASE DE *Lysinibacillus sphaericus* E *Bacillus thuringiensis* A MOSQUITOS E *Bacillus thuringiensis* A LEPIDÓPTEROS-PRAGAS

Lílian Botelho PRAÇA<sup>1\*</sup>, Clarissa P. de CASTRO<sup>1</sup>, Heloisa FRAZÃO<sup>1</sup>, Luzia LIMA<sup>1</sup>, Marise VENTURA<sup>1</sup>, Zilneide P. AMARAL<sup>1</sup>, Eliana SANTANA<sup>1</sup>, Érica S. MARTINS<sup>1</sup>, Cristina Lima de MACEDO<sup>1</sup>, Isabella Girotti GRISI<sup>1</sup>, Marina C. POSSO<sup>1</sup> e Rose G. MONNERAT<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Brasília, DF, \*lilian.praca@embrapa.br

A avaliação da toxicidade de produtos biológicos é essencial para a garantia de sua qualidade e estabilidade. Com o objetivo de prestar serviço nesta área e para demonstrar sua competência técnica em realizar ensaios de determinação de toxicidade de produtos à base de *Lysinibacillus sphaericus* e de *Bacillus thuringiensis* a mosquitos vetores de doenças humanas e de *B. thuringiensis* a lepidópteros-pragas, o Laboratório de Bactérias Entomopatogênicas (LBE) da Embrapa vem, desde 2005, procurando atender à Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Inicialmente, o laboratório passou por um diagnóstico criterioso, onde foi detectada a necessidade de realizar um mapeamento de todas as suas atividades. Cada uma delas foi descrita, acompanhada e revisada passo a passo gerando 38 procedimentos gerenciais, 31 procedimentos técnicos, 6 instruções técnicas, 38 procedimentos e instruções de equipamentos, documentos importantes na execução das tarefas diárias do laboratório de uma forma sistemática. Entre 2006 e 2013, o LBE passou por oito auditorias internas para verificar sua adequação aos requisitos da norma. A partir de então, foram elaborados outros documentos como: plano de calibração, listas de controle de registros e de serviços críticos e diversos formulários ligados aos ensaios. Alguns equipamentos como micropipetas, autoclaves e capelas ligados às atividades dos ensaios passaram por qualificações, calibrações e manutenções preventivas e corretivas. Toda a equipe passou por treinamentos em serviço, na ISO 17025 e em noções de laboratório. Diversas amostras foram recebidas, testadas e em torno de 40 laudos foram emitidos, demonstrando a importância dos serviços prestados. Em 2013, o laboratório passou por uma avaliação externa do Inmetro, órgão acreditador, recebendo um total de 20 não conformidades, que foram solucionadas por meio da implementação de ações corretivas e propostas de melhoria contínua. Em 2014, o laboratório obteve a acreditação pelo Inmetro para os ensaios citados acima, o que constitui o reconhecimento formal de sua competência técnica em realizar esses ensaios com garantia da qualidade de seus resultados e com a satisfação de seus clientes.

**Palavras-chave:** bactéria, ISO 17025, prestação de serviço, sistema de qualidade.

**Órgão financiador:** Embrapa Recursos Genéticos, Biotecnologia.

# IMPLANTAÇÃO DE SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE NA EMBRAPA FLORESTAS

Letícia Andréia NICHELE<sup>1\*</sup>, Marta de Fátima VENCATO<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Florestas, Colombo, PR, \*leticia.nichele@embrapa.br

A gestão da qualidade possui inúmeras vantagens como: padronização das atividades, fornecimento de uma única base operacional para gestão de processos, integração de ações e valores da empresa e o comprometimento com a melhoria contínua. A implantação de um sistema de gestão da qualidade (SGQ) nas organizações exige a adoção de estratégias para que a implantação seja bem sucedida, uma vez que requer a mudança de cultura e a alocação de recursos financeiros e pessoais. O objetivo da implantação do SGQ na Embrapa Florestas é a acreditação do Laboratório de Sementes Florestais pelo Inmetro, de acordo com a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 e a implantação das Boas Práticas de Laboratório nos Laboratórios de Cultura de Tecidos e Transformação e Tecnologia de Produtos Não Madeiráveis. O processo foi iniciado com a realização da análise e melhoria de processos para os 15 laboratórios da Unidade, a fim de conhecer todos os processos laboratoriais, determinar os principais gargalos, priorizar processos e laboratórios para atuação e planejar as ações necessárias para melhoria com o uso da ferramenta 5W2H. Como primeiros resultados do processo, foram designados pela Chefia-Geral o representante da direção e seu substituto, além de uma comissão responsável pela gestão da qualidade, cujo desafio é a organização e a elaboração dos planos de ação, bem como o acompanhamento do processo, identificando oportunidades de melhoria e sua efetiva execução. Obedecendo a um cronograma de ações, foram definidos o escopo inicial, a política da qualidade, seus objetivos e elaborado o manual da qualidade. Um vídeo institucional foi gerado, com a participação dos pesquisadores e técnicos dos laboratórios selecionados, expondo suas expectativas com a implantação, e também foi elaborado um folder. Foi realizado um evento de sensibilização, enfocando a importância dos padrões de qualidade voltado para todos os empregados, terceirizados e estagiários da Unidade, utilizando como forma de comunicação uma apresentação teatral. Durante o evento, uma oficina com os empregados dos laboratórios foi realizada com o intuito de identificar as oportunidades de melhoria na gestão dos processos laboratoriais. O comprometimento da Chefia e dos membros da comissão permitiu que as primeiras ações fossem executadas conforme o planejado e possibilitará que as próximas etapas ocorram de acordo com o esperado, visando garantir a competência técnica, a confiabilidade e a rastreabilidade dos resultados.

**Palavras-chave:** controle, laboratórios, melhoria de processos, padronização.

**Órgão financiador:** Embrapa Florestas.

# DETERMINANTES DA SATISFAÇÃO DOS CLIENTES COM OS SERVIÇOS DO LABORATÓRIO DE SOLOS DA EMBRAPA MEIO-NORTE

Lúcia Elenícia da Silva NASCIMENTO<sup>1\*</sup>, Rosany Correia<sup>2</sup>, Francisco José de Seixas Santos<sup>1</sup>,  
Maria Jucineide Aguiar Rodrigues<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Meio-Norte, Parnaíba, PI, \*lucia.nascimento@embrapa.br, <sup>2</sup>Universidade Estadual do Piauí, Parnaíba, PI.

A análise química do solo é o instrumento básico para a transferência de informações sobre calagem e adubação para o agricultor. É possível, por meio de uma análise de solo, avaliar o grau de deficiência de nutrientes e determinar as quantidades a serem aplicadas nas adubações. O objetivo deste trabalho foi avaliar o grau de satisfação e a importância do Laboratório de Química e Fertilidade de Solos da Embrapa Meio-Norte/UEP-Parnaíba (LQFS), segundo a percepção dos seus clientes. Foram aplicados 40 questionários por meio de carta, telefone e visitas nos municípios de Parnaíba, Luiz Correia, Ilha Grande e Cajueiro da Praia, no Piauí; Brejo, Santa Quitéria, São Bernardo e Magalhães de Almeida no Maranhão. O estudo revelou que 85% dos entrevistados conheciam a técnica de coleta de solos e 65% afirmaram que faziam a análise desde quando começaram a explorar a atividade agrícola. Esse elevado percentual pode estar relacionado com o grau de instrução dos entrevistados, já que 90% deles possuíam nível médio ou superior. A investigação revelou que 50,0% dos entrevistados conheciam o laboratório de solos através de conversa com amigos; 27,5% por meio de dias de campo e 22,5% por meio da mídia (jornal e televisão). Isso é explicado pela expressiva quantidade de dias de campo que são realizados anualmente, durante os quais são reunidos grupos de produtores, técnicos e estudantes na área experimental da Embrapa ou de produtores selecionados, para demonstração de uma nova técnica ou prática agropecuária. Apesar de 52,5% dos entrevistados terem utilizado os serviços de outros laboratórios da região, 97,5% deles consideraram o LQFS importante ou muito importante para o desenvolvimento da região, pois todos os consultados (100%) acreditam nos benefícios das análises de solos. Quanto às recomendações de adubação, 52,5% já realizaram essas práticas de forma empírica, sendo que, após utilizarem as recomendações indicadas a partir dos resultados das análises, 42,86% afirmaram que ocorreu aumento na produtividade, 33,33% acreditam que melhorou a qualidade dos produtos e 23,81% revelaram que houve redução nos custos com adubação e calagem. A respeito do grau de satisfação, mesmo 97,5% dos entrevistados afirmando que indicariam os serviços do LQFS, apenas 62,5% consideraram o atendimento entre bom e ótimo e 37,5% relataram que era regular ou que precisaria melhorar. Vale salientar que 97,5% dos clientes demonstraram-se satisfeitos com LQFS.

**Palavras-Chave:** Administração e marketing, gestão da qualidade.

**Órgão Financiador:** Embrapa Meio-Norte.

# PLANEJAMENTO E IMPLANTAÇÃO DO SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE NA EMBRAPA UVA E VINHO

Edgardo A. PRADO Perez<sup>1\*</sup>, Celso G. R. de OLIVEIRA<sup>1</sup>, João H. R. FIGUEREDO<sup>1</sup>, Gildo Almeida da SILVA<sup>1</sup>, Cesar Luiz GIRARDI<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Uva e Vinho, Bento Gonçalves, RS, \*edgardo.prado@embrapa.br

A Embrapa estabeleceu o Sistema Embrapa da Qualidade (SEQ), visando construir seu modelo de Gestão da Qualidade se incorporando aos Sistemas Integrados de Gestão (Qualidade, Segurança e Meio Ambiente). Encontra-se em finalização a norma Requisitos Corporativos da Qualidade da Embrapa (RCQE), que facilitará a cooperação entre Unidades Descentralizadas (UDs) da Embrapa, a troca de informações e de experiências e a harmonização de normas e procedimentos. A implantação desse Sistema é uma tarefa complexa e desafiadora. Esse trabalho tem como objetivo propor uma abordagem para conduzir um processo de Implantação de um SGQ (Sistema de Gestão da Qualidade) e relatar os resultados recentes alcançados na Embrapa Uva e Vinho. Foi designada uma equipe para elaborar um Plano de Implantação, partindo de ações já desenvolvidas. O diagnóstico interno foi feito por meio de entrevistas com os principais atores de ações de Qualidade em andamento na UD. Para a condução do projeto, foi usado o “Project Libre” (Software de Gerenciamento de Projetos) onde se listaram as tarefas necessárias e seus encadeamentos. Para o uso dos resultados, criou-se um local único, com controle de acesso e de versões para a guarda dos documentos oficiais já produzidos. A ferramenta em prospecção é o Liferay (Sistema de Gestão de Conteúdo), com pastas para cada Laboratório e por Setor (Gerelab, Gerecamp, entre outros) onde os responsáveis disponibilizam os documentos oficiais, para consulta controlada e para discussões registradas nos fóruns adequados. Ações de internalização das técnicas e filosofia dos Sistemas de Qualidade para implantar e monitorar o SGQ na Unidade foram iniciadas. O sistema de qualidade está sendo implantado nos laboratórios de 1) Microbiologia, 2) Cromatografia-Espctrometria de Massa e 3) Enoquímica. Foram providenciadas a estruturação física dos laboratórios, a geração de POPs, registros, guarda de documentos específicos, treinamento de pessoal em técnicas específicas, validação de métodos, calibração e manutenção preventiva de equipamentos. Muitas das ações implementadas no Laboratório de Microbiologia decorreram de um Benchmarking efetuado em Instituições Nacionais (CBMAI, IB e FioCruz) e Internacionais (CBS, INRA e Instituto Pasteur). Além disso, para esses três laboratórios, está em fase de construção um novo prédio com todos os requisitos estruturais de qualidade exigidos.

**Palavras-chave:** Benchmarking, Gestão de Laboratórios e Campos Experimentais, implantação de SGQ, projeto, Sistema Embrapa de Qualidade.

**Órgão financiador:** Embrapa.

# **Técnicas Analíticas**

# PROPOSTA METODOLÓGICA PARA ANÁLISE DE FÓSFORO EM TECIDO FOLIAR VISANDO À REDUÇÃO DO VOLUME DE RESÍDUO GERADO

Cleo Marcelo de Araújo SOUZA<sup>1\*</sup>, Orivam Maria Marques TEIXEIRA<sup>2</sup>, Felipe Augusto Cruz SANTA ROSA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Amazônia Oriental/Laboratório de Análises de Sistemas Sustentáveis, Belém, PA, \*cleo.souza@embrapa.br, <sup>2</sup>Embrapa Amazônia Oriental/Laboratório de Análises de solos, Belém, PA, <sup>3</sup>Universidade Federal do Pará, Belém, PA

A quantificação de fósforo total, pelo método colorimétrico, em amostras de solo e tecido foliar é largamente utilizado em muitos laboratórios de análises químicas. O método baseia-se na reação, em meio ácido, do ânion  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  com o molibdato ( $\text{MoO}_4^{2-}$ ) e vanadato ( $\text{VO}_3^{2-}$ ), formando um complexo de coloração amarela. Esse processo gera uma grande quantidade de resíduos químicos à base de molibdênio e vanádio, metais tóxicos ao meio ambiente. A Embrapa, visando atender a legislação ambiental vigente, tem dado uma atenção às metodologias utilizadas, aos resíduos gerados em seus laboratórios, a destinação e os impactos causados por eles. Existe uma grande preocupação com todos esses processos de forma a não comprometer a imagem e a qualidade dos resultados gerados pela Empresa. A “economia de átomos” é um dos 12 princípios fundamentais da Química Verde e prevê a maximização dos processos analíticos, com a redução da quantidade de reagentes, sem desperdícios e consequente minimização dos resíduos que são nocivos à saúde humana ou ao ambiente. Esse trabalho teve como objetivo testar a análise de fósforo total pelo Método de Microplacas como um método alternativo para diminuir custos e o volume dos resíduos gerados durante a análise, proporcionando maior agilidade no processo analítico com menor consumo de reagentes. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Análises de Sistemas Sustentáveis (LASS) da Embrapa Amazônia Oriental e utilizou-se como referência o método padrão adotado pelo Laboratório de Solos para análise de P. Foram utilizadas 19 amostras de tecido vegetal do Programa Interlaboratorial de Análise de Tecido vegetal – PIATV – ESALQ/USP e 20 amostras aleatórias com teores de P entre  $0,5 \text{ g kg}^{-1}$  a  $5,0 \text{ g kg}^{-1}$ . As análises foram realizadas em triplicata, os extratos das amostras foram obtidos por meio de digestão nitroperclórica, quantificados com os volumes do método padrão (8 mL de extrato + 2 mL de solução reagente em espectrofotômetro a 440 nm) e, paralelamente, pelo método alternativo (0,2 mL de extrato + 0,05 mL de solução reagente em leitora de microplacas a 405 nm). Os resultados obtidos com o método alternativo (microplaca) mostraram-se compatíveis aos valores determinados pelo método colorimétrico padrão, apresentando uma fortíssima correlação entre os métodos analisados ( $R^2 = 0,9857$ ). Neste ensaio, foi utilizado somente 1/40 de reagente quando comparado ao volume do método padrão e representou um decréscimo de até 97,5% de resíduo gerado.

**Palavras-chave:** Determinação de fósforo, ensaio em microescala, química verde, tecido vegetal.

# A IMPLANTAÇÃO DE MÉTODOS ALTERNATIVOS AO USO DE ANIMAIS – ESTUDOS COM ZEBRAFISH NA EMBRAPA MEIO AMBIENTE

Vera Lúcia de CASTRO<sup>1\*</sup>, Zaira CLEMENTE<sup>1</sup>, José Henrique VALLIM<sup>1</sup>, Ana Lúcia MARIGO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Meio Ambiente/Laboratório de Ecotoxicologia e Biossegurança, \*vera-lucia.castro@embrapa.br,

<sup>2</sup>Embrapa Meio Ambiente/Laboratório de Ecossistemas Aquáticos

Atualmente, o uso do modelo animal em pesquisas está sob debate ético apesar de ser amplamente utilizado para a avaliação de toxicidade de um composto. O princípio dos 3 Rs da sustentabilidade propõe a redução do número de animais, o refinamento das técnicas visando evitar dor e sofrimento e a substituição desses testes por métodos alternativos. O Conselho Nacional de Controle da Experimentação Animal (CONCEA), vinculado ao Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação, é responsável por estabelecer normas para a experimentação animal no Brasil e substituir animais para propósitos científicos e didáticos quando existirem recursos alternativos. O CONCEA poderá reconhecer o método alternativo validado por centros para validação ou por estudos colaborativos internacionais publicados em compêndios oficiais. Dentro dos princípios dos 3Rs, o Laboratório de Ecotoxicologia e Biossegurança (LEB) da Embrapa Meio Ambiente realizou ensaios para a implantação de testes com embriões de peixe (*Fish Embryo Toxicity*, FET). O FET é uma abordagem promissora na ecotoxicologia, cujos resultados apresentam forte correlação com testes de toxicidade com peixes adultos. O uso de embriões de peixe como método alternativo está baseado no critério da alimentação independente de acordo com a *Directive animal welfare* 2010/63/EU. A OECD publicou o protocolo deste teste em 2013 (*Test Guideline* - 236). A espécie *Danio rerio* tem sido muito utilizada para o FET devido às suas características como a transparência dos ovos. O LEB realizou testes com os ovos 1 h após a fertilização, expostos individualmente em placas de poliestireno de 24 poços (com 2 mL da respectiva solução teste) e a diferentes concentrações de uma nanopartícula por 96 h. Os embriões foram inspecionados diariamente com auxílio de lupa. Houve interferência na eclosão das larvas entre outros efeitos. Observou-se que esse teste apresentou maior sensibilidade, praticidade e economia de recursos com relação aos realizados com peixes juvenis, podendo ser facilmente implantado em laboratório. No Brasil, contudo, o FET ainda não faz parte das normativas para avaliação de ecotoxicidade, apesar de alguns grupos já desenvolverem pesquisas com ele. Espera-se que, com o maior uso deste modelo, o teste passe a integrar aqueles aceitos pelos órgãos regulamentadores a exemplo da recomendação de uso em substituição ao teste de toxicidade aguda recentemente publicada (julho/2014) pelo Centro Europeu para Validação de Métodos Alternativos – ECVAM.

**Palavras-chave:** 3Rs, ecotoxicologia, *Danio rerio*, FET, normas.

**Órgão financiador:** CAPES, Embrapa.

**XIX MET**

XIX Encontro Nacional sobre Metodologias e Gestão de Laboratórios da Embrapa  
VI Simpósio sobre Procedimentos Analíticos e a Potencialidades dos Resultados na Agropecuária  
13 a 17 de outubro de 2014 - Fortaleza, CE

# MÉTODO ANALÍTICO RÁPIDO PARA QUANTIFICAÇÃO DOS ÁCIDOS GRAXOS DAS FORRAGENS POR CROMATOGRAFIA GASOSA

Ernando Ferreira MOTTA<sup>1\*</sup>, Larissa Lavorato LIMA<sup>2</sup>, Hernani Guilherme BARBOSA FILHO<sup>1</sup>, Mariana Fouraux Oliveira SALLES<sup>2</sup>, Marco Antonio Sundfeld da GAMA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Gado de Leite, Juiz de Fora, MG, \*ernando.motta@embrapa.br, <sup>2</sup>Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG

Os ácidos linoleico e  $\alpha$ -linolênico, presentes nas forragens, são precursores do ácido linoleico conjugado (CLA), um componente da gordura do leite de ruminantes com propriedades benéficas à saúde. A quantificação desses ácidos graxos é tradicionalmente realizada por cromatografia gasosa (CG), mas as condições analíticas comumente empregadas (ex.: coluna de 60 m, programa de temperatura, etc.) restringem a análise em larga escala. Neste estudo, objetivou-se estabelecer condições cromatográficas para uma rápida separação e quantificação dos principais ácidos graxos presentes nas forragens. Amostras previamente liofilizadas, contendo entre 10 mg e 50 mg de ácidos graxos totais, foram submetidas à extração e transesterificação direta pelo método de Sukhija e Palmquist (1988). Os ácidos graxos foram analisados por cromatografia gasosa (Agilent 6890N), com sistema de detecção FID a uma temperatura de 250 °C, *makeup* N<sub>2</sub> (30 mL/min) e relação 10:1 Ar/H<sub>2</sub>. Por meio de amostrador automático, os ésteres metílicos de ácidos graxos foram injetados (volume de 1,0  $\mu$ L, split 1:50, temperatura de 250 °C) em coluna capilar de alta polaridade (HP-FFAP, 25 m x 0,2 mm x 0,33  $\mu$ m), fase estacionária de ácido modificado polietilenoglicol nitroterafitálico, utilizando H<sub>2</sub> como gás de arraste a 1,0 mL/min. A temperatura inicial do forno foi ajustada a 100 °C, com rampa de aquecimento de 15 °C/min até 230 °C, mantida até a completa eluição dos ácidos graxos de interesse. Essas condições permitiram a eluição e completa separação dos principais ácidos graxos em tempo inferior a 10 minutos. A identificação dos ácidos graxos das amostras foi feita por comparação com os tempos de retenção observados em uma solução padrão contendo mistura de ésteres metílicos de C14:0, C16:0, C18:0, C18:1 *cis*-9, C18:2 *cis*-9, *cis*-12, e C18:3 *cis*-9, *cis*-12, *cis*-15 (Sigma-Aldrich). A concentração de ácidos graxos totais na amostra foi calculada em mg/g de matéria seca de amostra com base na extrapolação da área do padrão interno (C19:0), adicionado às amostras antes da extração. Amostras aleatórias foram injetadas em triplicatas para verificar a repetibilidade do método. O coeficiente de variação médio entre as repetições foi de 1,48%. Apesar do curto tempo de corrida, não houve espalhamento das bandas cromatográficas, ocasionando picos simétricos. As condições cromatográficas estabelecidas neste estudo permitem a análise do perfil de ácidos graxos de forrageiras em larga escala em virtude do tempo reduzido de análise.

**Palavras-chave:** forrageiras, gordura do leite, lipídeos, metodologia, ruminantes.

**Órgão financiador:** Embrapa Gado de Leite.

# DETERMINAÇÃO DE CUMARINA EM RECURSOS GENÉTICOS DE *Mikania glomerata* SPRENGEL E *M. laevigata* SCHULTZ BIP EX. BAKER

Ismael da Silva GOMES<sup>1</sup>, Rosa de Belém das Neves ALVES<sup>1</sup>, Roberto Fontes VIEIRA<sup>1</sup>, Dijalma Barbosa da SILVA<sup>1</sup>, Tânia da Silveira Agostini COSTA<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Brasília, DF, \*tania.costa@embrapa.br

A Farmacopeia Brasileira recomenda o uso das folhas do guaco (*M. glomerata* e *M. laevigata*) em função de seus efeitos balsâmicos para aliviar a tosse e como expectorante. A cumarina é o principal marcador químico descrito e a sua presença na planta produziria um aroma típico, lembrando baunilha. Entretanto, os materiais utilizados nos hortos do Brasil não estão sendo avaliados com relação aos teores deste marcador. O objetivo deste estudo foi padronizar metodologia analítica por HPLC-PDA (cromatografia líquida de alta eficiência – detector de arranjo de diodos) e avaliar o conteúdo de cumarina em folhas de 18 acessos de guaco coletados em 12 hortos de plantas medicinais no Brasil. A cumarina foi extraída a partir de 0,5 g de folhas secas (estufa ventilada, 40 °C) e homogeneizadas (40 mesh), usando 50 ml de etanol 70% em banho ultrassom (30 min, 30 °C). Separação em coluna Zorbax EclipseAgilent® 4,6 x 250 mm 5 µm; gradiente de eluição acetonitrila: H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 0,1%; (acetonitrila: 0 min, 16%; 12 min, 20%; 22 min, 30%); fluxo: 1 mL/min. Detecção: 275 nm; Limite de detecção: 0,1 µg/mL; Faixa linear (quantificação): 0,2-143 µg/mL (r = 0,99999). Recuperação: 99%-103%. Os teores de cumarina em *M. glomerata* variaram entre não detectado (em dois acessos sem o "aroma típico de guaco") e 1737,4±10,7 mg/100 (em acesso com "forte aroma de guaco"). Outro acesso classificado como "aroma normal" apresentou 787,0±12,3 mg/100 g de cumarina. Embora teores elevados tenham sido encontrados em dois acessos de *M. glomerata* (1.677,3 ± 14,8 e 1737,4±10,7 mg/100g), um acesso de *M. laevigata* também mostrou teor igualmente elevado de cumarina (1865,5±57,7 mg/100 g). A metodologia padronizada mostrou-se simples, rápida e eficaz para a determinação de cumarina em guaco e os resultados confirmaram sugestões anteriores, associando ausência e presença de aroma típico de guaco ao seu teor de cumarina. A grande variação encontrada nos acessos avaliados indica a necessidade de seleção de genótipo adequado para atender às demandas nos hortos e viveiros de plantas medicinais no Brasil. Além disso, os resultados sugerem que, embora *M. glomerata* seja a espécie mais comumente encontrada nos hortos, as duas espécies poderiam ser usadas indistintamente, conforme indicação na Farmacopeia Brasileira.

**Palavras-chave:** Guaco, HPLC-PDA, planta medicinal.

**Órgão financiador:** Embrapa.

# AVALIAÇÃO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO LIPÍDICA A FRIO EM AMÊNDOAS DE CASTANHA-DE-CAJU

Joelia Marques de CARVALHO<sup>1\*</sup>, Raimundo Wilane de FIGUEIREDO<sup>2</sup>, Paulo Henrique Machado de SOUSA<sup>2</sup>, Yuri Nobre POTI<sup>2</sup>, Jéssica Rocha de LIMA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, \*joelia@ifce.edu.br, <sup>2</sup>Universidade Federal do Ceará – Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos.

A extração de lipídeos é uma etapa fundamental tanto para a quantificação do teor de lipídeos em um alimento, quanto para remoção da fração lipídica para análise de sua composição. Por esses dois aspectos, deve-se considerar na escolha de um método analítico: seu rendimento de extração e a preservação da qualidade do material graxo extraído. O método de Bligh e Dyer, desenvolvido originalmente em 1959, emprega uma mistura de clorofórmio, metanol e água. É um método que oferece vantagens em relação ao método de Soxhlet, pois a amostra não sofre aquecimento preservando sua composição original. Neste trabalho, analisou-se o rendimento de extração lipídica de sete amostras de diferentes classes de amêndoa de castanha-de-caju, realizado pequenas modificações na metodologia original. Para extração utilizou-se  $30 \pm 0,002$  g de amêndoa de castanha-de-caju moída e posteriormente peneirada em peneira de malha de 2,0 mm. O material foi misturado com clorofórmio, metanol e água na proporção 1:2:0,8 (120 mL, 240 mL e 96 mL respectivamente) em frasco erlenmeyer tampado sob agitação por 30 minutos. Após esse período, adicionaram-se mais 120 mL de clorofórmio e 120 mL de solução de sulfato de sódio anidro a 1% e agitação por dois minutos. A mistura de solventes e farinha foi filtrada a vácuo, o que possibilitou uma maior extração das frações polar e apolar que ficam retidos na farinha de amêndoa quando do uso da filtração simples. Após filtração procedeu-se a separação das frações em funil de separação. O óleo foi removido da miscela com o auxílio de um rotaevaporador a 60 °C. O teor de lipídios encontrados para as amostra variou de 51,17% a 57,59%. Os valores encontrados foram superiores aos descritos na literatura para a amêndoa de castanha-de-caju. Sugere-se para aumento do rendimento de extração da fração lipídica da amêndoa de castanha-de-caju a padronização do tamanho das partículas com uso do peneiramento da amostra após a moagem, o que aumenta a área de contato com os solventes uniformemente e o uso da filtração a vácuo que auxilia na remoção dos solventes após a extração.

**Palavras-chave:** Bligh e Dyer, rendimento, óleo, solventes.

**Órgão financiador:** IFCE, UFC.

# IMAGENS EM ANÁLISES QUANTITATIVAS. ESTUDO DE CASO: DETERMINAÇÃO DE MATÉRIA ORGÂNICA EM SOLUÇÃO POR IMAGENS OBTIDAS POR SMARTPHONE

Diego Mendes de SOUZA<sup>1\*</sup>, Pedro Augusto de Oliveira MORAIS<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Centro Nacional de Pesquisa de Arroz e Feijão, Santo Antônio de Goiás, GO, \*diego.souza@embrapa.br,

<sup>2</sup>Universidade Federal de Goiás, Programa de Mestrado em Química, Goiânia, GO

Metodologias que utilizam análises de imagens vêm ganhando destaque em diversas áreas do conhecimento por se apresentarem como métodos limpos, rápidos, não destrutivos e de fácil processamento do diversificado conjunto de informações presentes em uma imagem. As câmeras hiperespectrais, por exemplo, são equipamentos de ponta tecnológica e são capazes de capturar imagens em escala nanométrica, devendo auxiliar a exploração analítica em avaliações físicas, químicas e biológicas, aliada à Análise Multivariada de Imagem. Por outro lado, aplicações simples de imagens digitais de câmeras comuns também podem ser alternativas aos laboratórios. Em 2014, o Laboratório de Análises Agroambientais enfrentou dificuldade de manutenção de seu único espectrofotômetro, que é utilizado na determinação de fósforo em solo e tecido vegetal, e matéria orgânica (MO) do solo. Por tudo isso, esse trabalho propõe a determinação de MO do solo por meio de imagens digitais obtidas por um celular *smartphone* em substituição à análise espectrofotométrica que detecta o íon  $\text{Cr}^{3+}$  (verde) como produto da reação de oxidação da MO em solução. Pesou-se 0,2 g de solos, coletado em duas diferentes fazendas, em cubetas cilíndricas de 16 mm, adicionou solução sulfocrômica, ajustando o volume final para 12,0 mL. Para calibração de ambos os métodos, utilizaram-se soluções padrão de glucose ([C orgânico] entre 0,1 e 0,8 g L<sup>-1</sup>). A partir de cada imagem foi extraído um histograma de frequência no sistema colorimétrico RGB (Red, Green, Blue) resultando em 768 variáveis justapostas. Dessas, apenas 5 variáveis foram selecionadas por meio do Algoritmo das Projeções Sucessivas, e a partir dessas construiu-se uma calibração por Regressão Linear Múltipla para prever a  $[\text{Cr}^{3+}]$  e, por conseguinte, a MO do solo. Os resultados médios de triplicatas foram 46,0 g kg<sup>-1</sup> e 48,2 g kg<sup>-1</sup> para amostra da Faz. Capivara; 18,4 g kg<sup>-1</sup> e 18,2 g kg<sup>-1</sup> para amostra da Faz. Palmital da Embrapa Arroz e Feijão; e R<sup>2</sup> de calibração 0,99<sub>96</sub> e 0,99<sub>78</sub>, respectivamente por espectroscopia e por imagens. Não foi observada diferença estatística para exatidão e precisão dos dois métodos por meio dos Testes T e F ao nível de  $\alpha$  0,05 e  $\nu$  2. Portanto, a determinação de MO por imagem digital se mostrou uma alternativa aplicável, e a estratégia utilizada pode ser aplicada a qualquer método espectrofotométrico na região do visível.

**Palavras-chave:** Análise Multivariada de Imagem, espectrofotometria, exatidão, precisão.

**Órgão financiador:** CNPAF.

# EFEITO DA TORREFAÇÃO NOS TEORES DE VITAMINA E EM FRUTAS OLEAGINOSAS

Priscila Aparecida MILANI<sup>1</sup>, Lauane Cristine PINHAT<sup>1</sup>, Elma Neide Vasconcelos Martins CARRILHO<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)/Centro de Ciências Agrárias (CCA), <sup>2</sup>Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)/ Centro de Ciências Agrárias (CCA) – Departamento de Ciências da Natureza, Matemática e Educação – DCNME, \*elma.carrilho@gmail.com

Esse trabalho visa determinar a concentração de vitamina E (D-alfa Tocoferol) em frutas oleaginosas, como o amendoim IAC 213 (amendoim vermelho), amendoim Runner, amêndoa e castanha-do-pará, por Cromatografia líquida de Alta Eficiência (HPLC), comparando as amostras in natura e após o efeito de torrefação. A vitamina E é lipossolúvel e de extrema importância para a saúde humana, pois atua como antioxidante, que é capaz de prevenir a ação dos radicais livres em nosso organismo, além de prevenir várias doenças como câncer, osteosclerose, diabetes, artrite e malária. Entretanto, existe um problema que a maioria das pessoas desconhece que é a degradação dessa vitamina em altas temperaturas. Diversas frutas oleaginosas, ricas em vitamina E são comumente consumidas após torrefação ou como ingredientes de pães e bolos, o que pode causar a perda desse nutriente por aquecimento. Os resultados obtidos indicaram que a torrefação, a 180 °C, provoca a perda de vitamina E devido a sua degradação. As amostras in natura de amendoim IAC 213 (vermelho), amendoim Runner, amêndoa e castanha-do-pará apresentaram os respectivos teores médios de vitamina E: 105 mg kg<sup>-1</sup>, 100 mg kg<sup>-1</sup>, 49 mg kg<sup>-1</sup>, 19 mg kg<sup>-1</sup>. Todavia, uma parte das amostras passou pelo processo de torrefação e, ao serem analisadas, essas amostras de frutas oleaginosas apresentaram teores de vitamina E abaixo do limite de quantificação do método. Isso indica que o valor nutricional é grandemente reduzido pelo aquecimento dessas frutas oleaginosas, sem que os benefícios esperados provindos dessa vitamina sejam adquiridos.

**Palavras-chave:** Degradação, HPLC, Tocoferol, valor nutricional.

**Órgão financiador:** UFSCar.

# EFEITO DA PREPARAÇÃO DE AMOSTRA NAS CONCENTRAÇÕES DE CARBONO TOTAL EM SOLOS NO NORDESTE DO PARÁ, AMAZÔNIA ORIENTAL

Fabiola Fernandes COSTA<sup>1,2\*</sup>, Steel Silva VASCONCELOS<sup>1</sup>, Saime J. S. de C. RODRIGUES<sup>1,3</sup>, Marcos Paulo F. de ALBUQUERQUE<sup>1,3</sup>, Cleo Marcelo de A. SOUZA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Amazônia Oriental, Belém, PA, <sup>2</sup>Universidade Federal do Pará (UFPA), Programa de Pós-Graduação em Química, Belém, PA, \*fabiolaffc@yahoo.com.br, <sup>3</sup>Universidade Federal Rural da Amazônia (UFRA), Belém, PA

O carbono dos solos da Amazônia tem sido objeto de preocupação em escala global não somente pelo seu efeito benéfico sobre a dinâmica dos nutrientes e dos agregados do solo, mas também pela capacidade desses solos em sequestrar o dióxido de carbono atmosférico, o que colabora para a mitigação das mudanças climáticas, segundo o Painel Intergovernamental sobre as Mudanças Climáticas (IPCC). Neste contexto, existe uma demanda crescente de determinação de carbono nesses solos, cujas estimativas são influenciadas pelo preparo das amostras e pelo método de combustão vias seca ou úmida. Com isso, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do preparo de amostra sobre a concentração de carbono de solos com diferentes texturas. Amostras de solos de texturas arenosa (n=27), média (n=21) e argilosa (n=12) foram coletadas nas camadas 0-5, 5-10, 10-20, 20-30, 50-70 e 70-100 cm na região nordeste do Pará. Cada amostra de terra fina, seca ao ar, foi pulverizada para passar em peneiras de 60 (0,25 mm), 80 (0,177 mm) e 100 (0,149 mm) mesh, além de secas a 40 °C por 24 horas. Em seguida, cerca de 1,0 g de amostra foi colocado em barca de cerâmica e incinerado em forno de resistência a 1.350 °C com detecção em infravermelho (LECO® CNS 2000, precisão de 0,4%). Para atender aos pressupostos de normalidade e homocedasticidade, parte dos dados foi transformada com log (10). O efeito da malha na concentração de carbono foi avaliado pela ANOVA de um critério, separadamente para cada classe textura; a comparação de médias foi realizada com Tukey ( $p < 0,05$ ). Não houve diferença significativa nas concentrações de carbono total do solo nas malhas de 80 mesh (1,94% C) e 100 mesh (2,18% C) para as amostras de textura arenosa; entretanto, ambas foram significativamente diferentes das amostras peneiradas com malha de 60 mesh (1,09% C). Para as amostras de textura média, não ocorreram diferenças significativas entre as malhas de 60 mesh (1,36% C) e 80 mesh (1,74% C), porém ambas diferiram da malha de 100 mesh (2,13% C). Já nas amostras de textura argilosa não houve diferenças significativas entre as malhas de 60 mesh (1,79% C), 80 mesh (1,73% C) e 100 mesh (1,75% C). Portanto, as amostras peneiradas na malha de 60 mesh subestimam as concentrações de carbono total do solo nas classes texturais arenosa e média, o que induz o uso das peneiras de 100 mesh para o preparo. Em relação às amostras de textura argilosa serão realizadas análises como maior unidade amostral para ratificação dos resultados obtidos.

**Palavras-chave:** Analisador elementar, combustão, peneira, textura.

**Órgão financiador:** Capes, Embrapa Amazônia Oriental.

# OTIMIZAÇÃO DO PROTOCOLO DE EXTRAÇÃO DE DNA DE MANDIOCA PELA ADIÇÃO DE DIFERENTES ANTIOXIDANTES

Anderson Cleyton Gualberto de SOUSA<sup>1\*</sup>, Elisa Ferreira MOURA<sup>1</sup>, Leonária Silva SOUZA<sup>1</sup>, Ilenilce Castro da SILVA<sup>2</sup>, Izaías Nascimento LEITE<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Amazônia Oriental, Laboratório de Genética Molecular, Belém, PA, Universidade Federal Rural da Amazônia, Laboratório de Genética Molecular, Belém, PA, \*leonaria.souza@embrapa

A extração de DNA é considerada etapa primordial em técnicas de análises genéticas que usam o genoma em qualquer espécie, pois a obtenção de DNA íntegro e livre de impurezas é a chave do sucesso na amplificação de produtos da PCR e na interpretação dos resultados. Dessa forma, esforços devem ser envidados para se obter DNA que tenha boa quantidade e qualidade, separando-o de outros constituintes celulares, como as substâncias fenólicas. A mandioca (*Manihot esculenta*) é uma espécie nativa e das principais culturas de subsistência da Amazônia brasileira e cujo processo de extração de DNA possui problemas de oxidação. O objetivo deste trabalho foi otimizar o protocolo de extração de DNA de mandioca pela adição de diferentes antioxidantes. Foram coletadas amostras de folíolos de plantas do BAG-Mandioca sendo mantidas sob refrigeração por 24 horas. Foi utilizado o método de extração baseado no uso do detergente CTAB – *Cationic hexadecyl trimethyl ammonium bromide*. Na ocasião da extração, as amostras foram lavadas, higienizadas com hipoclorito a 10%, cortadas e colocadas em cadinhos, sendo maceradas com o auxílio de nitrogênio líquido. Em cada tubo Falcon de 15 mL foi colocado macerado até alcançar 2 mL e acrescido de 2 mL de tampão de extração com ou sem PVP (polivinilpirrolidona, 0,02 g/2 mL). Em cada tubo foi também colocado outro agente antioxidante, sendo eles: BSA (albumina de soro bovino, a 1%, 40 µl/2 mL), PVPp (polivinilpolypirrolidona, 40 µL/2 mL) e β-mercaptoetanol (40 µL/2 ml), totalizando sete tratamentos. Após a obtenção e secagem do pellet, foram colocadas nas amostras 50 µL de TE e incubadas por 50 minutos para a diluição do DNA. Foi avaliada a quantidade e a qualidade do DNA pela quantificação em gel de agarose a 1% corado com brometo de etídio utilizando-se três padrões de DNA do fago λ (50, 100 e 200 ng µL<sup>-1</sup>). Foi constatado no perfil do gel a presença de grande quantidade de RNASE em todos os tratamentos, sendo obtido DNA de qualidade e com aproximadamente 100 ng µL<sup>-1</sup> no tratamento sem PVP na solução extratora e com adição de PVPp. Portanto, deve-se acrescentar PVPp no protocolo de extração de DNA de mandioca.

**Palavras-chave:** Amazônia, *Manihot esculenta*, quantificação de DNA, substâncias fenólicas.

**Órgão financiador:** Embrapa Amazônia Oriental.

# APRIMORAMENTO DE PROTOCOLO DE EXTRAÇÃO DE DNA PARA DUAS ESPÉCIES DE PALMEIRAS COM O USO DE DIFERENTES ANTIOXIDANTES

Leonaria Silva SOUZA<sup>1\*</sup>, Maria do Socorro Padilha de OLIVEIRA<sup>1</sup>, Anderson Cleyton Gualberto de SOUSA<sup>1</sup>, Ilenilce Castro da Silva<sup>2</sup>, Izaías Nascimento LEITE<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Amazônia Oriental, Laboratório de Genética Molecular, Belém, PA, <sup>2</sup>Universidade Federal Rural da Amazônia Laboratório de Genética Molecular, Belém, PA, \*leonaria.souza@embrapa.br

A extração de DNA de qualidade é uma etapa fundamental na realização de técnicas de análise direta do genoma de qualquer espécie, pois é por meio de fragmentos de DNA íntegros e livres de impurezas que se obtém sucesso na amplificação dos produtos da PCR e na interpretação dos resultados. Assim, para se obter quantidade suficiente de DNA e de boa qualidade, é necessário eliminar outros constituintes celulares como compostos fenólicos. O açazeiro (*Euterpe oleracea* Mart.) e o tucumazeiro (*Astrocaryum vulgare* Mart.) são palmeiras arbóreas, nativas da Amazônia que vêm apresentando problemas de oxidação no processo da extração de DNA. O objetivo deste trabalho foi aperfeiçoar o protocolo de extração de DNA dessas duas espécies com o uso de diferentes antioxidantes. Foram coletadas amostras de folíolos de plantas adultas de *E. oleracea* e de *A. vulgare* e mantidas sob refrigeração por 24 horas. O método de extração utilizado foi com o detergente CTAB – *Cetyl trimethyl ammonium bromide*. Antes da extração, as amostras foram higienizadas e maceradas em cadinhos com o auxílio de pistilo e nitrogênio líquido. Em cada tubo Falcon de 15 mL foi colocado macerado até 2 mL e adicionado 2 mL do tampão de extração com ou sem PVP (Polyvinylpyrrolidone a 0,02 g/2 mL) e outros agentes antioxidantes como: BSA (Albumina de soro bovino, a 1%, 40 µL/2mL), PVPp (Polyvinylpolipyrrolidone, 40 µL/2 mL) e β-mercaptoetanol (40 µL/2 mL), totalizando sete tratamentos por espécie. Após a obtenção e secagem do péllet de DNA, para a diluição do mesmo foram acrescentadas 50 µL de TE e RNase e incubadas por 50 minutos. Foi avaliada a quantidade e qualidade do DNA obtido em quantificação em gel de agarose a 1% corado com Brometo de etídio utilizando-se três padrões de DNA λ (50, 100 e 200 ng µL<sup>-1</sup>). Independentemente da solução extratora ser acrescida de PVP ou não, todas as amostras de açaí apresentaram boas quantidades de DNA e com qualidade, porém nos tratamentos com adição de BSA e PVPp sem PVP constatou-se no perfil do gel a presença de proteínas. No caso das amostras de Tucumã, os melhores resultados foram observados na solução com PVP adicionando qualquer um dos antioxidantes. Nas amostras de Tucumã em que foram acrescentados BSA ou PVPp, foi detectada a presença de RNA. Logo, na extração de DNA dessas palmeiras deve-se usar solução com PVP acrescido de PVPp especialmente na espécie de tucumã.

**Palavras-chave:** Amazônia, *Arecacea*, *Astrocaryum vulgare*, *Euterpe oleracea*, compostos fenólicos.

**Órgão financiador:** Embrapa Amazônia Oriental.

# RAZÃO DE ADSORÇÃO DE SÓDIO COMO INDICATIVO DE FITORREMEDIAÇÃO

Fabrcio ROSSI<sup>1</sup>, Marcos Roberto FERRAZ<sup>1\*</sup>, Tamara Maria GOMES<sup>1</sup>, Pedro Henrique de Cerqueira LUZ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade de São Paulo/Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA), Pirassununga, SP, \*mferraz@usp.br

A irrigação com águas residuárias permite o fornecimento de nutrientes e a manutenção da umidade para os cultivos. No entanto, os teores de sais presentes nos efluentes podem levar a processos de salinização e/ou sodificação do solo, tornando essa prática desvantajosa do ponto de vista ambiental. O estudo teve por objetivo verificar a razão de adsorção de sódio (RAS) como indicativo da fitorremediação de sódio pela a cultura do milho, em solo previamente irrigado com águas residuárias de laticínio. Para tanto, a RAS foi determinada antes e após o cultivo com milho. O delineamento foi em blocos casualizados, com dez tratamentos, em esquema fatorial (3 x 3) + 1, com quatro repetições. O milho foi cultivado por 65 dias em sucessão ao cultivo da beterraba, em esquema de reúso irrigado com águas residuárias, com os seguintes tratamentos: água tratada de abastecimento (AB), efluente aeróbio (EA), efluente anaeróbio (EAN), que apresentavam as seguintes quantidades de sódio: ND (não detectado), 50,25±13,05 mg L<sup>-1</sup> e 69,80±18,43 mg L<sup>-1</sup>, respectivamente. Esses três tratamentos foram aplicados em três lâminas de irrigação: 50%, 100% e 150% da evapotranspiração da cultura (ETc), com 50% da adubação nitrogenada. A testemunha (T) com 100% de nitrogênio, com AB e 100% ETc. Os extratos aquosos das amostras de solo foram realizados por pasta de saturação, conforme metodologia proposta pela Embrapa; posteriormente, foram determinados os teores de cálcio, sódio e magnésio, para o cálculo da RAS pela equação descrita por Ayers & Westcot. A RAS, antes do cultivo do milho, não apresentou diferenças em função da lâmina de irrigação, sendo determinados os valores: AB = 0,76; EA = 3,75; EAN = 3,56 e T = 0,72, todos em (mmolc L<sup>-1</sup>)<sup>1/2</sup>. A fitoextração foi de 3,83 mg kg<sup>-1</sup> de sódio para EAN e 4,17 mg kg<sup>-1</sup> de sódio para EA, sendo que ambos tratamentos não apresentaram diferenças estatísticas. Os valores da RAS após o cultivo do milho, como prática da fitorremediação, foram: AB = 0,35; EA = 1,64; EAN = 1,47 e T = 0,35, todos em (mmolc L<sup>-1</sup>)<sup>1/2</sup>. Após o cultivo do milho, houve redução média de 55% da RAS para todos os tratamentos, diferindo estatisticamente, entre antes e depois, apenas para os tratamentos com aplicação de efluentes. Desse modo, a razão de adsorção de sódio (RAS) possibilitou verificar a fitorremediação do cultivo de milho, potencial mitigador de sódio nos solos irrigados com efluentes de laticínio, garantindo a sustentabilidade ambiental na prática do reúso agrícola.

**Palavras-chave:** Águas residuárias, fitoextração, mitigação, *Penicetum glaucum*.

**Órgão financiador:** Fapesp, processo nº 2012/19239-0.

# OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE COLETA DE GASES GERADOS NA TÉCNICA DE REDUÇÃO DE ACETILENO

William SABINO<sup>1</sup>, Kátia Regina dos Santos TEIXEIRA<sup>2</sup>, Claudia Pozzi JANTALIA<sup>2</sup>, Bruno José ALVES<sup>2</sup>, Andréia Loviane SILVA<sup>\*2</sup>

<sup>1</sup>Curso Técnico em Automação-Senai/Itaguaí, RJ, <sup>2</sup>Embrapa Agrobiologia, Seropédica, RJ, \*andrea.loviane@embrapa.br.

A quantidade de nitrogênio requerida pelas culturas tem sido suprida pelo fornecimento de fertilizantes químicos ou orgânicos por meio da Fixação Biológica de Nitrogênio (FBN) realizada pela nitrogenase. A atividade da nitrogenase é medida pela técnica de redução de acetileno designada Atividade de Redução de Acetileno (ARA), e apresenta boa sensibilidade na ordem de nmoles/h. A medida é realizada por análise cromatográfica do gás contido no headspace da exposição de cultivos bacterianos, raízes noduladas e nódulos vegetais em atmosfera enriquecida com acetileno. O resultado cromatográfico quantifica a capacidade de redução do acetileno a etileno, gás extremamente leve e de difícil acondicionamento. O processo de coleta desta reação é um dos gargalos decisórios para a eleição de indivíduos capazes de realizar FBN o que põe em risco a confiabilidade dos resultados. O objetivo deste trabalho foi estudar formas de acondicionamento para amostras gasosas provenientes do headspace da Atividade de Redução de Acetileno (ARA). Cultivos bacterianos, raízes noduladas e nódulos foram expostos a atmosfera de 10% v/v de acetileno (99,94%). Os cultivos bacterianos foram expostos por 60 minutos, os cultivos de raízes noduladas e nódulos foram expostos por 30 minutos. Após cada período de incubação, a atmosfera gasosa foi coletada com auxílio de seringa BD acoplada à válvula de três vias, munida de agulha 25x7mm. O vácuo de 80 psi foi obtido por sistema acoplado à bomba elétrica, sendo a transferência realizada para vials de 10 mL e 20 mL, adicionados de um volume 30% a cada frasco, respectivamente. As amostras foram injetadas em pentaplicatas imediatamente à coleta. A seguir as amostras foram conservadas invertidas em água ( $\pm 25$  °C) e analisadas novamente em 24, 48, 72 e 168 horas. A concentração de acetileno para o ARA foi calculada contra uma curva de calibração de etileno ( $0,301 \text{ mol/mol}$ )  $y = 334x$  com  $r^2 = 0,998$ . O limite de detecção foi de 10 nmoles e o de quantificação de 50 nmoles. A partir desses resultados, foram calculados o coeficiente de variação e o desvio padrão (%). Os resultados indicaram que não há diferenças significativas para conservação até 72 horas, de modo que a coleta e armazenamento de gases no headspace, durante a reação de redução de acetileno, foi eficaz.

**Palavras-chave:** conservação de amostras gasosas, cromatografia gasosa, FBN, nitrogenase.

**Órgão financiador:** Embrapa Agrobiologia.

# DETERMINAÇÃO DE ÍON AMÔNIO POR ANÁLISE EM INJEÇÃO EM FLUXO E DETECÇÃO POR ESPECTROFOTOMETRIA

Davi Lopes ALVES<sup>1</sup>, Eduardo Pires BENDER<sup>1</sup>, Rodrigo CARVALHO<sup>2</sup>, Claudia Pozzi JANTALIA<sup>3</sup>,  
Andréia Loviane SILVA<sup>\*3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro/Unidade Acadêmica de Seropédica, RJ, <sup>2</sup>Colégio de Aplicação Emmanuel Leontsinis/Rio de Janeiro, RJ, <sup>3</sup>Embrapa Agrobiologia Seropédica, RJ, \*andrea.loviane@embrapa.br

O íon amônio é muito importante para os organismos produtores, especialmente porque sua absorção é energeticamente mais viável. Altas concentrações do íon amônio podem ter grandes implicações ecológicas e prejudicar toda a comunidade deste local. O processo de análise por injeção em fluxo (FIA) tem como conceito básico a inserção da amostra em fluido carregador que é escoado continuamente por tubulações finas até o detector. Durante o percurso, ocorrem os processos analíticos (diluições, separações, reações químicas, etc.) antes de atingir o detector. Para a determinação de íon amônio, existem várias configurações. O objetivo do trabalho foi estabelecer as condições de tempo, vazão, quantidade de reagentes, limite de quantificação para volatilizados de amônia pelo princípio de reação de Berteloh. As amostras foram coletadas em Luis Eduardo de Magalhães, BA, junto a lavouras de milho. Os volatilizados foram extraídos por agitação durante 30 min por uma solução de ácido sulfúrico (10%v/v). Os extratos foram mantidos em geladeira a 8 °C e quantificados por espectrofotometria selecionando-se o comprimento de onda de 647 nm. Foram testadas velocidades entre 1 rpm a 12 rpm, em duas faixas de concentração de 0,1 ppm a 1 ppm e de 1 ppm a 13 ppm. As equações das retas respectivamente  $y = 11,53 x + 0,96$  com  $r^2 = 0,964$  e  $y = 33,31 + 0,89 x$  com  $r^2 = 0,998$ . O limite de detecção foi de 0,1 ppm e o de quantificação foi de 0,3 ppm e velocidade ideal foi de 2 rpm. As amostras foram lidas em triplicatas calculando-se a média o coeficiente de variação o desvio padrão. O mesmo procedimento foi repetido em dias diferentes e por operadores diferentes. Os resultados indicam que as amostras de volatilizados provenientes de diferentes fontes de tratamentos com N se ajustaram à segunda curva de calibração que apresenta curva mais ajustada à linearidade. Para cada amostra, foram gastos em torno de 3,5 mL entre amostra, reagentes e o líquido carreador (água). O tempo total de análise ficou em 90 segundos e temperatura de 50 °C. Conclui-se que essa metodologia tem capacidade para quantificar as amostras de volatilizado de amônia numa ampla faixa de concentração.

**Palavras-chave:** análise por injeção em fluxo (FIA), espectrometria no visível, íon amônio, reação de Berteloh, volatilizados de amônia.

**Órgão financiador:** CNPq, FAPERJ, Embrapa Agrobiologia.

# OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS NA CASCA DE *Passiflora edulis* spp. UTILIZANDO SISTEMA SUBCRÍTICO E ULTRASSOM

Caroline Gondim de SOUZA<sup>1\*</sup>, Tigressa Helena Soares RODRIGUES<sup>2</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, \*carolinegondimdesouza@hotmail.com.br, <sup>2</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

Os resíduos produzidos durante a produção do suco de maracujá possuem níveis consideráveis de compostos bioativos que têm diversas propriedades funcionais. O processo de extração de compostos bioativos a partir de materiais de plantas é uma das etapas mais importantes para a recuperação desses compostos. Diversas metodologias de extração foram desenvolvidas nos últimos anos visando reduzir o uso de solventes orgânicos e elevar a eficiência da extração, assim tendo por finalidade reduzir os custos de processo e diminuir a poluição ambiental. Entre as metodologias recentes de extração, podemos citar a extração assistida por ultrassom (EAU) e a extração por líquido pressurizado (ELP). O objetivo do presente estudo foi verificar a influência das metodologias de extrações (EAU e ELP), bem como a influência dos solventes no rendimento dos extratos. As extrações foram realizadas utilizando 2 g de farinha de casca de maracujá. A EAU foi realizada em banho de ultrassom - Modelo: USC-1400 com frequência ultrassônica 40 kHz por 10 minutos, e as ELP foram realizadas em extrator automático pressurizado, nas condições de processo: temperatura de 80 °C; rinse de 5 minutos; tempo de extração de 10 minutos em cada ciclo e purga de 200 segundos. As extrações foram realizadas sequencialmente por três vezes, gerando três ciclos de extração para cada amostra. Os solventes utilizados foram soluções de metanol-água e etanol-água nas proporções 80:20, 70:30, 60:40 e 50:50 (v/v), respectivamente. O volume de solvente utilizado em cada extração foi de 120 mL. Posteriormente, os extratos foram evaporados e liofilizados. O rendimento das extrações foi calculado baseado na razão entre a massa em gramas de extrato obtido ao final do processo e a massa em gramas de farinha em base seca da casca de *Passiflora edulis* ssp. Posteriormente os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e as diferenças das médias foram determinadas pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%. Os resultados obtidos utilizando soluções de metanol indicam que os melhores rendimentos de extrato foram de 33%, 35% e 36% quando se utilizou a técnica de ELP nas concentrações 70:30; 60:40; 50:50, respectivamente e cerca de 33% quando se utilizou EAU na concentração de 70:30, pois não diferiram significativamente entre si. Já nas extrações realizadas com soluções de etanol o melhor rendimento foi de 36% quando se utilizou a ELP e solvente na proporção de 70:30.

**Palavras-chave:** extração assistida por ultrassom, extração por líquido pressurizado, maracujá, rendimento.

**Órgão financiador:** Capes, Embrapa, CNPq.

# AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE EXTRAÇÃO NA OBTENÇÃO DE METABÓLITOS DE QUEBRA-PEDRA

Adriana Dutra SOUSA<sup>1\*</sup>, Antônia Karine de Barros NOJOSA<sup>1</sup>, Rita de Cássia Alves PEREIRA<sup>2</sup>,  
Tigressa Helena Soares RODRIGUES<sup>2</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, \*drikkasousa@yahoo.com.br, <sup>2</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE.

No território brasileiro, o gênero *Phyllanthus* é popularmente conhecido como quebra-pedra, e amplamente usado na medicina popular devido às suas propriedades farmacológicas. Em geral, estudos qualitativos e quantitativos de compostos bioativos a partir de materiais vegetais dependem da seleção adequada do método de extração. Técnicas modernas de extração apresentam importantes vantagens sobre os métodos convencionais, destacando-se a redução do volume de solvente, alta eficiência de extração, seletividade e tempo operacional reduzido. Nesse sentido, avaliou-se a extração de metabólitos de *P. amarus* utilizando o método de extração sob refluxo (ESR), recomendado pela Farmacopeia Brasileira, e as técnicas de extração assistida por Ultrassom (EAU) e por líquido pressurizado (ELP). Ultrassom é um tipo especial de onda sonora que promove vibrações em um meio líquido induzindo o rompimento do tecido celular e liberação dos metabólitos. O conceito de ELP é a aplicação de alta pressão em uma temperatura fixa, promovendo maior solubilidade e eficiência na extração. No método por ESR, utilizou-se água como solvente na razão líquido-sólido (L/S) de 200 mL g<sup>-1</sup>, temperatura na faixa de 80-90 °C e tempo de extração de 30 min. A ELP foi conduzida com água na razão 8 mL g<sup>-1</sup>, temperatura de 80 °C e tempo de extração similar ao método ESR. No caso da extração por ultrassom, fixou-se a potência de extração em 400 W, razão água/sólido de 40 mL.g<sup>-1</sup> e 7 min de extração. De acordo com os resultados de rendimento de extrato, os valores obtidos de cada técnica foram: 17,27±0,55%; 16,85±0,35% e 14,75±0,28% para ESR, ELP e EAU, respectivamente. Segundo análise estatística, os rendimentos para ESR e ELP não diferem significativamente ao nível de significância de 5% pelo teste de Tukey (SigmaStat, versão 3.5). Vale ressaltar que, na técnica ELP, a razão líquido/sólido utilizado é menor, o que permite uma grande economia de solvente no processo. Em relação aos polifenóis, foram obtidas concentrações de 19,76±2,16 mg g<sup>-1</sup> de planta, 18,98±0,41 mg g<sup>-1</sup> de planta e 27,25±0,72 mg g<sup>-1</sup> de planta pelas técnicas de ESR, ELP e EAU, respectivamente. Embora os resultados de polifenóis dos processos de ESR e ELP não sejam significativamente diferentes, observa-se que o uso da técnica do ultrassom promoveu o aumento expressivo da concentração de polifenóis, sendo possível melhorar a obtenção de metabólitos de quebra-pedra utilizando métodos não convencionais de extração.

**Palavras-chave:** líquido pressurizado, *Phyllanthus amarus*, polifenóis, refluxo, ultrassom.

**Órgão financiador:** CNPq, Funcap, Embrapa.

# USO DA METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA NA OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS DE QUEBRA-PEDRA POR MÉTODOS NÃO CONVENCIONAIS

Adriana Dutra SOUSA<sup>1\*</sup>, Antônia Karine de Barros NOJOSA<sup>1</sup>, Ana Isabel Vitorino MAIA<sup>1</sup>, Tigressa Helena Soares RODRIGUES<sup>2</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, \*drikkasousa@yahoo.com.br, <sup>2</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

A Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) consiste em uma ferramenta de otimização que define as relações entre as diferentes variáveis de uma metodologia experimental por meio de um modelo matemático cuja perspectiva gráfica é denominada Superfície de Resposta. Atualmente, existem diversas técnicas modernas de extração de metabólitos secundários da biomassa com vantagens significativas sobre os métodos convencionais, como redução do consumo de solvente, eficiência da extração, e tempo operacional reduzido. Dentre essas técnicas, destacam-se a extração assistida por ultrassom (EAU) e a extração com líquido pressurizado (ELP). Neste trabalho, avaliaram-se diferentes parâmetros de extração por ultrassom e líquido pressurizado de compostos fenólicos de *Phyllanthus amarus* (quebra-pedra) por MSR. No método EAU, cinco gramas da planta seca foram extraídos com água de acordo com o delineamento composto central rotacionado, com três variáveis independentes: tempo (1,6 - 8,4 min), potência (132 W - 468 W) e razão líquido/sólido (13 - 47 mL g<sup>-1</sup>). Em relação ao método ELP, também 5 g de planta seca foram extraídos com água seguindo o mesmo planejamento experimental utilizado para EAU no qual as variáveis independentes foram temperatura (108 - 192 °C) e tempo de extração (4 - 26 min). Os resultados de rendimento de extrato e concentração de polifenóis foram analisados utilizando o software STATISTICA (Statsoft versão 7.0). Na extração por ultrassom, os coeficientes de determinação (R<sup>2</sup>) dos modelos para rendimento de extrato e concentração de polifenóis foram: 0,87 e 0,84, respectivamente. No caso do método ELP, os valores de R<sup>2</sup> para rendimento de extrato (0,98) e concentração de polifenóis (0,89) foram maiores. Os termos lineares do tempo, potência e da razão L/S foram positivos e significativos na análise de rendimento e concentração de polifenóis do extrato obtido por EAU, indicando que a elevação dessas variáveis favorece a extração. Resultado similar foi obtido por ELP, pois o aumento da temperatura e tempo de extração contribuiu para o aumento do rendimento e concentração de polifenóis. Os modelos obtidos para EAU e ELP foram significativos, permitindo a otimização dos métodos de extração. As condições ótimas de extração foram: tempo de 8,4 min, potência de 468 W e razão L/S de 47 mL g<sup>-1</sup> para EAU, com rendimento de 15,78% e teor de polifenóis de 28,81 mg g<sup>-1</sup> de planta; e 192 °C/15 min para ELP, com 31,82% de rendimento e 52,97 mg g<sup>-1</sup> de planta.

**Palavras-chave:** líquido pressurizado, *Phyllanthus amarus*, polifenóis, ultrassom.

**Órgão financiador:** CNPq, Funcap, Embrapa.

# METODOLOGIA PARA ELETROFORESE DE ÁCIDOS NUCLEICOS COM INTERCALAÇÃO FLUORESCENTE PRÉ-CORRIDA SEM DISTORÇÃO NO PADRÃO DE MIGRAÇÃO

Leonardo Furtado de OLIVEIRA<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Meio-Norte, Teresina, PI, \*leonardofurtado@hotmail.com

Os avanços ocorridos nos últimos tempos na biologia molecular têm possibilitado identificar e usar a variação genômica no melhoramento genético. A informação genética pode ser acessada por meio do uso de corantes que se intercalam à molécula de DNA, formando um complexo fluorescente, permitindo sua visualização em géis eletroforéticos. Vários corantes intercalantes têm sido utilizados como corantes de ácidos nucleicos, sendo o brometo de etídio (EtBr) o mais utilizado, por ser relativamente barato e possuir sensibilidade adequada. No entanto, o EtBr possui atividade mutagênica e carcinogênica, além de uma fluorescência intrínseca alta, o que contribui para fluorescência de fundo. Outros corantes comerciais podem substituir o EtBr, porém seus protocolos, em que são adotados banhos dos géis pós-corrída, aumentam consideravelmente os custos dos ensaios em razão do preço elevado do reagente, e restringem a sua utilização na rotina dos laboratórios. Alternativamente, pode-se utilizar uma quantidade inferior do corante intercalante junto com as amostras de DNA, em uma coloração (pré-corrída), barateando os custos. Essa abordagem muitas vezes gera distorções na migração dos fragmentos, pois o complexo (DNA+intercalante) pode possuir peso molecular diferente, mesmo em fragmentos de DNA de peso molecular igual. O objetivo deste trabalho foi estabelecer uma metodologia alternativa para utilização do Gel Red, que é um corante intercalante de alto peso molecular (10x EtBr), não mutagênico e carcinogênico, junto com as amostras de DNA em colorações (pré-corrída), de maneira a minimizar os problemas de distorções. Com essa finalidade, realizou-se uma série de testes em que se variou a quantidade de DNA, peso molecular dos fragmentos e concentração do corante fluorescente. Os resultados mostraram que as distorções sofrem influência do peso molecular do fragmento de DNA e da diluição do corante. Em diluições sucessivas do corante, verificou-se que a influência da interação heterogênea (DNA+intercalante) não foi suficiente para acarretar distorções. A diluição de 1:1000 do corante intercalante possibilitou a visualização de todos os fragmentos sem a ocorrência de distorções. Além de possibilitar a redução do volume e a redução dos custos com o uso do corante intercalante.

**Palavras-chave:** concentração, DNA, intercalante, resíduos.

**Órgão financiador:** Embrapa Meio-Norte.

# USO DA CROMATOGRAFIA FLASH COMO MÉTODO ALTERNATIVO E DE BAIXO CUSTO PARA A SEPARAÇÃO DOS PRINCIPAIS COMPONENTES DO LCC

Lorena Mara Alexandre e SILVA<sup>1\*</sup>, Jéfferson Malveira CAVALCANTE<sup>2</sup>, Paulo Riceli Vasconcelos RIBEIRO<sup>1</sup>, Kirley Marques CANUTO<sup>1</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE, \*lorena.mara@embrapa.br, <sup>2</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE

A castanha-de-caju é um dos mais importantes insumos agroindustriais do Ceará, sendo aproveitados comercialmente a amêndoa e um líquido escuro, conhecido por líquido da casca da castanha do caju (LCC), que é composto de alquilfenóis e pode ser aplicado na produção de materiais biologicamente ativos, surfactantes, polímeros e aditivos. Esse óleo é classificado em dois tipos: (1) natural, rico em ácidos anacárdicos e (2) técnico, com elevado percentual de cardanol. Neste trabalho, a cromatografia flash (CF), uma técnica de separação rápida e econômica e a Ressonância Magnética Nuclear (RMN), uma técnica rápida, não destrutiva e que permite a caracterização inequívoca de compostos, foram utilizadas para a separação dos principais produtos do LCC técnico e caracterização. Assim, 0,9 mL do LCC solubilizado em hexano (51,7 mg/mL), foi submetido à CF em um equipamento Varian 971-FP, equipado com uma coluna de sílica 35 SF10-4g, fluxo de 8 mL/min, comprimento de onda de 254 nm, utilizando-se o solvente A (diclorometano, grau P.A.) e solvente B (metanol grau, P.A.) com o seguinte programa de eluição: isocrático de 100% A por 2 minutos seguido de um gradiente de 50% A B até 8 minutos. As frações foram coletadas automaticamente e analisadas por RMN uni e bidimensional em um espectrômetro Agilent DD2 de 600 MHz, equipado com uma sonda One Probe de 5 mm de diâmetro interno (H-F/15N-31P), de detecção inversa e gradiente de campo no eixo "z". Os espectros de RMN foram obtidos em CDCl<sub>3</sub>. O cromatograma de UV exibiu 2 picos. Os dois picos principais foram identificados como cardanol (tr= 1.9 min, 30,5 mg) e cardol (tr= 6.9 min, 9,7 mg), correspondendo respectivamente a 65,6% e 20,8% do extrato. As frações iniciais, finais, intermediárias, incluindo os picos obtidos, foram coletadas para o cálculo de recuperação, o qual foi bastante satisfatório (em torno de 95%). Esses resultados demonstraram que a cromatografia flash pode ser eficientemente aplicada no fracionamento de extratos, já que os compostos isolados, apesar de estruturalmente semelhantes, puderam ser separados com boa resolução e em um curto tempo de corrida. Devemos ressaltar ainda a economia que pode ser alcançada com esse método, já que a cromatografia flash é um método rápido, facilmente escalonável e de custo reduzido, uma vez que o equipamento requer um investimento menor e permite o uso de solventes mais baratos do que aqueles empregados na cromatografia líquida de alta eficiência.

**Palavras-chave:** cardanol, cardol, líquido da castanha-de-caju, RMN.

**Órgão financiador:** Embrapa Agroindústria Topical.

# USO DE DÍPTERA COMO BIOINDICADORA EM ESTUDOS ECOTOXICOLÓGICOS COM NANOPARTÍCULAS

Ana Lucia MARIGO<sup>1\*</sup>, Mariana Silveira G. M. SILVA<sup>1</sup>, Claudio Martin JONSSON<sup>2</sup>, Vera Lucia CASTRO<sup>2</sup>, Nayara Cyrino CARVALHO<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Meio Ambiente/Laboratório de Ecossistemas Aquáticos, \*ana.marigo@embrapa.br, <sup>2</sup>Embrapa Meio Ambiente/Laboratório de Ecotoxicologia e Biossegurança.

Apesar do uso promissor dos nanomateriais em diversos setores da indústria, tem aumentado a preocupação com seus resíduos perante a saúde humana e o meio ambiente. A presença de resíduos de nanomateriais no ambiente pode ser em decorrência de seu uso industrial e laboratorial, por meio do seu descarte inadequado. Sendo assim, atualmente existe a necessidade da realização de estudos para avaliar os possíveis impactos da nanotecnologia no meio ambiente. Mesmo com a existência de normas internacionais para ensaios ecotoxicológicos, quando aplicadas a amostras de nanomateriais, tais normas necessitam de adaptações devido à particularidade de cada composto. Diversos organismos têm sido empregados em avaliações toxicológicas, entre eles os organismos bentônicos, amplamente utilizados em avaliações da qualidade da água em rios, lagos e represas, por sua capacidade em detectar alterações provenientes de poluentes orgânicos e inorgânicos no sedimento de fundo. Dentre os macroinvertebrados bentônicos, destaca-se a família Chironomidae (Diptera) cosmopolita e encontrada em grande número nos mais diversos ecossistemas aquáticos. O objetivo desse estudo foi testar metodologias para ensaios ecotoxicológicos com amostras de nanopartículas decantadas, utilizando a larva de *Chironomus sancticaroli* como bioindicadora. O ensaio preliminar objetivou estabelecer a faixa ideal de concentração para os testes (finding ranging test). Foram expostas larvas de 2º instar de *C. sancticaroli* a amostras de nanopartículas provenientes da queima do bagaço da cana. Foram realizados ensaios utilizando quatro concentrações: 2, 20, 200 mg/L e 2 g/L mais o controle da amostra particulada, com duas réplicas por concentração. Cada réplica com 10 larvas foi exposta por um período de 24 e 48 horas. Paralelamente foram realizados testes de qualidade de forma a assegurar a procedência dos organismos utilizados nos bioensaios (carta controle). Ao final do experimento, com 48 horas de exposição, a maior porcentagem de organismos imóveis ocorreu na concentração de 200 mg/L (92% de organismos imóveis). Também foi observada a ingestão da nanopartícula pelas larvas em quantidade diretamente proporcional à concentração do composto testado. No entanto, será preciso repetir os testes, para se avaliar o grau de toxicidade dessa partícula sobre as larvas desse quironomídeo e determinação da LC50. A partir de então, será possível sugerir adequações de protocolos metodológicos para efeitos dos nanomateriais sobre organismos aquáticos.

**Palavras-chave:** bentônicos, *Chironomus sancticaroli*, ecotoxicologia.

**Órgão financiador:** Embrapa Meio Ambiente.

# USO DA ANÁLISE POR RMN DE RAÍZES DE MELOEIRO, SUBMETIDO A CONDIÇÕES QUE MIMETIZEM MUDANÇAS CLIMÁTICAS GLOBAIS, PARA AVALIAÇÃO DO PERFIL DE METABÓLITOS

Laíse Ferreira de ARAÚJO<sup>1\*</sup>, Lorena Mara Alexandre e SILVA<sup>2</sup>, Marlos Alves BEZERRA<sup>2</sup>, Francislene ANGELOTTI<sup>3</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, \*laiseferreiradearaujo@gmail.com, <sup>2</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE, <sup>3</sup>Embrapa Semiárido, Petrolina, PE

A espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN) é uma técnica muito utilizada para identificar metabólitos presentes nas plantas. Estudos que abordam os mecanismos que promovam uma melhor compreensão de como esses metabólitos são acumulados, bem como a interferência de componentes relacionados às mudanças climáticas globais, são relevantes a fim de proporcionar conhecimento para a geração de variedades produtivas e adaptadas. Esse trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia para a obtenção de um perfil de metabólitos primários e secundários presentes nas raízes de meloeiro, submetido a um estresse que mimetize as mudanças climáticas globais. Os ensaios foram realizados na Embrapa Semiárido (Petrolina, PE), em diferentes temperaturas e níveis de CO<sub>2</sub>. No primeiro experimento, foram utilizadas câmaras de crescimento para cultivar o meloeiro, submetido a diferentes temperaturas (37 °C e 40 °C). Já no segundo experimento, realizado em campo, foram utilizadas estufas de topo aberto de 2 m de diâmetro, com os seguintes tratamentos: (1) Estufa com plástico lateral e adição de CO<sub>2</sub> (550 ppm); (2) Estufa com plástico lateral e CO<sub>2</sub> ambiente e (3) sem plástico e CO<sub>2</sub> ambiente. O delineamento foi inteiramente casualizado, com três repetições. A irrigação e a adubação foram feitas de acordo com as recomendações técnicas da cultura. Para as análises, as raízes foram coletadas com 30 dias de desenvolvimento e maceradas com nitrogênio líquido. Para a análise de RMN, foram pesados 25 mg da raiz macerada, adicionados 0,7 mL de MeOD e submetidos a 20 minutos de ultrassom. O sobrenadante foi removido e analisado em um equipamento Agilent DD2 de 600 MHz, equipado com uma sonda One Probe de 5 mm (H-F/15N-31P) e gradiente de campo no eixo "z". A RMN tem sido vastamente aplicada no estudo metabolômico de plantas submetidas a estresse, adulteração de sucos, fluidos animais, organismos geneticamente modificados, etc. Contudo, a utilização da RMN/metabolômica no estudo do efeito das mudanças climáticas sobre plantas não foi ainda reportado. Assim, a metodologia proposta permitiu a obtenção de espectros de RMN uni e bidimensionais com boa relação sinal/ruído e resolução espectral em um curto período, possibilitando, assim, a caracterização dos compostos majoritários das raízes, como carboidratos, aminoácidos e compostos fenólicos. Como um segundo estágio do estudo, ferramentas estatísticas serão utilizadas para mapear variações no metabolismo do indivíduo.

**Palavras-chave:** *Cucumis melo* L., efeito estufa, estresse ambiental, metabolômica, ressonância magnética.

**Órgão financiador:** CNPq, Funcap, Embrapa Agroindústria Tropical, Embrapa Semiárido, INCTSal.

# VALIDAÇÃO DO USO DO EQUIPAMENTO REDUTEC NA DETERMINAÇÃO DE AÇÚCARES EM MEL

Ieda Maria Baade dos SANTOS<sup>1\*</sup>, Bruno Almeida de SOUZA<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Meio-Norte, Teresina PI, \*ieda.santos@embrapa.br

A produção de mel no Estado do Piauí se encontra em plena expansão, embora nos últimos anos tenha sido observada redução significativas devido à forte estiagem, resultando na perda de muitas colmeias que acabam morrendo ou migrando para outras região. Em 2014, a produção de mel se restabeleceu triplicando o volume de mel exportado. O laboratório de Apicultura da Embrapa Meio Norte recebe e analisa amostras de méis do setor privado quanto aos parâmetros físico-químicos exigido pelo Ministério da Agricultura e Abastecimento (Mapa). A determinação da concentração de açúcares em méis está entre os oito parâmetros exigidos pelo Mapa. O objetivo deste trabalho foi validar o uso do Equipamento Redutec na determinação de açúcares em méis substituindo a placa quente e Erlenmeyer utilizados pelo método oficial modificado de Lane e Eynon (1934) reconhecido pelo Mapa. O uso do Redutec proporciona um ganho de tempo significativo na realização da análise (4:1 amostra de mel) quando relacionado com o uso da placa quente e Erlenmyer, além de apresentar um sistema de leitura em mV que dispensa o uso do indicador para determinar o ponto final da reação de oxirredução da amostra de mel com o licor de Fehling A e B, utilizado na determinação de açúcares pelo método. Os testes de validação foram realizados em paralelo, Redutec (equipamento de estudo)/placa quente e Erlenmeyer (método oficial) e em triplicatas. Foram avaliadas duas amostras de méis (A e B) escolhidas aleatoriamente, com solução nas concentrações de 0,5% e 1,0% de mel e em uma solução padrão de glicose a 0,5%. Os resultados obtidos apresentaram na solução a 0,5% um desvio padrão (DP) de zero nas titulações da amostra A e um DP de 0,017 entre as titulações da amostra B. Para solução com concentração de mel a 1%, o DP foi de 0,016 nas amostras A e B. Na solução Padrão, o resultado dos volumes gastos nas titulações foi igual em ambos os métodos, com DP zero. O teste de Duncan a 1% de probabilidade não apresentou diferença significativa quando aplicado entre os resultados dos percentuais de açúcares das amostras A e B obtidos com o uso da placa quente e Erlenmeyer e do Redutec. Diante dos resultados obtidos, conclui-se que o Redutec pode ser aplicado na determinação de açúcares em méis, com ganho de 75% de tempo de realização das análises, redução do uso de vidraria, pois dispensa o uso de Erlenmeyer utilizado pelo método convencional e ainda apresenta uma maior segurança do ponto de viragem.

**Palavras-chave:** laboratório, método convencional, placa quente.

**Órgão financiador:** Embrapa Meio-Norte.

# DETERMINAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE FENÓLICOS DE FEIJÃO COMUM DURANTE SEU ARMAZENAMENTO POR LC-MS E CLAE

Paulo Riceli Vasconcelos RIBEIRO<sup>1\*</sup>, André Martins da SILVA<sup>2</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>1</sup>, Guilherme Julião ZOCOLO<sup>1</sup>, Priscila Zaczuk Bassinello<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE, \*paulo.riceli@embrapa.br, <sup>2</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, <sup>3</sup>Embrapa Arroz e Feijão, Santo Antonio de Goias, GO

Grãos de feijões do grupo carioca, quando armazenados, tendem a escurecer e endurecer com o tempo. Compostos fenólicos podem ter relação com esses fenômenos irreversíveis. A Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE/HPLC) é a técnica usual de análise e quantificação da composição fitoquímica em alimentos. O acoplamento da CLAE com um analisador de massas, o espectrômetro de massas, permite a caracterização de novos constituintes aumentando sensivelmente a elucidação de novos metabólitos (LC-MS). Nesse sentido, o presente trabalho permitiu avaliar o efeito do armazenamento do grão sobre a composição e quantificação de compostos fenólicos em diferentes amostras de feijão (*Phaseolus vulgaris* L.) por meio de CLAE e LC-MS, observando-se a mudança na concentração desses compostos em grãos submetidos a diferentes condições controladas de tempo, umidade e temperatura de armazenamento. Foram analisados os genótipos armazenados durante 0, 36, 72 e 108 dias do grupo carioca: BRS, MG Madrepérola, BRS Estilo, CNFC-10467, BRS-Pontal e uma linhagem canadense de *Pinto beans* (1533-15). Os extratos de feijão foram obtidos por extração sólido-líquido. Inicialmente foram pesados 400,0 mg do tegumento, cotilédone e grão inteiro e adicionados 10,00 mL da solução de metanol-água-ácido clorídrico (50:48:2) e colocados em banho ultrassônico por 1 hora. O extrato foi centrifugado e filtrado por meio de membranas de nylon com poros de 0,22  $\mu$ m (allcrom) e analisados por CLAE e LC-MS. A análise por LC-MS permitiu identificar sete metabólitos no tegumento: dímero, trímero e tetrâmero de procianidina, unidades de (e)cat-(e)cat e (e)afz-(e)cat-(e)cat, kaempferol-3-o-glucosídeo, kaempferol 3-o-(6-o-malonil) glicosídeo. Não foram encontrados picos satisfatórios no cotilédone e grão inteiro, o que resultou somente nas análises do tegumento. A quantificação do constituinte foi realizada somente com o Kaempferol, pois foi o pico mais expressivo no tegumento. A regressão linear apresentou o coeficiente de determinação  $r=0,9997$  e equação da reta igual a  $y=1,0189 \cdot 10^{-005}x + 1,7694$ . A análise dos dados mostrou que a concentração de Kaempferol se altera com as condições de armazenamento. Entretanto, outras análises químicas devem ser realizadas, como a análise da capacidade antioxidante, para identificar os fatores que provocam o escurecimento do feijão.

**Palavras-chave:** Alteração da cor, concentração de kaempferol, elucidação, isolamento.

**Órgão financiador:** Embrapa.

# USO DE RMN <sup>1</sup>H COMO UM MÉTODO ALTERNATIVO RÁPIDO E EFICIENTE PARA A AVALIAÇÃO QUÍMICA DE SUCO DE MARACUJÁ PASTEURIZADO

Marcia Valeria Lacerda SOARES<sup>1\*</sup>, Lorena Mara Alexandre e SILVA<sup>2</sup>, Kirley Marques CANUTO<sup>2</sup>, Nedio Jair WURLITZER<sup>2</sup>, Edy Sousa de BRITO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, \*marcinha\_lacerd@yahoo.com.br, <sup>2</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE.

Na elaboração de sucos de frutas, são empregados tratamentos térmicos, como a pasteurização, a fim de conservar o produto por mais tempo. Entretanto, tendo em vista que esse processo, dependendo do binômio tempo x temperatura, pode provocar mudanças na composição química e conseqüentemente afetar a qualidade nutricional e sensorial do produto, faz-se necessário monitorar essas alterações. No controle de qualidade de sucos de frutas, são utilizados geralmente métodos cromatográficos para a determinação das concentrações totais ou individuais de açúcares, aminoácidos e ácidos orgânicos. Contudo, essas análises são laboriosas e dispendiosas, pois requerem a aplicação de três metodologias específicas para cada uma dessas classes de compostos, ou seja, diferentes preparos de amostras, fases móveis, tipos de colunas e detector, bem como um longo tempo de corrida e uma grande disponibilidade de padrões analíticos de referência. A fim de superar esses inconvenientes, avaliamos o uso da Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio (RMN <sup>1</sup>H) em suco de maracujá, pasteurizado em diferentes condições, visando determinar possíveis mudanças químicas causadas pelo tratamento térmico. Os maracujás, adquiridos na Ceasa de Fortaleza, CE, foram lavados, cortados e despulpados, e o suco obtido foi pasteurizado em um pasteurizador FT74 UHT/HTST (Armfield), nas condições: 85 °C por 15 s, 30 s e 60 s e 140 °C por 4 s, 15 s, 30 s e 60 s. O RMN foi previamente calibrado para a realização das quantificações por meio de uma curva de calibração com soluções padrões de lapachol, em CDCl<sub>3</sub>, cujo r<sup>2</sup> foi de 0,98. Para as análises de RMN <sup>1</sup>H, alíquotas em duplicata de 3 g do suco foram retirados e centrifugados a 3500 rpm por 15 min. Uma alíquota de 130 µL do sobrenadante foi extraída, à qual se adicionaram 20 µL de EDTA, 350 µL de CD<sub>3</sub>OD e 1% de TSP. Assim, oito espectros de <sup>1</sup>H RMN por tratamento foram obtidos em um RMN Agilent DD2 de 600 MHz, equipado com uma sonda One Probe- 5 mm de detecção inversa, gradiente de campo no eixo “z” e utilizando-se uma sequência de pulsos para a saturação do sinal da água. Com a metodologia aplicada, foi possível determinar, em uma única análise, açúcares, aminoácidos, ácidos orgânicos e etanol de forma rápida (24 min). Além disso, pôde-se observar variações significativas, como a completa degradação da sacarose na amostra submetida à condição mais drástica (140 °C/60 s) e um aumento da concentração de etanol para uma das amostras (85 °C/30 s).

**Palavras-chave:** esterilização, *Passiflora*, pasteurização, ressonância magnética.

**Órgão financiador:** Capes, Embrapa Agroindústria Tropical, CNPq.

Realização:



*Agroindústria Tropical*

Patrocínio:

**analítica**

ELGA  **VEOLIA**

**KASVI**

**POLIMATE**

 **Agilent Technologies**



  
**Malvern**

 **altmann**  
altmann s.a. importação e comércio

**ALscience**  
BESTA, ENGENHARIA E METROLOGIA

 **ALESCO**

 **LABCONTROL**  
Instrumentos Científicos Ltda.

**BUCHI**  
LABORATORY

  
TECNOGLOBO

 **REM**

**HAMILTON**

**Embrapa**

Ministério da  
Agricultura, Pecuária  
e Abastecimento

GOVERNO FEDERAL  
**BRASIL**  
PAÍS RICO É PAÍS SEM POBREZA