

08053
1947
FL-PP-08053

GRONÔMICO DO NORTE



RELATORIO

SOBRE AS ATIVIDADES DA SECÇÃO DE
QUÍMICA

Durante o Ano de 1947, apresentado ao Snr. Diretor do IAN pelo Encarregado
da referida Secção

Químico Industrial GERSON PEREIRA PINTO
//

1947

Em, 31 de Janeiro de 1948.

Do: Snr. Responsável pela Seção de Química.

Ao: Snr. Diretor do I.A.N.

Assunto: Relatório da Seção de Química durante o ano de 1947.

Prezado Snr. Diretor:

Tenho o prazer de remeter a V.S. o Relatório d'esta Seção referente ao ano próximo passado.

No presente estão registradas todas as nossas atividades e consta das seguintes subdivisões:

a) Pessoal:

Técnicos

Laboratoristas

Datilógrafo

Serventes

b) Material:

Material e aparelhagem de laboratório

Material Vegetal

c) Trabalhos:

Nota sobre o Concurso de Laboratoristas

Notas sobre as preleções do Curso do B.C.B.

Sobre Timbó.

Experimentos executados sobre:

Pesquisas Analíticas

Dados para a Industrialização

Tecnologia

Análises

Sobre Oleos:

Composição dos ácidos graxos do óleo de Uacú

Sobre Chocolate:

Fermentação

Obtenção do Chocolate

Sobre Xilano.

Sobre Análises gerais.

Sobre Alimentação do gado.

Consultas e visitas.

INTRODUÇÃO

As realizações da nossa Secção durante os dōze mēses passados, caracterizaram-se pelos trabalhos executados nos setores : Ciēncia pura Analítica e Tecnologia.

Em relação á primeira, efetuamos pesquisas sobre a composiçāo quali-quantitativa do oleo de uacú, com o que terminamos um trabalho sobre o mesmo, o qual ser em parte transcrito quando em logar prprio.

Na parte analtica, continuamos a efetuar determinaçes do principal constituinte ietoxtico dos Timbs bem como anlises de Mandioca. Estas foram executadas a pedido de Secço de Melhoramento de Plantas, para fins de controle na parte tocante  competiço de variedades.

Os nossos estudos sobre Timb, nos anos anteriores, apenas circunscritos  parte analtica, sofreu no no p. passado extenso  parte de Tecnologia, imperativo que nos forçou o estado atual d'essa Industria extrativa.

Para tal fim, confeccionamos um Programa de trabalho o qual, depois de devidamente aprovado pelo Snr. Diretor, entrou em execuço.

Sobre a parte de pura Tecnologia, veja o Anxo I, relatrio do tcnico encarregado da mesma, Snr. Derson de Almeida.

Tivemos ainda o prazer de em Novembro receber como companheiro de trabalho, o nosso antigo colega, Snr. Jaime Lacerda de Almeida o qual desde logo iniciou-se nos trabalhos em curso n'esta Secço.

Técnicos:

De há muito, necessitavamos do aumento do número de Técnicos, em vista dos múltiplos empreendimentos que se nos eram destinados.

Por determinação do Snr. Diretor convidamos o Químico Industrial Jaime Lacerda de Almeida para integrar nosso corpo de Técnicos.

Depois de demoradas negociações, a 11 de Novembro último ingressou em nossa Secção o prezado colega que desde logo se iniciou em nossas atividades funcionais.

Fica assim acrescido de mais um elemento o nosso rol de especialistas. Contamos presentemente com três Químicos Industriais que vêm desenvolvendo nosso Programa de trabalho.

Laboratoristas:

Constava do nosso quadro no início do ano ; 2 Químicos, 1 Laboratorista e 3 contínuos. Era portanto desfalcadíssimo.

- A 20 do mês de Março, em Of. L.Q.-8/47 foi solicitado á Diretoria, as admissões de Elza Juca Soares, Nazira Leite Nassar e Nilo Leite Nassar, afim de exercerem as funções de Laboratoristas, a contar da data do mesmo, vencendo por dia util Cr\$ 30,00, pela verba do B.C.B.

Os três funcionários citados, fizeram o concurso para laboratoristas (VD, outro local) sendo aprovados com louvor.

- Por portaria nº 72 de 18 de Junho de 1947, foi transferido, a pedido do Snr. Chefe da E.E.Belém, o Zelador de Laboratorio Ivete Rodrigues de Assis anteriormente lotado n'esta Secção.

Datilógrafos:

De acôrdo com o despacho do Responsavel, como substituto para o funcionário acima transferido, teve lotação n'este Laboratorio a Guarda de Material Charitas Paula Gonçalves, que interinamente encontra-se preenchendo a vaga de Datilógrafo.

Serventes:

Tendo sido posto á disposição pelo Chefe da E.E.Belém, afim de atender os Serviços de conservação dos aparelhos, apresentou-se n'esta Secção a 12 de Março o Snr. José Sabino da Costa.

- Por nomeação para função, apresentou-se tambem a 28 de Março o Snr. Manoel Odilio Gadelha.

Fica assim constituído o nosso quadro de funcionários, actual : 3 Químicos, 3 Laboratoristas, 1 Datilógrafo, 4 Serventes.

Material e Aparelhagem de Laboratório:Drogas:

Tendo em vista a quantidade de Drogas deterioradas, existentes em nossa Drograria, bem como dar á mesma melhor organização, fizemos uma colêta do material existente e que se encontrava deteriorado : consiste em 10 Kg. de Drogas completamente ou parcialmente inutilizados. Aproximadamente metade d'este material já foi recuperado, continuando este serviço afim de evitarmos perdas inúteis.

- Não havendo chegado a nossa aparelhagem para o estudo dos Oleos bem como grande parte da vidraria e Drogas encomendadas nos EE.UU. muito se vem fazendo ressentir o nosso trabalho diário.

- A energia elétrica, melhorou consideravelmente a partir da primeira quinzena do mês Mariano, quando passamos a ter fornecimento contínuo. Contudo nossa aparelhagem elétrica continua a não dar 100 % de seu rendimento.

- Recebemos, um pedido do Sr. Dr. H.T.Viana, Inspetor Chefe da Inspetoria Regional de São Carlos, Estado de São Paulo, sobre o envio de 200 grs de Rotenona.

Este Laboratório, ainda não atendeu ao pedido, por falta de um Extrator de grande porte, mas encontra-se em via de fazê-lo.

- Em dias da segunda Quinzena de Junho, tivemos o início da segunda revisão do material existente na Secção.

- A 30 de Abril de 1947, mediante requisição nº 117 deu entrada na Secção um moinho de Bolas, proveniente do Almoarifado.

Apresentando defeito no enrolamento, foi o mesmo devolvido á Secção do Material, acompanhado da lista de material necessário ao seu consôrto.

- Em S.Q. nº 11/1947 pedimos material de Platina e material de consumo permanente que se encontra em vias de se esgotar.

- Tendo nosso Potenciômetro deixado de funcionar, fizemos um pedido de Baterias para o mesmo no S.Q.-16/47.

- Com a ausência quasi absoluta de material de vidro para os serviços rotineiros de Laboratório, esta chefia compôs um pedido de material, englobando tambem a provisão do mesmo para o próximo ano.

Assim é que em officio S.Q.-11/47 encaminhamos a essa Directoria uma relação de Material Permanente, Consumo, Vidrarias, Drogas e Livros.

Este pedido é mister salientar, tem carater urgente uma vez que, estão para se esgotar as nossas provisões das espécies de material citados.

Importou a nossa relação em Cr\$ 22.723,40 exclusive uma parte de Drogas, sem cotação.

- Em officio S.Q.-22/47 de 28 de Julho foi remetida, afim de ser reparada, a bomba de vácuo d'esta Secção, a qual desde logo voltou a funcionar.

Em subsequente ofício S.Q.-26/47 tornou a mesma bomba a ser enviada á Secção do Material para ser providenciado consêrto. Atualmente, já se encontra em atividade.

- No dia 6 de Novembro em Guia de remessa nº Sm-103/47 recebemos 13 tubos 45190 Kinle de 50 ml. de capacidade, com bico e sem graduação, para centrífuga.

- Em S.Q.-29/47 de 29 de Outubro, fizemos remessa ás oficinas de nossa Bateria de 6 fogões para digestão de fibra, afin de ser submetida a reparos.

- Na mesma data (SQ-30/47) remetemos, um Funil de filtração a quente para o respectivo consêrto.

- Em 31 de Outubro (SQ-31/47) enviamos ás oficinas para consêrto, um motor elétrico com as seguintes características:

Voltagem	115
Amperagem	1,7
R. P. M.	1725
Ciclo	65

- De acordo com um entendimento verbal com o Snr. Diretor, fizemos, entrega de novo pedido de material de carater "urgentissimo", em S.Q.-32/47 de 4 - XI - 47. Consta de material de vidro, drogas e aparelhos.

Pedimos ao Snr. Diretor em ofício SQ.- 40/47 - 31 - XII - a construção inadiavel de uma câmara sêca em nossa Secção, devido ao alto teor em umidade da região. Este é um empreendimento de necessidade absoluta devido á existência em nosso laboratório de Microscopios, Potenciômetros, Colorímetros, Refratômetros, etc ...

Material Vegetal:

- Em ofício datado de 25 de Julho de 1947 da S.M.P. foram remetidos pelo Snr. Rubens Lima, 310 quilos de raizes de Timbó (Derris urucú) a pedido do Snr. Derson de Almeida. Este material está sendo empregado em experiências de extração Industrial da Rotenona.

- Durante o período d'este Relatório entrou na Secção o seguinte material Vegetal:

Natureza do material	Nome comum	Colhido por	Data da Colheita	Local da colheita	Classificação Botânica	Observações do coletor
Cascas	-----	R. L. Fróes	8-4-247	Tapuruocara, R. Negro Amazonas	Strychnos Guianensis	Strychnos usado p/ o Curaré
Caulo e raiz	Pão de Tato	"	"	"	Ryania	Conhecida p/ nome de Visairú-mirá
Tubérculos	-----	"	"	"	Humirianthera	Usado como alim. p/ Índios MACÚS
Sementes	-----	"	27-7-247	Acutí Jacanjá, Rio Açaus-Afl. R. Negro	Cunuria	" " " " " "
Sementes e 6 lts de óleo	-----	"	18-7-247	Rio Eunicixi, afl. do Rio Negro	Monopterix uacú	Usado como alimento p/ Índios
Caulo	-----	"	"	Foz do Caiary, Rio Negro	Ryania	-----

Foram registrados em nosso livro de Entrada de Material aproximadamente 30 tipos diferentes de Mandioca que fazem parte da competição de variedades a cargo de S.M.P.

- Sobre Timbós, poucas espécies diversas das comuns entraram para determinação da Rotenona, imperando, como sempre o Derris urucú e D. nicou.

CAPITULO - III - TRABALHOS

Nota sobre o concurso de Laboratoristas:

A 13 de Março em Offício S.Q.-7/47 foram enviados os documentos relativos ao concurso de Laboratorista, conforme processo nº 2667/47, constantes de um relatório e dois anexos, I e II, em 4 vias.

A banca examinadora, nomeada pelo Sr. Diretor do I.A.N. ficou finalmente constituída por:

Derson de Almeida

Benedito de Abreu Sá

José Maria Hesketh Condurú

Nota sobre as Preleções do Curso do B.C.B.

Em Maio último, realizaram-se as preleções constantes do programa do Curso do Banco de Crédito da Borracha.

A colaboração da Secção de Química constou de Palestras sobre Óleos e Química Geral. Eis em resumo os pontos discutidos.

Química Geral (Preleção proferida por Derson de Almeida)

Recordação dos conhecimentos gerais mais necessários ao estudo do Latex:

- 1) Solubilidade - sistema de soluções
- 2) Soluções eletrolíticas - Teoria dos Indicadores, alcali-acidimetria
- 3) Coloides

Óleos e Gorduras (Preleções por Gerson P. Pinto)

Esta parte foi dividida em três palestras, cuja finalidade foi recordar as noções indispensáveis, para um estudo sobre Óleos e Gorduras.

Primeira Palestra:

Encaramos, em rápido histórico, as descobertas mais importantes, no domínio Químico-Tecnológico das matérias graxas. Elaboramos ainda, rápido retrospecto de nossa Produção e Exportação dos Óleos, Gorduras Vegetais e Animais, principalmente no período pré-guerra (1936-1940)

Segunda Palestra:

Ao lado da breve exposição sobre a importância nutricional das Graxas, fizemos um rápido estudo da moderna classificação e dos principais Índices Analíticos no estudo em apreço.

Terceira Palestra:

Ao par de algumas observações sobre as Oleaginosas de crescente interesse, ressaltamos as principais fábricas de Extração e beneficiamento das Oleaginosas no Pará.

TIMBÓ

Programa de estudos:

Apresentamos pessoalmente ao Snr. Diretor o Programa por nós organizado para o Estudo dos Timbós. Convém ressaltarmos ser o citado, o primeiro organizado na Secção. Compõem-se de 12 pontos essenciais:

1) Colheita de Amostras para análise

- a) Trituração total das raízes
- b) Trituração parcial das mesmas
- c) Influência do calor e condições gerais na moagem

2) Secagem do Timbó

- a) Raízes em pedaços
(p. Industriais)
- b) Raízes trituradas
(p. Laboratório)

} Secagem ao Sol, á Sombra, em Estufas

3) Métodos analíticos

- a) Eficiência e tempo de extração
- b) Acurácia e Precisão de nosso método
- c) Modificação - outros métodos
- d) Solventes ...

4) Estudo da Rotenona e dos Rotenoides.

- a) Estudo da Rotenona
- b) Estudo de Deguelina
- c) " " Teofrosina
- d) " do Toxicarol
- e) " dos Dehidro e Dihidroderivados

5) Solubilidade da Rotenona

- a) Solventes orgânicos puros
- b) Associação de solventes

6) Estabilidade da Rotenona

- a) No pó do Timbó
- b) Em solução
- c) Cuidados na armazenagem

} ação da luz, calor, umidade

7) Envelhecimento

8) Produtos de Decomposição

- a) Condições e identificação dos produtos de decomposição.
- b) Toxicidade relativa, tomando-se por base a própria Rotenona.

9) Experimento Biológico em cooperação com a Secção de Melhoramento de Plantas.

10) Industrialização :- Técnica com Lixiviação:

- a) Expurgo da materia prima
- b) Economia dos processos de extração industrial
 - com Eter, seguido do Tetraclóreto
 - diretamente com Tetraclóreto
 - com outros métodos e Solventes
- c) Perdas dos Solventes
- d) Eficiência da Extração Industrial
- e) Emprego do Resíduo de extração como fonte calorífica e como adubo
- f) Discussão da forma econômica de emprego do Resíduo do Extrato Total como Inseticida, devido aos Rotenoides presentes.
- g) Armazenagem do Ex. seco e produtos manufaturados.
- h) Substância da Superfície de contacto na aparelhagem Industrial

Técnica com maceração:

- a) Expurgo
- b) Extração por maceração
- c) Análise dos produtos obtidos
- d) Discussão dos rendimentos pelos processos apontados
- e) Melhor forma de emprego como Inseticida pelo primeiro ou segundo processo

11) Fermentação

- a) Condição de Fermentação
- b) Substrato de Fermentação
- c) Alteração da Toxicidade, nos produtos de Fermentação e dosagem de Rotenona no mesmo.

12) Economia Industrial

- a) Mão de obra
- b) Continuidade e descontinuidade dos Processos em relação á mão de obra
- c) Perdas de Solventes e sua influência na economia dos Processos
- d) Embalagem dos produtos
- e) Custo total da manufaturação e venda.

Evidentemente, o estudo de todos os itens do Programa mínimo apresentado por esta chefia ao S^{nr.} Diretor, exigirá um tempo de ao menos três anos.

Levando-se em consideração que sómente a partir de Junho de 1947 é que iniciamos tal programa, devido ao irregular suprimento de energia elétrica e que sómente um Químico encontra-se a frente dos trabalhos atualmente, observaremos que um maior espaço de tempo será talvez necessário.

Ainda é mister considerar, que a maioria dos itens acima devem merecer estudos em relação às espécies mais comuns no vale Amazônico, com especial referência aos *Derris ni* cou (Aubl.) Benth. (Timbó Macaquinho) e *D. urucú*, Killip e Smith (Timbó urucú)

A parte do que consta o item 3 b, por interessar mais brevemente ao I.A.N. no controle das Seleções e material do Timbó introduzido foi atacada em primeiro lugar.

Lógicamente, após o estudo do nosso método atual de trabalho sua acurácia e precisão, é que podemos executar as dosagens de Rotenona que será o fator básico nos outros pontos, v.g. colheita de amostras, secagem, etc... pois é o que mais nos interessa.

Desdobramos então, o item 3b, nos seguintes :

- 1) - Tempo de extração
Solventes diversos
Ação a frio e a quente dos Solventes.
- 2) - Secagem a 40°
" " 110°
- 3) - Cristalização :
Solvato obtido
Recuperação dos Solventes e concentração da cristalização
Perdas de solventes
Tempo e Temperatura de cristalização.

Alguns pontos do programa acima já tinham sido esclarecidos por nossos antecessores.

Tempo de extração:

Após uma série de experiências na qual uma série de 4 Timbós, com teores diferentes em Extrato Total e Rotenona, foram extraídos com Eter com tempos eleitos 6, 12, 18 e 24 horas observamos os seguintes resultados : - Obs. O Teste colorimétrico empregado para a detecção da Rotenona foi o de Gross-Smith-Goodhue e executados após os tempos previstos de extração, sobre o extrato cetônico do material esgotado)

Solvente: E T E R E T I L I C O

Tempo da Extr.	Resultado do Teste
6	positivo
12	positivo
18	negativo
24	negativo

Consideramos imperfeito o teste executado mas, nos poderá servir para as observações iniciais. A literatura especializada (*) refere-se ser de 18 horas o tempo mínimo requerido para as observações por lixiviação (Schilet). A temperatura ambiente com maceração deve se aumentar o tempo de extração para 20 e 22 horas.

Com CCl_4 há quem afirme mesmo com 24 horas de lixiviação, não se extrair toda a Rotenona especialmente em amostra rica em tal produto.

Contudo, adotamos o experimento descrito como preliminar a um estudo mais acurado e elegamos como tempo de extração em Schilet, usando Eter como solvente, cerca de 20 horas de trabalho.

Solventes diversos

Encetamos a primeira serie de experiências, no intuito de obtermos dados positivos sobre a seletividade de varios dos solventes comumente utilizados.

Utilizamos em nossas primeiras experiências o Derris urucú obtendo os seguintes resultados:

Solvente utilizado	Extrato Total	Extrato Total s/am.seca	Observações
Eter	10,4	12,1	Unidade da amostra = 13,8 Rotenona = 2,6 %
Benzeno	11,4	13,4	
Acetona	10,6	12,3	
Alcool	15,9	18,4	
Tetra cloreto	11,2	13,0	
Cloroformio	10,2	11,8	

Obs: a) os extratos etônicos e benzênicos apresentam coloração amarela citrina enquanto que os do Cloroformio e Alcool tornaram-se escuros com decorrer do tempo.

b) Utilizamos 20 horas de extração após o que todos os resíduos foram submetidos ao teste de Cross-Smith-Goodhue apresentando resultados negativos.

c) O Eter e o Cloroformio d'entre os 6 solventes empregados apresentam-se como os mais seletivos, d'aí a razão de ser convencionalmente o primeiro como solvente base para a determinação de "Extrato total". A Acetona também possui bastante seletividade.

d) A experiência acima deve ser repetida em cada espécie de Timbó e de acordo com os vários teores em Extrato total e Rotenona.

Ação a frio ou a quente

D'este item nada podemos adiantar por não termos executado experimento algum. O colega Derson de Almeida estando atualmente encarregado da parte de Timbó, deverá prosseguir

(*) Jones, A. Review of methods for the Chemical analysis of Rotenone bearing plants.

com o programa delineado.

Secagem:

Sobre este ponto encontramos alguns esclarecimentos em relatório da Seção de Química referente aos anos de 1942, 1943, 1944. Transcrevemos a parte sobre

"Umidade"

"Como todas as demais determinações quantitativas nas raízes de Timbó, também a umidade tem sido assunto de controvérsias entre os vários autores. O Dr. Dyck fazia esta determinação pelo aquecimento de uma amostra de cerca de 2 gramas em estufa, a 100°, durante 12 horas. Este procedimento foi modificado pelo Dr. Gomes, passando-se a fazer a secagem primeiro a 60° e depois a 40°, até peso constante. Isto, porque do ponto de vista químico os constituintes das raízes não permitem um aquecimento acima de 40°. Inicialmente continuamos com este método, que não pôde, entretanto, ser conservado. No mundo inteiro o modo mais aceito de determinar a umidade em raízes de Derris é a secagem a 100 - 105°, tendo se verificado que, embora haja modificações químicas, a variação em peso das substâncias não se altera de um modo significativo.

Para eliminar as dúvidas, determinamos a umidade numa mesma amostra de raízes moídas a 40°, a 100° e pelo método de destilação da xilena. Este último veio confirmar o resultado obtido pela secagem a 100°, que voltou por isso a ser adotado nos nossos trabalhos".

Solvatos obtidos:

Pesquisamos as composições moleculares de vários solvatos mais comuns da Rotenona, obtendo em resumo:

A Solvente	B Peso antes e após expulsão do Solvente	C % do Solvente expulso	D Fórmula teó- rica calcula- da	E % do solvente p/rom.teóri- ca	F P. ebulição do solvente
Benzeno	14.1700 14.2200 0.0510 14.2128 0.0082	16.1	$C_{23}H_{22}O_6 + C_6H_6$	16.5	80°
Clorofórmio	14.0659 14.0814 3.0155 14.0778 0.0036	23.2	$C_{23}H_{22}O_6 + CHCl_3$	23.2	61°2

A	B	C	D	E	F
Solvente	Peso antes e após expulsão do solvente	% do solvente expulso	Fórmula teórica calculada	% do solvente p/ form. teórica	P. ebulição do solvente
Ácido Acético	14,0662 14,2201 0,1529 14,1095 0,1106	7,13	$20C_{23}H_{22}O_6 + C_3COOH$	7,1	118°
Tetra clorato carbono	13,2649 13,2882 0,0233 13,2616 0,0066	23,3	$0,23H_{22}O_6 + CCl_4$	23,1	77°
Acetona	15,6883 15,7140 0,0257 15,7139 0,0001	0,5	$C_{23}H_{22}O_6$	0	56°

Constatamos portanto as composições acima. Como pode ser visto, na quasi totalidade dos casos (só há variação no caso do Ácido Acético), aparece-nos uma composição equimolecular - entre a Rotenona e o Solvente. Assim como Solvatos com maiores percentagens de Rotenona temos o Solvato de Ácido Acético (92,9%) e o produto obtido por cristalização na Acetona que é aproximadamente 100 % Rotenona.

Gremos ser evidente, para fins Industriais as maiores vantagens de ser usada a Acetona, como Solvente da Rotenona; salientamos algumas:

- Mais baixo ponto de ebulição, o que equivale a dizer; maior economia na fase de aquecimento do Solvente.
- Sendo, dos acima relacionados o solvente de menor densidade, teremos portanto para um dado volume, uma massa menor. Significa, menor peso sobre as canalizações e recipientes da aparelhagem.
- Como o coeficiente de solubilidade da Rotenona em Acetona é bem mais elevado que o do Eter, poderá substituir c/ vantagens a estes no arrasto por Solvência.

À primeira vista o Benzene e o Ácido acético levam vantagem sobre a Acetona mas, tomando-se em consideração as citações (a), e que o produto obtido c/ a Acetona é puro e não composição equimolecular, temos então como mais vantajoso, o emprego d'esse último Solvente.

d) O uso da Acetona elimina parte de instalação de recristalização para a obtenção do produto devido a não ter lugar a formação equimolecular citada.

e) O ponto de ebulição da Acetona sendo 56° evita em grande parte a decomposição da Rotenona, fato este que se verifica se utilizarmos o Tetra Clôreto, Cloroformio ou

Alcool.

f) Somos de opinião ser mais viavel, economicamente os processos que utilizam a Acetona como solvente industrial.

As considerações supra, evidentemente estão sujeitas a uma série de experimentos de porte Industrial, os quais sirvam para comprová-los. Também dizem respeito á Extração por Solvência á quente.

Solvente residual

Teste para a determinação da quantidade de solvente, (Eter) que permanece após á extração.

Executamos em continuação ao nosso programa, um Teste para a determinação citada.

Fizemos uma série de 10 extrações em Soxhlet com 5 gramas de Timbó em pó (Derris urucú) utilizando Eter como Solvente. Decorridas 20 horas de funcionamento desligamos o aparelho retiramos os cartuchos com o material extraído + solvente residual. Este conjunto foi pesado; após dissociação de 2 horas em estufa regulada a 40° e 1 hora em estufa a 150° tornamos a pesar e a diferença encontrada foi anotada como sendo a quantidade de Eter residual. Em resumo, eis os resultados obtidos:

ordem	% do Solvente residual
a	44,3
b	41,2
c	43,5
d	46,3
e	45,0
f	42,0
g	42,8
h	43,0
i	44,8
j	45,0
média	43,79

Obs: a percentagem do Solvente foi calculada tomando por base o peso do material nas condições de carga ao aparelho ou seja com \pm 10,00% de unidade

Esta experiência tem grande valor na industrialização do Timbó pois, baseado n'esses dados é que poderemos calcular a capacidade volumétrica e técnica do recuperador de Solventes, perda do Solvente na industria, tempo de carga e quantidade de Solvente, no caso de se trabalhar com Eter.

Vemos pois que (utilizando-se o Eter como líquido extrator) em cada Tonelada de material posto no aparelho para extração restará aproximadamente 440 kilos de Eter a ser recuperado.

Estes foram os testes executados sobre os Timbós. Entregamos em Outubro de 1947 o cargo da parte Analítica ao colega incumbido da parte industrial.

Industrialização:

No Anêxo I, encontra-se o relatório referente à esta parte do Programa.

Análises:

A secção executou ainda algumas determinações de Rotenona em amostras de diferentes espécies de Derris.

Entre as amostras analisadas no decorrer do ano anotamos como dignas de curiosidade os seguintes:

Relação remetida no S.Q.-3/47

Número de Ref.	Nome Botânico	Extrato Total (am.seca)	Rotenona (am.seca)	Observações
A	Derris urucú	13,7 %	0,19 %	Não obtivemos cristais visíveis de solvato bem como
B	Derris urucú	9,4 %	0,16 %	

não obtivemos resultados positivos nos Testes colorimétricos para Rotenona. E portanto duvidosa a existência d'este princípio ativo no material citado.

S.Q.-5/47

Referência	Nome Botânico	Extrato Total	Rotenona	Observações
I - 3716	Derris rari - flora Maorb.	9,3	0,2	Salientamos que o valor dado como Rotenona, deve ser su -

feito às seguintes considerações:

- Não notamos cristalização, ou qualquer formação de Solvato.
- O extrato Cetônico da amostra, não apresentou as Reações Colorimétricas normalmente empregadas, para atestar a presença da Rotenona e da Deguelina: Teste de Durham e Reação de Gross-Smith-Goodhue.
- O Teste Fisiológico por nós feito, demonstrou a existência de princípios Ictiotóxicos.
- O valor dado acima como Rotenona, deve, para melhor interpretação da análise ser tomado como indicador da quantidade de Resinas.
- O nosso método de Análise para Timbós, somente se aplica quando da existência de Rotenona no produto a analisar.
- O Teste de Meyer executado na amostra, acusou resultado positivo, podendo portanto os princípios Ictiotóxicos serem formados por Toxicarol, Theofrosina, Sumatrol ou mistura com os Derivados Dehidros, tais como: Dehidrorotenona, Dehidrodeguelina, etc.
- As determinações dos princípios acima enumerados (que são os principais, excluindo a Rotenona e a Deguelina) só pode ser feita digo é feita comumente por meios Colorimétricos.
- Como não dispomos no momento, de um Colorímetro Fotoelétrico, deixamos de executar as determinações quantitativas exigidas.

Referência	Nome Botânico	Extrato Total	Rotenona	Observações
1	Derris Spruceana	5,0	0,8 (+)	O teor dado como Rotenona na Análise da amostra I deve ser tomado como teor de substâncias insolúveis no CCl_4 , uma vez que os testes Jones-Smith-Durham e Gross-Smith-Goodhue
2	D.Sp. (Teffé)	12,3	3,2	
3	D.Sp. (Faz. Cafezal)	6,2	2,2	

efetuados na mesma bem como no Insolúvel de Gooch, acusaram resultados negativos.

Convém salientar o Baixo teor em Extrativos pelo Ester na citada amostra.

Não fizemos Testes Fisiológicos com a amostra I, daí não podermos adiantar nada sobre sua capacidade Ictiotóxica.

Como melhor Timbó, analiticamente interpretando, temos o da Amostra II; mesmo assim, apresentou-se com Teores em Extrato seco e Rotenona abaixo da média.

Os Testes Durhan, Feyer & Hünerhein, Jones & Smith, Gross Smith Goodhue e Meier acusaram resultados positivos nas duas ultimas amostras (II e III) provando existência de Rotenona e Deguelina.

Os resultados dos Extratos Totais e Rotenona, foram calculados sobre a amostra seca. A pequena demora na entrega dos Resultados analíticos, deve-se á deficiência de Número de Estufas então existentes nesta Seção.

Temos d'aí, as seguintes espécies de Timbó contendo não Rotenona:

Derris rariflora (Bth) Macrb e D. spruceana.

O valor tóxico d'estes dois Timbós deve ser devido á existência de Rotenoides (Deguelina, Tefrozina, etc....)

Eis portanto a relação dos trabalhos efetuados com Timbó, durante o ano a que se refere o presente relatório.

Óleos:

Com a finalidade de terminarmos ainda no presente exercício o nosso trabalho sobre o Óleo de uacú, executamos finalmente o estudo dos ácidos graxos do citado óleo.

Estudo dos Ácidos Graxos: de uma maneira geral, a separação dos ácidos graxos do óleo do uacú foi executada inteiramente pelos métodos clássicos de Twitchell e Tortelli Roggeri.

A ausência de aparelhagem necessária para o trabalho de Destilação com os Ésteres Metílicos impossibilitou de efetuar um estudo perfeito dos mesmos.

Fizemos pois, associação dos dois métodos citados e após termos elementos indicativos da constituição dos ácidos graxos experimentamos a destilação dos ésteres metílicos com uma aparelhagem improvisada, cujos resultados portanto, devem ser considerados como mera aproximação.

Para o estudo do teor em ácidos totais, fizemos várias saponificações do óleo, afim de obtermos dados precisos sobre a porcentagem de ácidos graxos existentes.

Encontramos como média de 5 determinações o seguinte: pela saponificação de 50 grs obtivemos 47,4 grs de Ácidos Graxos totais o que significa uma porcentagem de 94,8.

Os ácidos graxos, apresentam cor amarelo-ambar, consistência sólida á temperatura ambiente e untuosos ao tato : quando liquefeitos tomam coloração avermelhada.

Aquecidos, fundiram entre $43 - 47^{\circ}$ valor bem mais elevado que o encontrado para o ponto de fusão do óleo que foi igual a $22^{\circ},7$.

Encontramos nas determinações do índice de Iodo o valor $64,6$ que concorda estreitamente com o valor teórico - $63,7$.

O índice de Neutralização dos ácidos totais foi achado igual a 204 identico portanto, ao valor teórico do índice de Saponificação que é também 204 .

Por sua vez, calculando-se por meio dos índices encontrados, o teor em ácidos totais no óleo encontra-se o valor médio de $94,0\%$ que se aproxima de determinado praticamente $94,8$.

Como ressaltamos no início, empregamos dois métodos para a separação dos ácidos graxos saturados e insaturados :

a) Método de Twitchell (1) que nos permitiu a obtenção de ácidos graxos saturados com satisfatória pureza, para seu estudo subsequente.

b) Método de Tortelli e Roggeri (2) - método oficial Italiano, que nos forneceu ácidos graxos insaturados com maior pureza que o de Twitchell.

De início executamos a separação dos ácidos graxos saturados (sólidos), pelo método (a), obtendo em média o seguinte valor:

Ácidos sólidos $28,5\%$

Para o índice de Iodo dos ácidos sólidos brutos, encontramos o valor $1,5$ concluindo deste modo pela pureza satisfatória dos ácidos em questão. Calculamos o teor em ácidos líquidos como $71,5\%$ dos ácidos totais, partindo do valor encontrado para os ácidos sólidos. Recapitulando, teremos pelo método de Twitchell.

Ácidos Saturados (sólidos)..... $28,5\%$

Ácidos Insaturados (líquidos)..... $71,5\%$

Estudos dos ácidos líquidos :- Para o estudo dos ácidos líquidos, utilizamos o processo de Roggeri-Tortelli. Como se sabe, este processo baseia-se na solubilidade em Eter dos sais de Chumbo dos ácidos líquidos, permitindo deste modo, sua separação dos ácidos sólidos.

Aplicamos o processo citado, seguindo rigorosamente o método descrito e obtivemos ácidos líquidos cor amarela-citrina, o que pode ser considerado como sinal característico de pureza. Trabalhamos com 25 grs de ácidos Totais e obtivemos $17,8$ grs de ácidos insaturados.

Calculamos sua percentagem que é $17,8 \times 4 = 71,2$.

A determinação do índice de Iodo pelo método de Hanus, nos forneceu o valor $90,24$.

Para o Ponto de Fusão dos citados ácidos líquidos, obtivemos o valor de 18° ; temperatura requerida no processo da Fusão.

Analisando estes dados, podemos emitir as seguintes considerações; existe ácido oleico só ou em mistura com os ácidos linoleico ou linolênico. Para examinarmos as hipóteses supra, executamos o clássico processo de Bromação dos ácidos insaturados e posteriormente estudo da solubilidade dos produtos obtidos, no Eter Sulfúrico e de Petróleo.

O processo acima foi executado tal como preconizam seus autores Eibner e Huggentha-

ler (3): utilizamos 15 grs de ácidos líquidos as quais foram dissolvidas em 150 ml. de Eter Sulfúrico previamente seco sobre Clorêto de Cálcio.

Mantivemos a solução sob 0° C e após termos obtido a temperatura de - 5°, adicionamos lentamente, aos poucos, afim de evitarmos toda e possivel elevação de temperatura 8,5 grs de Bromo (quantidade dupla da qual será absorvida pelos ácidos líquidos em referência).

Deixamos 48 horas em contacto: passado esse tempo, não notamos nenhuma precipitação, concluimos pela ausência de Hexabrometos, e que era de se esperar devido ao índice de Iôdo estar mais próximo do valor dado ao ácido oleico. Riscamos portanto das nossas suposições, a existência do ácido linolênico.

Expulsamos a seguir, o Eter Sulfúrico, secamos o material cuidadosamente em Estufa a Vácuo e após obtermos constância de Pêso, dissolvemos em Eter de Petróleo. Tornamos a resfriar nas proximidades de 0° conservando 18 horas na Geladeira e continuamos a não constar nenhuma cristalização. Concentramos então a 1/4 do volume primitivo, tornamos á Geladeira e após 10 horas de refrigeração intensa não tendo obtido cristais visíveis (mesmo com Tindalização) excluimos a presença de Tetrabrometos, portanto concluimos pela ausência do ácido linoleico, ao mesmo nas condições expostas. Se o houver, será em quantidades tão ínfimas que não pudemos forçar a cristalização do respectivo tetrabrometo.

No produto obtido, Roseamos o Bromo pelo processo de Stepanow e conseguimos um teor em Bromo de 36 % valor muito próximo da percentagem em Bromo dos Dibrometos do ácido Oleico que é 36,18 (4).

Calculamos indiretamente qual deveria ser a percentagem dos ácidos líquidos nos ácidos totais, partindo do índice de Iôdo dos ácidos totais e dos ácidos líquidos, obtendo o seguinte resultado:

$$\text{Ácidos líquidos por cento} = \frac{64,6 \times 100}{90,24} = 71,6$$

valor concordante com o calculado segundo os dados obtidos quando da aplicação do processo de Twitchell.

Concluimos finalmente que a composição dos ácidos líquidos totais é:

Ácido Oleico - 100 % devido aos seguintes itens:

- a) Índice de Iôdo 90,24 próximo ao valor teórico para o ácido oleico = 89,93 (5)
- b) Ponto de Fusão nas proximidades da 18° C idêntico ao do ácido oleico.
- c) Teor em Bromo do Dibrometo concordante com o valor teórico.
- d) O Índice de Neutralização foi achado igual a 201,7 concordante também, com o do Ácido em questão é igual a 198,6.

Estudos dos Ácidos Sólidos (saturados): - o estudo dos ácidos sólidos requer não somente aparelhagem adequada quando trabalhamos com o método de Destilação dos Ésteres como também, muita experiência e habilidade se, mudamos os processos comuns de cristalizações fracionadas.

Para o nosso trabalho, utilizamos as frações obtidas pela separação segundo o método de Twitchell já referido, as quais ainda que se apresentassem em ótimo estado de pureza (Índice de Iôdo 1,5), foram recristalizadas entretanto, afim de obtermos um produto puro.

Após várias recristalizações em Álcool, obtivemos finalmente cristais de cor branca com leves reflexos oitruinos.

Redeterminamos posteriormente o Índice de Iôdo dos mesmos e obtivemos o valor 0, nos satisfazendo seu estado de pureza.

Determinamos o seu Ponto de Fusão, usando o processo de tubo capilar segundo Mulliken : os ácidos sólidos puros fundiram entre limites estreitos de temperatura que foram 63,1 - 65,5 . A seguir, determinamos seu Índice de Neutralização, encontrando o valor 207,9 que concorda com o calculado : 209,8.

Pelos dados encontrados para os Índices de Neutralização dos ácidos sólidos e dos líquidos, calculamos o mesmo Índice nos Ácidos Totais e obtivemos 203,4 número concordante com o achado 204.

Entretanto pela simples observação do citado Índice nos era impossível prever qual a composição qualitativa dos ácidos sólidos.

O Índice de Neutralização é um pouco abaixo da média, outro índice sumamente importante, da presença de ácidos superiores ao esteárico embora em pequena quantidade.

A fim de obtermos certos esclarecimentos sobre a constituição dos ácidos saturados presentes, fizemos uma série de cristalizações fracionadas em Álcool Etílico de 95 %, 90 %, 80 %, 70 % e 60 %, obtendo os resultados do quadro seguinte:

Frações	Álcool a	Peso da Fração	%	P. Fusão	Observações
A	95 %	15,1	60,4	71,5 - 73,5	A. Esteárico + A. Superiores
B	90 %	1,3	5,2	63 - 69	A. Palmítico + A. Est. + A. Sup.
C	80 %	3,0	12,0	59,2 - 61,6	A. Mirístico + A. Palm. + A. Est.
D	70 %	2,55	10,2	50,2 - 61,2	" " " "
E	60 %	3,05	12,2	53 - 54	A. Mirístico, talvez imp. com A. Inferiores

A fração A, maior de todas apresentou-se com pontos de Fusão compreendendo os do Ac. Esteárico e Araquídico. Como no entanto este último raríssimas vezes ocorre desacompanhado é de supor a presença de outros ácidos de maior peso molecular se bem que, em quantidades mínimas. Portanto quando escrevemos ácido araquídico fica subentendido o próprio e outros superiores que porventura possam ocorrer em pequeníssimas quantidades.

A fração B, forneceu-nos uma provável mistura de ácidos palmítico, esteárico e de mais elevado peso molecular. Na fração C, constatamos a presença dos ácidos myristicos e palmítico bem como nas restantes. Muito nos auxiliou na caracterização do ácido myristico, a técnica preconizada por G. Rodillon (La Taskra) (6) baseada na reação dos sais de látio do referido ácido.

A fração E, é composta do ácido myristico quasi puro, devendo o ponto de Fusão inicial de 53° ser resultante da presença de traços de ácidos voláteis os quais não nos foi possível caracterizar, devido à sua pequena quantidade.

As frações foram recristalizadas continuamente em Álcool das diversas concentrações obtendo nas frações purificadas os ácidos araquídico, esteárico, palmítico e myristico perfeitamente definidos.

Portanto, a composição qualitativa provavel dos ácidos sólidos do óleo de Uacú é a seguinte :

Ácidos Voláteis
 Ácido Myristico
 Ácido Palmítico
 Ácido Estearico
 Ácido Araquídico

Composição quantitativa do Óleo de Uacú :- Para determinação dos ácidos voláteis, nos baseamos nos dados obtidos para os índices de Reichert Meissl e Polenske, este para os insolúveis e aqueles para os soluveis em água.

Adotamos este critério visto serem diminutas as quantidades em que ocorrem no óleo; em afirmativa a esta asserção, basta que comparemos os valores encontrados para os dois índices com outros óleos ricos em ácidos de baixo peso molecular (*)

	R.M.			P.		
Óleo de Côco (Cocoanut oil).....	6	a	8	15	a	18
Óleo de Palma (Palm.Kernel)	4,8	a	7	9,4	a	11
Babassú	5,8	a	6,2	10,2	a	11,3

Resolvemos outrossim, expressar a quantidade dos Ac. voláteis soluveis, em ácido Caprílico e a dos insolúveis, em ácido Cáprico.

O cálculo citado é simples, dispensando maiores esclarecimentos:

R. Meissl 1,65

Polenske 0,48 calculando em ácido Caprílico(R.M.)

e Cáprico (P.) e que nos dará os valores mais elevados teremos :

Ácidos voláteis totais % = 0,64 sendo :

Ácido Caprílico 0,48 %

Ácido Cáprico 0,16 %

Valores estes, que calculados sobre a percentagem dos ácidos graxos sólidos totais nos fornecerá :

Ácido Caprílico 1,63 %

Ácido Cáprico 0,56 %

A seguir executamos as determinações gravimétricas dos ácidos araquídico e estearico por métodos especiais conhecidos.

(*) Jamieson : Vegetable Fats and Oils.

Para a determinação de ácido araquídico, nos servimos da marcha Analítica devido a Tortelli e Roggeri (7), com as devidas correções para o resultado obtido.

Este método está baseado no mesmo princípio do antigo método de Renard e operamos da seguinte maneira : 6 grs de ácidos dissolvidos em 100 ml. de Alcool a 90° e adicionada uma gota de Ácido Clorídrico n/1, toda a operação executada em um Erlenmeyer com tampão de algodão tendo atravessado verticalmente um Termômetro de 110°.

Aquecemos vagarosamente em Banho Maria e antes de atingirmos a temperatura de 60° ou seja a precisamente 55 Grãos, obtivemos solução perfeita.

Deixamos esfriar lentamente e levamos a geladeira durante 24 horas.

Com isto formou-se um precipitado cristalino, mas, apresentando cristais opacos; recolhemos os cristais sobre um filtro por três vezes usando 10 ml. de Alcool cada vez, terminando por esgotar bem a massa com Alcool a 70°.

O resíduo redissolvemos em 100 ml. de Alcool á 90° aquecidos à 60°, e após resfriamento lento novamente tornamos á Geladeira. Os cristais obtidos n'esta segunda cristalização foram recolhidos em cadinho de fundo poroso, lavados duas vezes com 20 ml. de alcool e esgotado com Alcool á 70°. Secamos o cadinho de vácuo, regulada a 40° até peso constante.

Pelo aumento de peso, combinado com os fatores de correção dadas por Tortelli e Roggeri colhemos os seguintes dados :

Ac. Araquídico nos ácidos sólidos = 12,40 %

Ac. Araquídico (possivelmente impurificado com Ac. Lignocerínico) nos ácidos totais = 3,52 %

O Ponto de Fusão tomado na amostra acima nos forneceu o valor de 74,5 o que concorda com o valor do ácido puro = 75,0.

Para a dosagem do ácido esteárico utilizamos o método grandemente difundido de Hehner e Mitchell, que se baseia no fato do ácido Esteárico ser muito solúvel em Alcool á 0°, enquanto o ácido palmítico é mais solúvel.

O método seguido em linhas gerais foi o seguinte : 2 grs dos Ácidos graxos totais foram dissolvidas em 100 ml. de Alcool (D=0,8183) previamente saturados a 0° com ácidos esteárico puríssimo resfriamos a solução a 0° durante 12 horas e, em seguida filtramos por um cadinho de fundo poroso previamente tarado, com refrigeração adequada afim de não haver variação sensível de temperatura, lavamos com a mesma solução saturada e secamos em estufa regulada a 40° com vácuo.

Não tínhamos dúvida sobre a acurácia do método de Hehner, mesmo porque, estávamos diante da mistura relativamente complexa. Sabemos que tal método quando aplicado com no máximo dois ácidos saturados (entre eles o esteárico), nos conduz a resultados dignos de crédito mas esse não era o nosso caso.

De fato, após obtenção de peso constante, encontramos o seguinte valor para o ácido esteárico = 0,4180 grs.

A correção para a solução saturada nos deu 0,0220 logo :

0,4180 - 0,0220 = 0,3960 grs que expressas em porcentagem nos fornece:

$\frac{39,60}{2} = 19,80$ grs nos ácidos graxos totais. Portanto obtivemos 69,5 % dos ácidos sólidos.

Tomamos o ponto de Fusão e encontramos valores não concordantes com o do ácido esteá-

rico puro pois oscilava entre 68,0 - 75,0 o que fôz-nos concluir pela impurificação do produto obtido. Procedemos a recristalizações sucessivas em Alcool até atingirmos constância no ponto de Fusão.

Por fim obtivemos 57,10 % de um ácido com Ponto de Fusão nítido a 69^o,5 que foi considerado como Ácido Estearico puro.

Tinhamos portanto já determinados dois entre os quatro ácidos fixos que compunham os ácidos saturados do Óleo em estudo.

Ácido Araquídico	12,40 %
Ácido Estearico	57,10 %

Restava-nos a determinação dos dois outros restantes, que são o Palmítico e o Myristico. Lembrando que o Índice de Neutralização dos ácidos sólidos totais é 207,9 calcula-se que sómente poderá ser satisfeito se os Ácidos palmítico e myristico ocorrerem nas seguintes proporções :

Ácido Palmítico	17,5 %
Ácido Myristico	10,7 %

Relacionando os dados parciais obtidos, temos a composição aproximada seguinte - para os ácidos sólidos totais :

Ácido Caprílico	1,68 %
Ácido Cáprico	0,56 %
Ácido Myristico	10,70 %
Ácido Palmítico	17,50 %
Ácido Estearico	57,10 %
Ácido Araquídico	12,40 %

Fica portanto estabelecida a composição centesimal que segue, 2 para os ácidos graxos totais :

Sólidos :

Ácido Caprílico	0,48 %
Ácido Cáprico	0,16 %
Ácido Myristico	3,00 %
Ácido Palmítico	5,00 %
Ácido Estearico	16,30 %
Ácido Araquídico	3,50 %

Líquidos :

Ácido Oleico	71,50 %
--------------------	---------

Como vimos o teor em insaponificáveis no óleo foi achado igual a 0,6 %

Avaliando-se o radical Glicérico (C_3H_5) partindo-se do Índice do Ester, admitindo estarem os ácidos como Triglicérides encontramos 4,63, resultando, d'aí a seguinte composição para o Óleo de Uacú :

Ácidos saturados :

Ácido Caprílico	0,16 %
Ácido Cáprico	0,15 %
Ácido Myristico	2,84 %
Ácido Palmítico	4,74 %
Ácido Estearico	15,15 %
Ácido Araquídico	3,32 %

Ácidos não saturados :

Ácido Oleico	67,78 %
--------------------	---------

Outros componentes :

Radical Glicérico (C ₃ H ₅)	4,63
Insaponificáveis + não dosados	0,63
	<hr/>
	100,00

Como medida de prova e controle, calculamos o Índice de Neutralização condizente com a composição acima encontrando 201,1 valor próximo do determinado 201,0 .

Igualmente o Índice de Saponificação calculado segundo a composição exposta é 190,7 o que está de acordo com o achado praticamente 193,4.

Também o Índice de Iodo calculado, abstraindo influência dos Insaponificáveis é igual a 60,95 valor extremamente próximo do encontrado para o óleo que foi 60,4.

Grêmos, portanto ser estabelecida a composição do óleo de Uacú e provado por vários meios a identidade do mesmo.

Devido o teor elevado em Ácido Oleico, o óleo em estudo poderá também ter emprego industrial, na produção do ácido referido.

Para encerrarmos o estudo dos Ácidos do óleo de Uacú, apresentamos os valores achados e calculamos afim de melhor idéia fornecermos sobre sua constituição :

	Valor achado	Valor calculado
Ácidos Totais %	94,8	94,0
Ácidos Saturados	28,5	28,4
Ácidos não saturados	71,5	71,6
I. Iodo dos Ac. Totais	64,6	63,7
I. Iodo dos Ac. Líquidos	90,24	89,93
" " " " Sólidos	1,50	0,00
I. Neut. Ac. Totais	204	201,0
" " " Sólidos	207,9	209,8
" " " Líquidos	201,7	198,6

Pela observação do quadro acima, podemos constatar as aproximações obtidas.

CHOCOLATE:

Vêr o relatório anexo I.

XILANO

Tendo sido incumbido de estudar a padronização de um método para a determinação do Xilano em fibra, principalmente Juta, a Secção de Química, cooperando portanto, no esforço para escoergimento desta importante fonte de renda para a Amazônia enviou ao Snr. Diretor um Relatório que será em seguida transcrito em suas principais partes.

Existência e Propriedades

Nos materiais onde há predominância de celulose, ocorre quasi sempre uma fração menor, de outros Polisacarídeos que encrustam-na.

O modo pelo qual se acham encrustados, é ainda algo obscuro, parecendo entretanto que, no caso das fibras por exemplo, as substâncias encrustantes se disponham ao redor das fibrilas.

Este material incrustante, são a lignina e as Hemiceluloses na maioria dos casos, d'aí a procura atual de fibras com o menor teor possível de incrustantes porque um alto teor indica entre outras a dureza das fibras á torsão, menor resistência e fragilidade.

Nas fibras da Juta, existe ainda a própria lignina como associada á celulose, formando segundo Bevan a ligno-celulose.

De um modo geral nomeiam-se as substâncias de incrustação de "celulosanos" cujo principal componente é conhecido como sendo o Xilano.

O Xilano também é encontrado como constituinte mór das chamadas "gomas de madeira" Holsgruni.

No caso das Angiospermas, praticamente só existe o Xilano dentre os Polisacarídeos que por hidrólise fornecem Pentoses nas, nas Giospermas, alia-se o Manano ao Xilano.

Segundo Norman (2) o teor em celulosanos da celulose de uma mesma fonte é variavel com o tecido da Planta, estado de desenvolvimento e sobretudo com a idade.

A consideração acima é digna de nota, no caso da Juta, idade e estado de desenvolvimento aparece-nos como fatores influentes na comparatividade dos resultados analíticos. Ainda o mesmo autor cita, em abona ás suas observações o seguinte quadro:

J U T A

Mês	Dia	Teor em Xilano %
Abril	21	19,4
Mai	10	20,8
"	24	26,5
Junho	7	29,3
"	21	30,3

O teor em Celulosanos, atinge o máximo na maturidade, segundo Phillip e Goss (9).

As substâncias em questão, são hidrolizadas completamente a monoaçúcares, pela ebulição com ácidos minerais diluídos. Facilmente se solubilizam em álcalis e parcialmente em água mas não podem ser removidos por tratamento aquoso.

Experiências realizadas com a celulose de carvalho demonstram que, por ebulição com H_2SO_4 a 5% durante 16 horas, cerca de 90 % de Xilano total pode ser removido.

Alguns autores, (10) consideram a associação celulose + celulosanos tão profunda que supõem ser uma solução sólida.

O Xilano tem por fórmula bruta $(C_5H_8O_4)_n$ e por hidólise, transforma-se em d-xilose. Quando puro, apresenta-se sob a forma de um pó, branco, amorfo, insolúvel em Alcool, e solúvel nos álcalis. Forma com os metais alcalinos, compostos duplos e é inerte em relação ao clássico licór de Fehling.

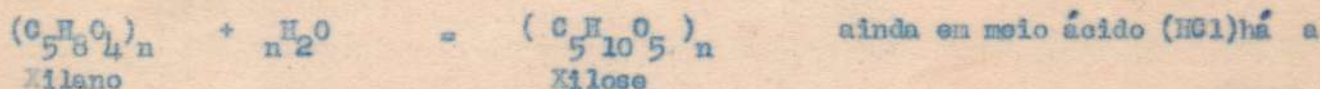
Determinação quantitativa do Xilano

Aproveita-se para esta determinação, a propriedade já citada do Xilano produzir a d-xilose (Pentose) por hidrólise ácida.

De modo distinto a determinação dos Pentosanos requer :

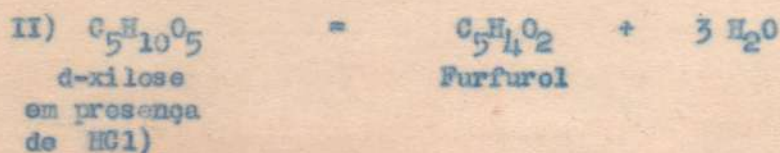
- I) Hidrolização para Pentoses
- II) Distilação do Furfurol formado pelas Pentoses, quando em meio ácido.
- III) Determinação do Furfurol destilado.

I) Sem entrar em detalhes quanto ás transformações químicas completas, que envolvem a hidrólise, podemos generalizar :



decomposição da

d-xilose segundo :

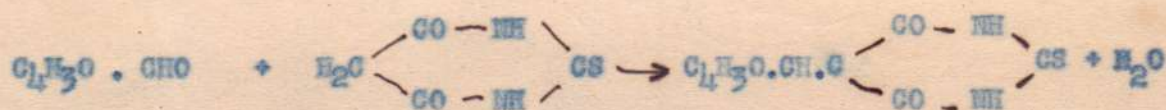


de modo ainda desconhecido, sabendo-se apenas quais os produtos iniciais e finais. Considera-se não efetuar uma desidratação no sentido químico posto que, agentes desidratantes e energéticos como o Cloreto de Zinco anidro e o Anidrido Fosfórico, não provocam a transformação do Catalizador (HCl) era fator importantíssimo na produção do Furfurol.

III) Os processos para a determinação do Furfurol destilado são vários. Assim entre os reagentes propostos encontram-se : Amonia, Fenihidrazina, Pirogalol, Semioxamizina, Floroglucinol e derivados dos Ácidos Barbitúrico. Entretanto somente o Floroglucinol (proposto por Counciler em 1894) e os derivados do Ac. Barbitúrico, ganham suficientes estudos, amparando-os nos métodos da determinação gravimétrica do Furfurol.

D'entre os derivados do Ácido Barbitúrico já empregados, citamos o Ácido Tiobarbitúrico e o Difeníl-tiobarbitúrico.

Para o emprego do Ácido Tiobarbitúrico teríamos :



Mas no nosso caso, contaríamos vários fatores contra o processo acima:

1) Não possuímos em estoque o Ácido Tetracarbitúrico o qual, mesmo no Sul é relativamente difícil de ser encontrado; 2) em relação com o Floroglucinol é um produto químico dispendioso; 3) a destilação do Furfurool não é quantitativa devido à destruição de parte do Furfurool produzido; 4) o precipitado de Furfuroolmaloniltiurea é difícil de se filtrar e lavar.

Em vista das razões expostas, preferimos o Floroglucinol, como precipitante do Furfurool formado, seguindo assim, o método para Pentosanos de Kruger-Tollens (11)

Facilitamos o trabalho de recolhimento do precipitado, economizamos tempo e poupamos a utilização de uma droga dispendiosa e difícil de se obter ainda mais, devido à carência de tempo com que contamos.

Com o Floroglucinol temos esquematicamente:



O precipitado de Furfuroolfloroglucido ainda é de estrutura desconhecida.

O principal fator de interferência com o método proposto seria a presença de outros Pentosanos o que, não acontece em relação à juta, segundo vemos na análise imediata (12)

Substâncias graxas	-	8,049
Gomas, sol. no éter	-	1,600
Gomas, sol. no álcool	-	0,637
Fectatos sol. em água	-	1,272
" de cálcio	-	6,128
Calcio	-	1,104
Fectose	-	0,050
Celulose	-	50,000
Para celulose	-	11,400
Meta celulose	-	5,200
Citose	-	2,000
Vasculose	-	20,500

O Xilano é constituinte, possivelmente exclusivo da fração Para-celulose. Também pode ser encontrado como parte da fração Meta-celulose.

O primeiro método citado é hodiernamente o mais empregado porque o clássico processo de Krüger-Tollens apresenta diversos inconvenientes:

1) O método é empírico - não estequiométrico - devido aos seguintes fatores:

a) A transformação de Xilose em Furfurool não é quantitativa; apenas 90% de Xilose produz Furfurool.

b) A precipitação e estrutura do precipitado Furfuroolfloroglucido é desconhecida.

2) Em material rico em Hexoses e Pentoses, há grande interferência, devido à elevada produção de Furfuroi.

3) Há necessidade de correções para o precipitado de Floroglucido.

4) O Floroglucinol, precipita outras substâncias que não o Furfuroi, ainda que em pequena quantidade.

5) As diferentes pentoses produzem quantidade desigual de Furfuroi necessitando portanto de um fator específico para o cálculo.

Convem entretanto lembrar-nos que 1 a, 2 e 5 são condições que também dizem respeito ao primeiro método citado.

As desvantagens acima relatadas, são na maioria equilibradas por uma padronização dos reagentes e da aparelhagem, bem como das condições da destilação.

Havendo de nossa parte, necessidade de um processo que forneça "comparatividade" nos resultados e simplicidade na manipulação concluímos pela viabilidade de processo KRÜGER - TOLLENS - desde que a pureza dos reagentes, condições de aparelhagem e padronização das operações sejam, definitivamente estabelecidas.

Executamos em laboratório várias determinações sobre fibras de Juta, afim de estandardizarmos o método para o material em trabalho. Eis, de modo geral o processo por nós empregado :

Reagentes : Ácido Clorídrico, Solução do Ácido Clorídrico puro, p.a. isento de traços de Áci do Nítrico, Nitritos, Nitratos ou Clorêto estanoso. Concentração - 12 %, padronizada contra uma solução de Alcali N/1.

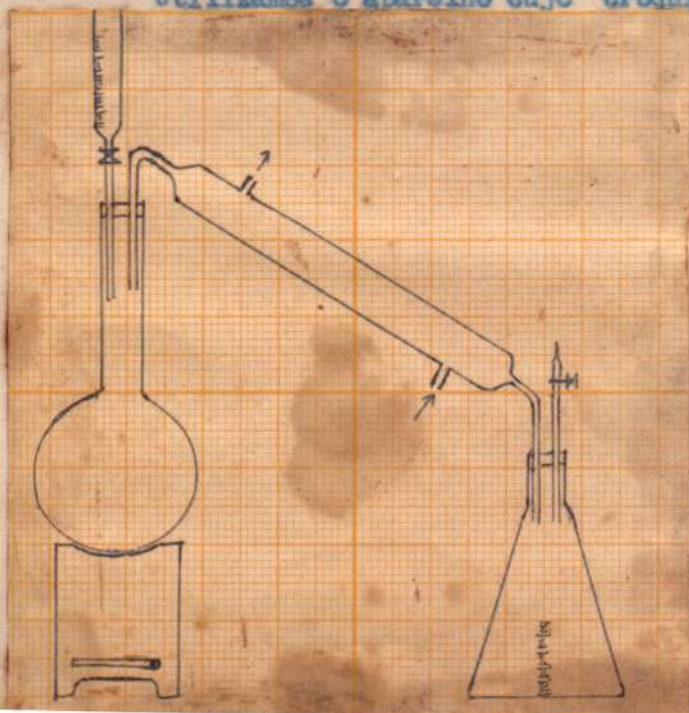
Obs: é necessário extremo rigor na padronização do ácido, porque, qualquer alteração no teor em HCl, acarreta destruição ou deficiência na hidrólise e produção do Furfuroi.

Floroglucinol :- dissolver 11 grs de Floroglucinol a 1.500 ml. de HCl a 12 % . Deixar em repouso 18 a 24 horas, de preferência, durante alguns dias, antes de usá-la. O Floroglucinol deve ser completamente isento de Disorcina.

Acetato de Anilina :- prepara-se dissolvendo 2 ml. de anilina em 20 ml. de Ácido Acético a 10 % . Agita-se.

Determinação

Utilizamos o aparelho cujo "croquis" segue abaixo, para as nossas análises :



Do material reduzido a partículas as menores possíveis, (nos utilizamos de um moinho para efetuar a redução, após termos picotado fibras - em pedaços menores que 0,5 polegadas é recolhido cerca de 1 gramo e posto no Balão do aparelho. Toma-se amostra em separado para a determinação de unidade.

Adiciona-se 100 ml. iniciais de Ácido Clorídrico a 12 %.

No funil separador com graduação marcando de 30 em 30 coloca-se também Ácido Clorídrico a 12 %.

Coloca-se o balão sobre um forno, com tela.

Inicia-se (após a aparelhagem estar conectada com cuidado afim de se evitar perdas do Furfurool) e aquecimento muito lento, utilizando o forno q/ termostato. Passa-se então a primeira fase da série de reações : o Xilano é hidrolizado ao monosacarídeo correspondente. (Reação I).

Em geral após 20 minutos de aquecimento, começa a fase da Distilação do Furfurool, formado pelo aquecimento contínuo da Xilose em presença do excesso do Ácido Clorídrico.

Regula-se o aquecimento de tal forma que distile 30 ml. em cada 10 minutos.

Após os 10 primeiros minutos, adicionam-se, pelo funil separador, 30 ml. de Ácido Clorídrico tornando ao nível primitivo no Balão, para regular a pressão interna, ao adicionar mais Ácido Clorídrico, convem abrir um pouco a pinça da válvula de segurança, colocada no vaso receptor do Furfurool distilado.

Prossegue-se idênticamente, até perfazer o total de 360 ml. ou sejam 12 frações da distilação. É importante manter o aquecimento padronizado de tal forma que o ritmo da distilação (30 ml. em cada 10 minutos) não seja alterado.

Após a décima segunda fração ser recolhida, faz-se o teste para Furfurool, abrindo se a Pinça de segurança e tocando-se o orifício do tubo, com papel de filtro em tiras embebidas na solução de Acetato de Anilina. Havendo ainda Furfurool por distilar, aparecerá uma coloração vermelha característica. Continua-se então a recolher mais uma ou duas frações, até não mais acusar Furfurool no distilado.

Recolhe-se o Erlenmeyer e adiciona-se uma quantidade de Sol. Clorídrica de Floroglucinol tal que, contenha uma quantidade d'esta, duas vezes maior que a quantidade de Furfurool recolhido na prática cerca de 40 ml. da solução preparada segundo acima. Completa-se a 400 ml. ou 450 ml. o volume com um pouco mais de Ácido Clorídrico.

A solução de Furfurool torna-se amarela, verde claro, verde escuro e logo após um ligeiro repouso, aparece a formação de um precipitado negro, amorfo, do Furfuroolfloroglucídio. Esta sequência de cores é um índice de que a reação entre o Furfurool e o Floroglucinol não é tão simples como indicamos; é bem mais complexa, não sendo conhecido os produtos intermediários.

Após o escurecimento total da solução, abandona-se em repouso durante toda a noite, e, na manhã seguinte obtém-se um líquido claro, com uma camada de precipitado negro decantado. Testa-se o líquido sobrenadante com papel embebido em Acetato de Anilina; havendo presença de Furfurool, - adicionar um pouco mais da solução clorídrica de Floroglucinol.

Convem durante toda a fase da distilação e precipitação do Furfurool produzido, abrir o menor número de vezes possível a Pinça de segurança. Havendo receio de desenvolvimento de grande pressão interna e, não, se contando com vidros Pyrex para a aparelhagem, pode-se utilizar um pequeno condensador de Alihn em lugar da Pinça de segurança.

Filtrar depois o precipitado por um cadinho de Gooch com amianto, previamente tarado, lavando com 150 ml de água : secar em Estufa de Vácuo regulada a 80° - 90° durante 4 horas seguida, tempo suficiente para se alcançar a constância de peso.

Pela diferença de peso do cadinho, temos o peso do Furfurool Floroglucídio e qual mediante a aplicação das fórmulas ou Tabelas de Krüger, obtém-se o equivalente em Xilano. Relacionar a 100 gramas do material seco.

De um modo geral, temos seguido o método acima com ótimos resultados.

Em uma série de 6 determinações levadas a efeito com o máximo de atenção às observações acima, colhemos os resultados seguintes:

Am.	Xilano %	Desvios		Quadrados	
		(-)	(+)		
A.	15,0	0,05		25	Desvio padrão = $\pm 0,1049$ Erro padrão = $\frac{0,105}{\sqrt{6}} = 0,04$ Média correta com erro padrão = $= 15,05 \pm 0,04$ Variação relativa percentual = $= 0,7 \%$ Coeficiente de variação = 0,26%
B.	15,2		0,15	225	
C.	15,1		0,05	25	
D.	14,9	0,15		225	
E.	15,0	0,05		25	
F.	15,1		0,05	25	
Média 15,05		- 0,25	+ 0,25	550	

Há a considerar o tempo gasto por cada determinação :

Fase de inversão (aquecimento)	-	0	h	20	min
Formação e destilação do Furfural	-	2	h	30	min
Precipitação e repouso	-	18	h	00	min
Filtração e lavagem	-	0	h	30	min
Dessecação do precipitado	-	4	h	00	min

Tempo Total de cada determinação simples 25 h 20 min

Como vemos, as determinações do Xilano, pelo processo discutido, ou pelo processo de precipitação pelo Ácido Tiobarbitúrico (onde exige também 18 horas de repouso) são bastante demoradas. Deve-se portanto operar simultaneamente com 2 ou mais aparelhos, para os trabalhos em série.

Fica assim exposto em rápidas observações o método por nós escolhido para a determinação proposta.

Convém ainda, salientarmos a variação obtida : 0,7 % acusando uma variação pequena, índice de precisão que julgamos aceitável para os trabalhos de rotina.

Obs: Outros métodos :

Além dos métodos citados, existem atualmente vários outros que aos poucos vão -
 granjeando lugar de destaque. Assim é o caso do método de Khristich por redução do Cobre.
 Também o de Jayne e Sarten que utiliza o Ácido Bromídrico e o de Pervier e Gortner por
 titulação elétrica de Bromato ou mesmo a modificação de Powell e Whittaker por titulação
 com Tio Sulfato.

A colorimetria apresenta-nos o método de Reeves e Munro.

Todos porém servem para a determinação das Pentosas e, necessitam de aparelhagem
 de vidro moderna, sem juntas e ligações de Borracha bem como alguns exigem reagentes e
 aparelhagem que não possuímos no momento.

ANÁLISES GERAIS



A Seção de Química executou várias análises sobre :

- a) Nitrogênio, Matéria orgânica e Mineral em folha de Timbó.
- b) Alcaloides totais em Theobroma cacao.

ALIMENTAÇÃO DE GADO

Devido aos pronunciados sintomas de carência alimentar que ocorreu no gado do I.A.N. (fato comum em toda a Amazônia) o Sr. Diretor nos encarregou de procurar uma Fórmula alimentar reunindo com especialidade os chamados "elementos raros".

Encontramos no livro de MORRISON - Feed and Feeding ensinamentos que nos ajudou a resolver o problema.

Apresentamos então ao Sr. Diretor em ofício S.C.-15/47 o resultado de nossas observações. A fórmula apresentada, à base de Cloreto de Sódio, Óxido vermelho de Ferro, Sulfato de Cobre e Cloreto de Cobalto foi de extraordinária eficiência no metabolismo do nosso gado, o qual, encontra-se atualmente em perfeitas condições de saúde.

CONSULTAS E VISITAS

Como anualmente acontece, recebemos algumas consultas de pessoas ou associações sobre problemas atinentes às atividades de nossa Seção em relação com a Amazônia. Entre elas destacamos que se refere à Cera do caaússú.

Em ofício 1-47 respondemos a um ofício da Associação Comercial do Pará sobre "Cera de Caaússú".

Trata-se de um produto que vem grandemente interessando aos industriais Americanos e Francêses (após guerra).

Dentre as visitas destacamos a do Chanceler Dr. Osvaldo Aranha e a do Sr. Comandante Almirante Bras Veloso atualmente exercendo o comando do 4º Distrito Naval; vários membros do Bureau Comercial Americano Washington D.C. e representantes de firmas Americanas, além de técnicos em vários ramos científicos.

D'entre os técnicos nacionais nos referimos especialmente aos Drs. Paulo Berredo Carneiro, Rubens Descartes P. Paula e Francisco Maffei.

Convem salientar ainda a honrosa visita ao nosso Laboratório de todos os membros das várias representações estrangeiras à Conferência da Hilsia Amazônica.

Eis Sr. Diretor um resumo dos trabalhos executados e em andamento n'esta Seção.

L I T E R A T U R A G E R A L

- (1) The Journal of Industrial Engineering Chemistry, 13, 806, 1921
- (2) Química Analítica Aplicada, V. Villavecchia, Ed. 1944.
- (3) Ad. Grün - Analyse der Fette und Wachse
- (4) Lewkowitsch - Chem. Technology and Analysis of Oils, Fats and Waxes, 581, I. 1921.
- (5) Jamieson - Vegetable Fats and Oils 294, 1932.
- (6) Elements de Chimie Vegetale - Wattiez et Sternon.
- (7) V. Villavecchia - Química Analítica Aplicada II, 532, 2a. edição.
- (8) The Biochemistry of Cellulose, the Polyuronides, lignina etc, by Norman.
- (9) Phillip and Gess. J. Agric. Res. 51, 301 (1935)
- (10) Irvine and Hirst. J.S.C. 15, 125 (1924)
- (11) Kurzes Handbuch der Kohlenhydrate, Tollens-Elsner, pag. 113-114 (1937)
- (12) Textile Fibras - Mattows.

Sem outro assunto, firmo-me atenciosamente

Garson P. Finto

Garson P. Finto

= Químico Resp. pela Seção de Química =

Seção de Química.
Em, 13-V-48.

S.Q.-37/47.

Em,

Do: 6 de Dezembro de 1947.

Ao: Assistente Derson de Almeida.

Assunto: Responsavel pela Secção de Química.

Informações de sua atividade durante o ano de 1947 - Presta :-

A N E X O - I -

Prezado Senhor:

Concurso de habilitação para admissão de extranumerário mensalistaLaboratorista :

A 18 de Março, em officio S.Q. nº 7, enviei os documentos relativos ao concurso de Laboratorista, conforme processo nº 2.867/47, deste Instituto, para fins de encaminhamento para o D.A.S.P., constantes de um relatório e dois anexos II e I em 4 vias, e 3 sobre carta rubricadas e lacradas contendo 33 talões referentes às provas escritas, 33 provas escritas e a terceira 30 relatórios, em cujo concurso funcionei como presidente, tendo por examinadores os Drs. Benedito de Abreu Sá, e José Maria Hesketh Condurá.

Curso do Banco de Crédito da Borracha:-

Em officio S.Q. nº 10 de 14 de Abril foi informado à Diretoria sobre o programa a meu cargo, relativo ao Curso para os agrônomos do Banco de Crédito da Borracha, e qual foi dividido em três preleções :-

- 1ª : - Solubilidade
Sistemas de soluções.
- 2ª : - Soluções eletrolíticas
Teoria dos indicadores
Alcalimetria e Acidimetria
- 3ª : - Coloides

cuja cópia já deve constar dos arquivos da Diretoria.

Trabalho sobre Theobroma cacao L.

No dia 13 de Janeiro do corrente ano entraram para a Secção frutos

de Theobroma cacao L. para fins de obtenção do chocolate e subsequentemente determinação de alcaloides totais.

Esses frutos foram divididos em dois grupos, cujo critério de separação foi a maturidade aparente das cascas.

Fermentaram em cubas de vidro observando, porém, uma fermentação difícil e de pequena variação de temperatura, bem como um tempo de fermentação muito pequeno, perfazendo 2 dias e 18 horas.

A despeito, porém, desses fatos o produto foi de ótima cor, aroma e sabor.

A 29 do mesmo mês, entraram novos frutos da mesma espécie tendo sido separados em dois grupos, obedecendo o mesmo critério.

Esses, porém, foram postos a fermentar em cubas de madeira, de fundo perfurado, com tampa e de dimensões de 25 x 25 x 15 cm, verificando-se um início de fermentação mais breve que em cuba de vidro.

Nesses então os mais maduros iniciaram dentro 1 dia e 6 horas depois e os menos maduros dentro de 1 dia e 4 horas.

O tempo de fermentação dos primeiros preencheu 5 dias e 10 horas e dos segundos 4 dias e 12 horas.

Após a fermentação foram postas as sementes a secarem ao sol, torradas e pulverizadas, dando também um produto avermelhado e ótimo aroma e sabor.

A análise de alcaloides totais porém, somente este mês é que foram determinadas, dando um valor de 1.59 % sobre amostra seca, por motivo do estado do nosso aparelho de Kjeldahlização, conf. se vê do of. S.O.-21/47 e como é do conhecimento desta Chefia, bem como feita sobre a amostra dos frutos menos maduros da segunda remessa, pois os demais foram deteriorados por mofo; essa análise foi informada à S.M.P. em officio S.O.-36/47 de 3 do corrente mês.

Trabalho sobre Timbó: - Conforme já vinha sendo tratado verbalmente com a Diretoria, a 4 de Novembro p.p. encaminhei o of. S.O.-33/47 no qual expunha sobre a necessidade da industrialização do Timbó.

Um dos primeiros passos para a sua realização seria estabelecer um processo de determinação quantitativa de extrato total e de Rotenona mais rápido do que o processo pelo Cl_4C , que somente nos dará o resultado dentro de umas 70 horas. Ora, isso é pouco prático, mesmo não considerando o número de operações a fazer.

Para determinar outro processo, pensei obtê-lo em função das densidades, isto é, conhecendo-se as densidades de extrato total, da Rotenona, do extrato total sem Rotenona, do solvente, que chamaríamos d_2 , d_3 , d_4 e d_1 respectivamente, e teríamos pelas fórmulas,

$$n_2 = \frac{100 d_2 (d_2 - D)}{D (d_1 - d_2)} \quad \circ$$

$$n_R = \frac{100 d_3 (d_2 - D) (d_4 - d_2)}{D (d_1 - d_2) (d_4 - d_3)}$$

os teores m_2 e m_R , respectivamente do extrato total e Rotenona, dissolvido em um solvente de densidade d_1 , para uma massa da solução de 100 grs de D de densidade. Portanto, conforme se vê poderíamos organizar uma tabela, constante de três colunas: uma os valores da D, densidade da solução; outra de m_2 , massa do extrato total contido em 100 grs da solução de densidade D, m_R , massa da Rotenona contida na mesma solução. E assim, uma vez feita a extração, com um densímetro determinaríamos D e pela linha correspondente a esta densidade na tabela, o extrato total e a Rotenona correspondente.

As grandezas portanto, a determinar para substituir nas fórmulas acima seriam, como vimos, d_1 , já conhecemos, densidade do solvente; d_2 , densidade do extrato total, que poderíamos obtê-lo pelo processo do frasco, picnômetro; d_3 densidade da Rotenona já conhecida; d_4 , densidade do extrato sem Rotenona, determinada pela fórmula:

$$d_4 = \frac{(m_2 - m_3) d_2 d_3}{m_2 d_3 - m_3 d_2}$$

na qual m_2 = massa do extrato total

m_3 = " da Rotenona contida no mesmo extrato ;

d_2 e d_3 já conhecemos.

Esse valor porém carece uma consideração, porque, é bem difícil se determinar toda a Rotenona contida numa determinada massa do extrato total. Mesmo assim, poderíamos considerar somente a Rotenona cristalizável, pois certa porção fica retida na resina, mas, mesmo assim, pelo outro processo somente se considera essa Rotenona, pois o cálculo é levantado sobre o peso da Rotenona cristalizada.

Então, assim teríamos um processo, que partindo-se da amostra do Timbó nos daria um resultado dentro de umas 15 horas, pois esse é o tempo de extração em Soxhlet e imediatamente, se do aparelho tirarmos uma amostra de solução.

Essas determinações porém, ainda não estão sendo efetuadas por falta absoluta de picnômetro, a precariedade de nossa balança de Mohr e falta de estôje de densímetro.

No momento estou na escolha de solvente porque em Cl_4C consegui reduzir muito o tempo necessário para a cristalização do solvato, e que era feito em geladeira em cerca de umas 30 horas para aproximadamente 1 hora no vácuo. Mas em vista de o Cl_4C exigir revestimento interno e por ser a Rotenona, em relação à Acetona, de menor solubilidade no Cl_4C , pensei em utilizar esse outro solvente, mas encontrei maior dificuldade na purificação, requerendo consequentemente maior número de recristalizações, por motivo de um princípio amorfo branco não identificado ainda, cujo coeficiente de solubilidade é muito próximo do da Rotenona.

Lembrei-me então do $CHCl_3$, que forma também solvato, portanto, podendo gozar de propriedades idênticas das do solvato de Cl_4C e por ter um coeficiente de solubilidade maior, seria mais aconselhável.

Estamos no momento nesse ensaio.

Ainda um fato interessante requer observação. No Oriente, os técnicos analistas de Timbó, verificaram que dentro de uma mesma espécie o teor em Rotenona é proporcional ao teor em extrato total, dando consequentemente lugar a uma reta.

Isto posto, relacionei as expressões,

$$m_2 = \frac{100 d_2 (d_2 - D)}{D (d_1 - d_2)} \quad e$$

$$m_R = \frac{100 d_3 (d_2 - D) (d_4 - d_2)}{D (d_1 - d_2) (d_4 - d_3)}$$

e obtive

$$m_R = \frac{d_3 (d_4 - d_2)}{d_2 (d_4 - d_3)} m_2$$

que expressa o teor em Retenona, m_R , em função do teor em extrato total m_2 .

Portanto, se fizermos

$$\frac{d_3 (d_4 - d_2)}{d_2 (d_4 - d_3)} = \text{const} = B$$

teremos,

$$m_R = B m_2$$

$$m_R - B m_2 = 0$$

que é a equação de uma reta que passa pela origem dos pontos e realmente proporcional ao teor em extrato total.

Mas para a relação B ser constante, é preciso que d_2 , densidade do extrato total o seja, do que se conclue que, para uma mesma espécie as densidades dos extratos totais das variedades são iguais, consequentemente mais produtora aquela que tiver maior extrato total.

Admitamos agora que isso seja verdade e que dentro das espécies as densidades dos extratos totais são diferentes.

Então tendo-se

$$m_R = \frac{d_3 (d_4 - d_2)}{d_2 (d_4 - d_3)} m_2$$

$$m_R^1 = \frac{d_3 (d_4 - d_2^1)}{d_2^1 (d_4 - d_3)} m_2$$

duas expressões de teor em Retenona para o mesmo teor em extrato total, supondo-se que d_4 , densidade dos extratos sem Retenona, são iguais em ambos, então

$$\frac{m_R}{m_R^1} = \frac{d_4 - d_2}{d_4 - d_2^1} \cdot \frac{d_2^1}{d_2}$$

da qual se conclue que para $\frac{m_R}{m_R^1}$ ser tanto maior é preciso que m_2^1 seja tanto menor supondo m_2 constante; portanto que d_2^1 seja tanto maior que d_2 , supondo-se também d_4 por referência, isto é, que quanto maior for a densidade do Extrato Total tanto menor será o teor em Retenona, para uma mesma massa de extrato em ambos.

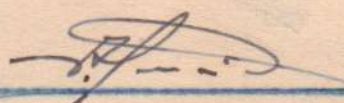
Teríamos então dessa maneira, uma forma de selecionar o Timbó industrial.

Isso, porém, precisa verificação em laboratório. Trabalhando-se com espécies e variedades, em identidade de condições de idade, porque ignoramos se a densidade do extrato

total varia em função da idade.

Afim de construir um pequeno extrator de Rotenona, foi determinada a densidade da raiz do Timbó Derris urucú, antes de pulverizada, dando para amostra úmida uma média de 1.125 e para amostra seca 1.112, bem como determinado o fator que liga o volume antes e depois de pulverizada, o que foram obtidos, para amostra úmida 3.440 e seca 3.693 sendo o fator médio 3.566, de maneira que por essa grandeza se poderá, em função do peso da raiz saber o volume que ocuparia determinado peso de Timbó depois de pulverizado.

Esses são os trabalhos que desenvolvi durante o corrente ano.


Derson de Almeida
- Ass. Técnico da Seção de Química -

