



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
Instituto de Química  
Curso de Química Tecnológica

# **Estudos visando à obtenção do LCC técnico e cardanol com a rastreabilidade exigida para prospecção de produtos de interesse biotecnológicos.**

Hiago da Silva Neto Faúla

**Trabalho de Conclusão de Curso**

**Orientador:** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Maria Lucilia dos Santos

Brasília, Dezembro de 2016



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
Instituto de Química  
Curso de Química Tecnológica

# **Estudos visando à obtenção do LCC técnico e cardanol com a rastreabilidade exigida para prospecção de produtos de interesse biotecnológicos**

Hiago da Silva Neto Faúla

**Orientador:** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Maria Lucilia dos Santos

Monografia apresentada ao Instituto de Química – IQ, da Universidade de Brasília – UnB, como requisito parcial ao programa de graduação em Química Tecnológica, para obtenção do título de Bacharel em Química Tecnológica.

Brasília, Dezembro de 2016

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**Instituto de Química**  
**Curso de Química Tecnológica**

Monografia apresentada ao Instituto de Química – IQ, da Universidade de Brasília – UnB, como requisito parcial ao programa de graduação em Química Tecnológica, para obtenção do título de Bacharel em Química Tecnológica.

**Estudos visando à obtenção do LCC técnico e cardanol com a rastreabilidade exigida para prospecção de produtos de interesse biotecnológicos**

Hiago da Silva Neto Faúla

Aprovado por:

---

Professor orientador: Dr.<sup>a</sup> Maria Lucilia dos Santos

---

Professor: Dr. Ângelo Henrique de Lira Machado

---

Professor: Dr. José Joaquin Linares León

Brasília, Dezembro de 2016

*Aos meus pais, que sempre acreditaram no poder do saber, incentivaram-me e proporcionaram-me a educação que tenho, para que assim pudesse chegar até aqui.*

*A minha irmã e aos meus amigos, que estiveram comigo durante a graduação, no dia a dia ou na distância, marcando momentos de grande alegria e dando forças para continuar e terminar este curso.*

## AGRADECIMENTOS

O estudo aqui apresentado foi desenvolvido no *Laboratório de Transformação de Moléculas Orgânicas (LITMO)* do Instituto de Química da Universidade de Brasília, sob a orientação da professora *Maria Lucilia dos Santos*, a quem exprimo meus mais profundos agradecimentos, pois desde o início mostrou grande disposição em ajudar, no acolhimento e carinho e ainda com paciência e apoio em todas as dificuldades que esta pesquisa apresentou.

A Deus, pela perseverança e força que me deu para que conseguisse passar por todas as dificuldades que apareceram durante a graduação.

Aos meus pais e irmã, que sempre estiveram ao meu lado, torceram por mim e me deram muito apoio e carinho para que concluísse minha graduação.

A Antônia L. S. Mariano, Crato-CE, pela concessão das castanhas de caju que permitiram a realização deste estudo.

Ao pessoal técnico da Central Analítica do IQ, CAIQ-IQ e, indiretamente, às agências de fomento que permitem a atualização dos instrumentos, ambos essenciais ao desenvolvimento deste trabalho.

Aos meus amigos, Luma, Katharina, Julliana, Elyane, Nyanne, Pedro, Lorena, Bárbara e Deborah, que estiveram comigo na árdua, porém gratificante caminhada da graduação, trazendo alegria aos momentos difíceis e fazendo com que os dias na Universidade fossem melhores.

Aos meus amigos Ricardo e Ândrea, que apesar da distância que se encontram, tiveram papel importante em minha caminhada.

A Carollina, grande parceira de laboratório durante o início graduação, sua amizade e carinho foram de grande ajuda durante minha jornada até aqui.

A todos aqueles que contribuíram de forma não menos importante, para meu aprendizado, que por algum descuido não foram citadas aqui.

## LISTA DE ABREVIATURAS

AA	Ácido anacárdico
ANC	Anacardato de cálcio
CCD	Cromatografia em camada delgada
CNSL	Cashew nut shell liquid
HPLC	Cromatografia líquida de alta performance
LCC	Líquido da casaca da castanha de caju
MIBK	Metil isobutil cetona
MR	Mistura reacional
3-PDP	3-Pentadecilfenol

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** O cajueiro e suas características
- Figura 2** Representação da castanha de caju.
- Figura 3** Lipídeos fenólicos constituintes do LCC natural e LCC técnico.
- Figura 4** Transformações industriais do cardanol.
- Figura 5** Estrutura química do cardanol destacando sítios reativos
- Figura 6** Cromatograma do cardanol obtido via coluna cromatográfica de quitosana
- Figura 7** Seleção das castanhas por aspectos morfológicos
- Figura 8** Fragmentação das cascas das castanha de caju
- Figura 9** Obtenção do LCC natural cascas das castanha de caju
- Figura 10** Sistema de filtração.
- Figura 11** Cromatograma HPLC do LCC natural
- Figura 12** Cromatograma HPLC do ácido anacárdico
- Figura 13** Cromatogramas HPLC do cardanol, cardol e metilcardol
- Figura 14** Descarboxilação térmica do ácido anacárdico.
- Figura 15** Cromatograma HPLC da tentativa de descarboxilação do AA
- Figura 16** Cromatograma HPLC da tentativa de descarboxilação do ANC
- Figura 17** Cromatogramas HPLC da descarboxilação do AA, Teste 3 e 4
- Figura 18** CDD da descarboxilação do LCC
- Figura 19** Aspecto dos produtos de descarboxilação obtidos no Teste 5 e 6
- Figura 20** Cromatogramas HPLC da descarboxilação do LCC natural, Teste 5 e 6



## RESUMO

O líquido da castanha do caju (LCC) é uma das fontes mais ricas de lipídeos fenólicos não isoprenóides: ácidos anacárdicos, cardóis, cardanóis e metilcardóis (saturados e insaturados). De forma geral, durante o processamento industrial para obtenção da amêndoa, os ácidos anacárdicos sofrem descarboxilação térmica convertendo-se a cardanol, produzindo o LCC técnico como subproduto do processamento da castanha. O LCC representa cerca de 25% do peso da castanha in natura e caracteriza-se como um material de natureza cáustica e bastante corrosiva. Atualmente é largamente empregado na indústria química como componente para a produção de polímeros utilizados na produção de lubrificantes, tintas, esmaltes especiais, vernizes, matérias plásticas, resinas, inseticidas, fungicidas, pigmentos, plastificantes, antioxidantes, isolantes, adesivos, aglutinantes para placas aglomeradas e compensados utilizados na indústria naval.

Apesar da abundância e de sua aplicabilidade nobre, o LCC técnico tem sido muito pouco explorado no Brasil. A legislação atual brasileira prevê a repartição de benefícios e a rastreabilidade das atividades decorrentes de acesso ao patrimônio genético ou ao conhecimento tradicional associado, inclusive as relativas à exploração econômica oriunda desse acesso.

Com o intuito então de fornecer uma matéria prima de qualidade e com a rastreabilidade exigida pela indústria brasileira, neste estudo o cardanol foi obtido em escala laboratorial por duas diferentes metodologias: descarboxilação térmica e descarboxilação com refluxo de tolueno a partir de ambas matérias primas, ácido anacárdico puro e LCC natural.

**Palavras-chave: LCC, LCC técnico, Descarboxilação, Rastreabilidade.**

## ABSTRACT

The cashew nut shell liquid (CNSL) is one of the richest sources of non-isoprenoid phenolic lipids such as anacardic acid, cardol, cardanol and methylcardol (saturated and unsaturated). Generally, during the manufacturing process for obtaining the kernel, the anacardic acid undergoes thermal decarboxylation converting into the cardanol producing the technical CNSL as a byproduct of the processing of kernel. The CNSL represents about 25% of the weight of fresh cashew nuts and is characterized as a material caustic and very corrosive nature. It is currently widely used in the chemical industry as component for the production of polymers used in the production of lubricants, inks, special enamels, varnishes, plastics, resins, insecticides, fungicides, pigments, plasticisers, antioxidants, insulators, adhesives, binders for bonded and offset plates used in shipbuilding.

Despite the abundance and of its noble applicability, the technical CNSL has been very little explored in Brazil. The current Brazilian legislation predicts the distribution of benefits and the traceability of activities arising from access to genetic resources or associated traditional knowledge, including those relating to economic exploitation deriving from such access.

In order so to provide a raw material with the quality and traceability required by Brazilian industry, in this study the cardanol was obtained in laboratory-scale by two different methods: thermal decarboxylation and decarboxylation with reflux of toluene from both starting material pure anacardic acid and natural CNSL.

**Keywords: CNSL, technical CNSL, Decarboxylation, Traceability.**

# SUMÁRIO

1. Introdução .....	01
1.1. O líquido da casca da castanha de caju (LCC).....	03
1.2. Processos de obtenção e purificação do cardanol.....	04
2. Objetivos.....	08
2.1. Objetivos específicos.....	08
3. Materiais e métodos.....	08
3.1. Obtenção do LCC.....	08
3.1.1. Preparo de amostras para análise por HPLC.....	10
3.1.2. Condições da análise por HPLC.....	11
3.2. Separação dos componentes do LCC.....	11
3.2.1. Ácido Anacárdico.....	11
3.2.2. Separação e purificação dos demais fenóis.....	12
3.2.3. Reação de descarboxilação.....	13
3.2.3.1. Teste 1.....	13
3.2.3.2. Teste 2.....	13
3.2.3.3. Teste 3.....	13
3.2.3.4. Teste 4.....	14
3.2.3.5. Teste 5.....	15
3.2.3.6. Teste 6.....	15
4. Resultados e discussão.....	15
5. Conclusões e Perspectivas.....	23
6. Bibliografia.....	24
Anexos.....	26

*“You want to know the difference between a master and a beginner? The master has failed more times than the beginner has even tried.”*

*Unknown*

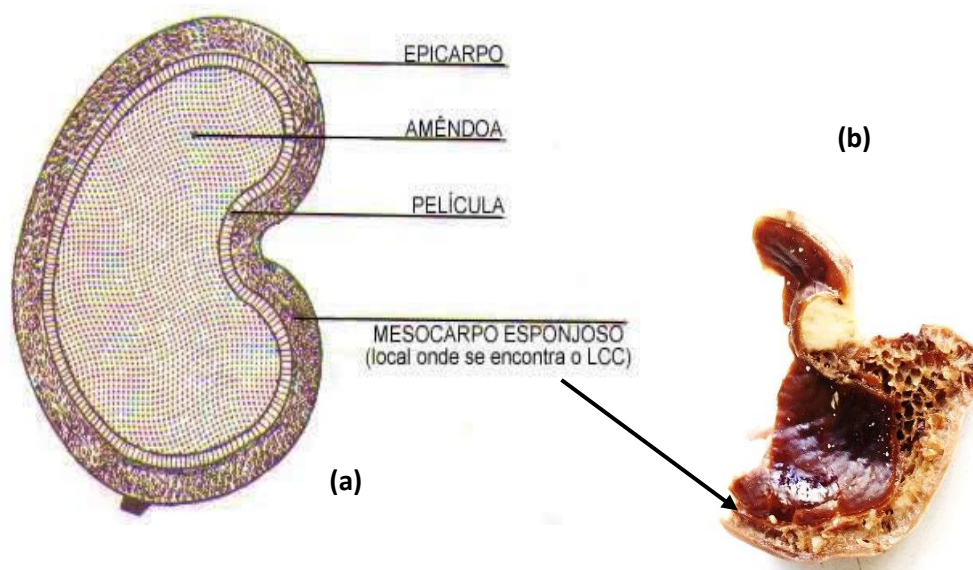
# 1. Introdução

O cajueiro, *Anacardium occidentale* L. (Figura 1), é uma árvore frutífera da família Anacardiaceae, possui uma aparência exótica, com troncos tortuosos, folhas glabras e fruto reniforme. Seu pedúnculo superdesenvolvido é muito apreciado devido sua polpa e é frequentemente confundido com o fruto (castanha), quando na verdade se trata do pseudofruto, cientificamente denominado de pedúnculo floral, com coloração variante entre o amarelo e o vermelho.<sup>1</sup>



**Figura 1.** *Anacardium occidentale* L. (cajueiro) destacando alguns aspectos morfológicos das partes aéreas (adaptado de [www.mast.br](http://www.mast.br)).<sup>2</sup>

O fruto do cajueiro, popularmente conhecido como castanha de caju, é repleto de um líquido escuro, quase preto, cáustico e inflamável, que se encontra no mesocarpo alveolar (Figura 2), o qual recebe o nome de líquido da casca da castanha do caju (LCC). Na parte mais interna da castanha está localizada a amêndoa, constituída de dois cotilédones carnosos e oleosos, que compõem a parte comestível do fruto, revestida por uma película em tons avermelhados.<sup>1</sup>



**Figura 2.** Representação da castanha de caju. **(a)** Divisão anatômica da castanha. **(b)** Expansão do mesocarpo esponjoso (adaptado de <http://www.mecol.com.br/>).<sup>3</sup>

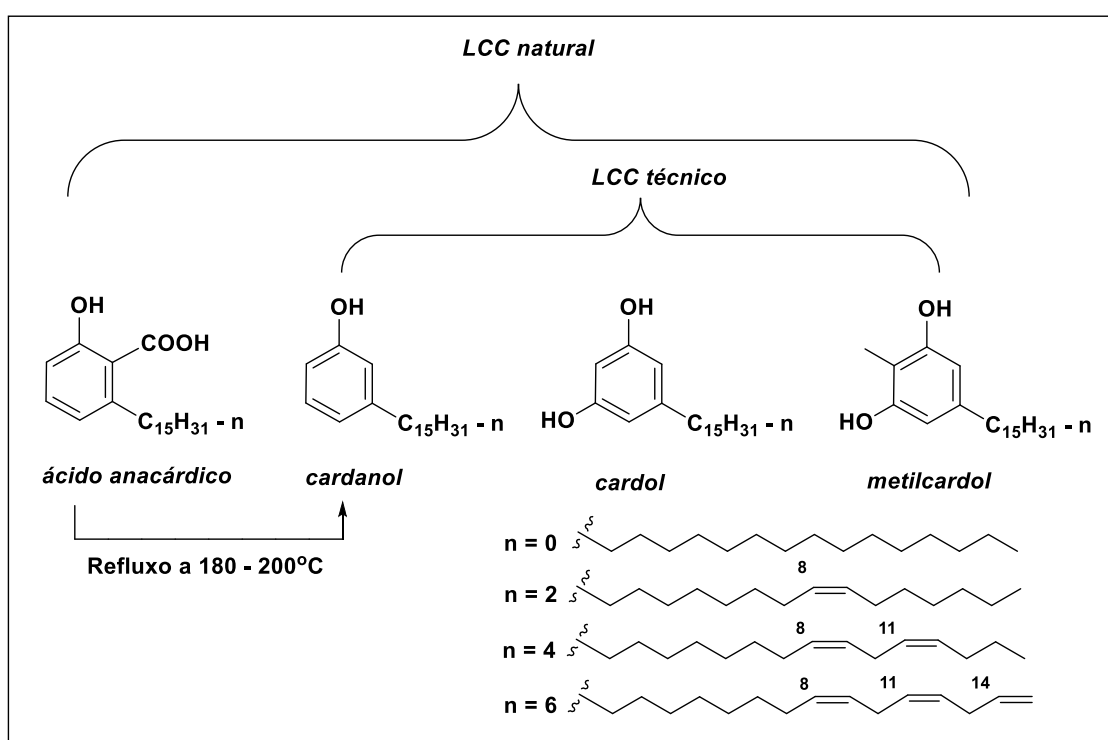
Apesar desta matéria prima possuir grandes possibilidade de exploração, o seu uso está voltado para segmentos de baixo valor agregado. O Brasil tem um conjunto de 12 indústrias, estas têm capacidade de processar até 360 mil toneladas/ano de castanha, gerando 70 mil toneladas de amêndoas e 45 mil toneladas de LCC por ano. Aproximadamente 70% das indústrias de beneficiamento da castanha estão concentradas no estado do Ceará. No mercado internacional, o LCC tem sido adquirido para processamento do óleo e posteriormente revendido a preços elevados, na forma de resinas e polímeros.<sup>1</sup>

O LCC é utilizado na fabricação de importantes produtos industriais como cimento, pinturas e vernizes, com aplicações principais na indústria de polímeros. Resina derivadas deste apresentam excelente resistência para álcalis e ácidos. O cardanol pode ser aplicados na forma de estabilizantes, plastificantes e resinas de troca iônica<sup>4</sup>; produtos clorados de cardanol apresentam ação pesticida, derivados sulfonados são utilizados como agentes ativos de superfície, sendo sua principal utilização na produção de derivados poliméricos e resinas dado seu potencial como possível substituto aos derivados do petróleo.<sup>5</sup>

## 1.1. O líquido da casca da castanha do caju (LCC)

O LCC representa aproximadamente 25% do peso da castanha<sup>6</sup> e é considerado um subproduto de agronegócio do caju, com pouco valor agregado. Do ponto de vista químico, é uma fonte natural de compostos fenólicos de cadeia longa e insaturada, sendo considerado uma das fontes mais ricas de lipídeos fenólicos não-isoprenoides<sup>5</sup>.

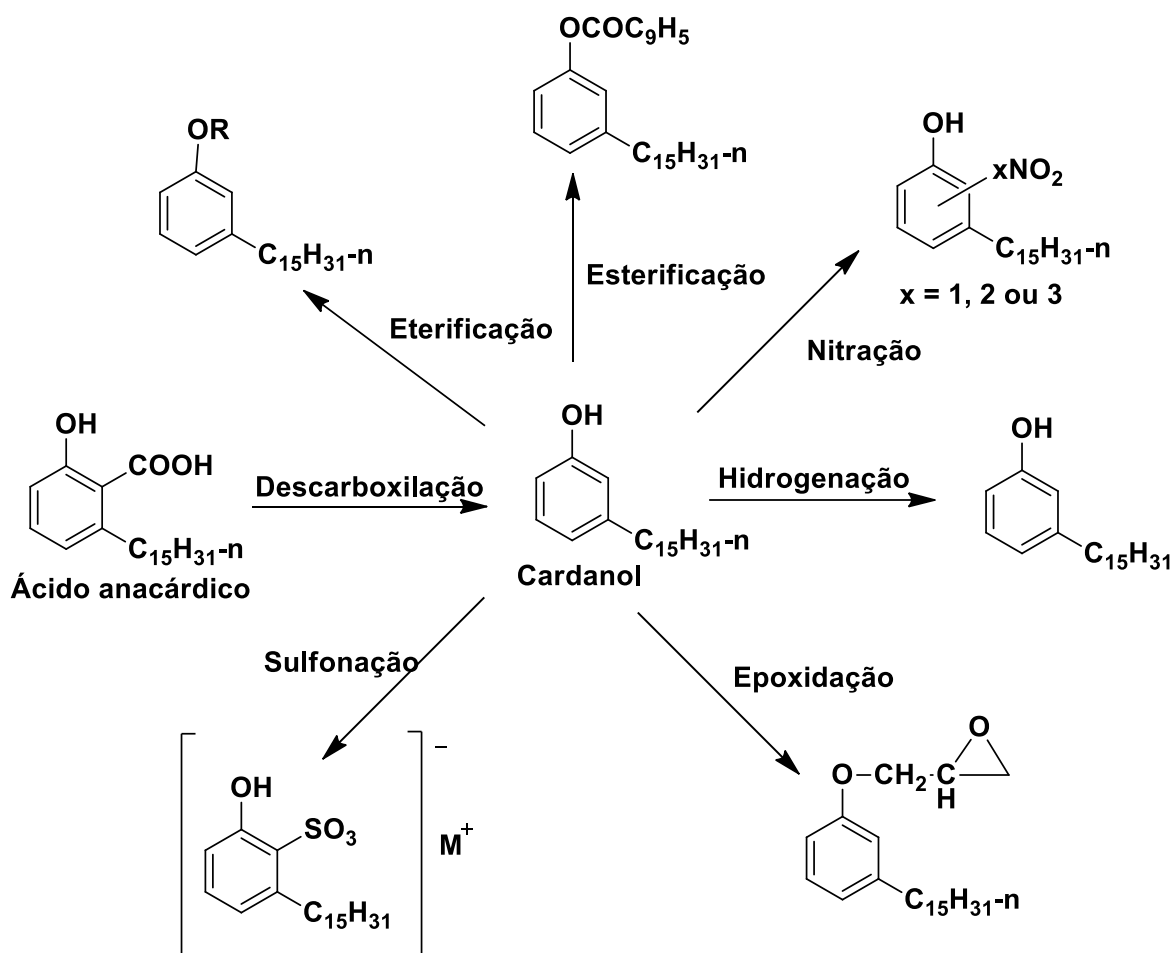
O LCC é classificado em dois tipos, o LCC natural e o LCC técnico (Figura 3), esta classificação se deve ao modo de extração do líquido da castanha de caju.<sup>5</sup> O LCC técnico (produzido na indústria por descarboxilação térmica) contém principalmente cardanol (75-85%), cardol (15-20%) e traços de metilcardol. O extraído por solvente, o LCC natural, contém ácido anacárdico (60-65%), cardol (15-20%), cardanol (10%), e traços de metilcardol.<sup>4</sup>



**Figura 3.** Lipídeos fenólicos constituintes do LCC natural e LCC técnico.

O cardanol é considerado o componente mais importante do LCC, dado a sua aplicabilidade industrial. Estruturalmente é um composto monofenólico com longa cadeia alifática (saturada e insaturada). A fração insaturada é uma mistura de compostos com uma, duas ou três insaturações não conjugadas, de configuração Z, que se localizam nos carbonos 8,

11 e 14. Quando submetido a uma reação de hidrogenação, tem-se o cardanol hidrogenado (3-PDP). Este e outros derivados (Figura 4) tem aplicabilidade em diversas situações, tais como: aditivos antioxidantes, lubrificantes, polímeros e borrachas, extrator de metais, aditivos de lubricidade, retardantes de chama, além de apresentar acentuada atividade bactericida, fungicida e antitumoral<sup>1</sup>.

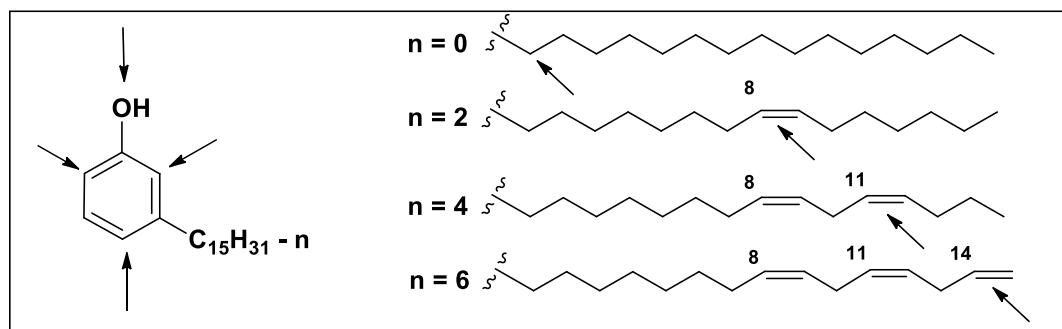


**Figura 4.** Transformações industriais do cardanol. (Adaptado de <http://www.lcbuffalo.com/cardanol/>).<sup>7</sup>

## 1.2. Processos de obtenção e purificação do cardanol.

O LCC, matéria prima abundante no Brasil, vem se tornando cada vez mais atrativo, devido à grande possibilidade de transformação química e da grande versatilidade de seus componentes. Em especial, o cardanol (Figura 5), possui grande aplicabilidade industrial na produção resinas e polímeros, como vem sendo descrito e explorado na literatura.





**Figura 5.** Estrutura química do cardanol destacando sítios reativos (Adaptado de Lomonaco, D., Mazzetto, S. E.)<sup>1</sup>.

O procedimento para obtenção do cardanol descrito por Gandhi e colaboradores<sup>8</sup> consiste em aquecer o LCC natural previamente extraído em tolueno, sob condições de refluxo por 3 horas, utilizando um Dean-Stark. Para verificação da ausência de ácido anacárdico foi utilizado a técnica de cromatografia em camada delgada (CCD). Em seguida, o LCC descarboxilado foi dissolvido em metanol e tratado com formaldeído 40% e dietilenotriamina. Esta mistura foi mantida sob aquecimento por mais 2 horas. Após o fim desta etapa, a solução foi deixada sob resfriamento até atingir temperatura ambiente em funil para separação de fases, onde a solução superior, ligeiramente avermelhada, foi decantada e tratada com água destilada e éter de petróleo. O éter de petróleo foi seco, dando origem a um líquido de cor vermelha caracterizado como sendo o cardanol.

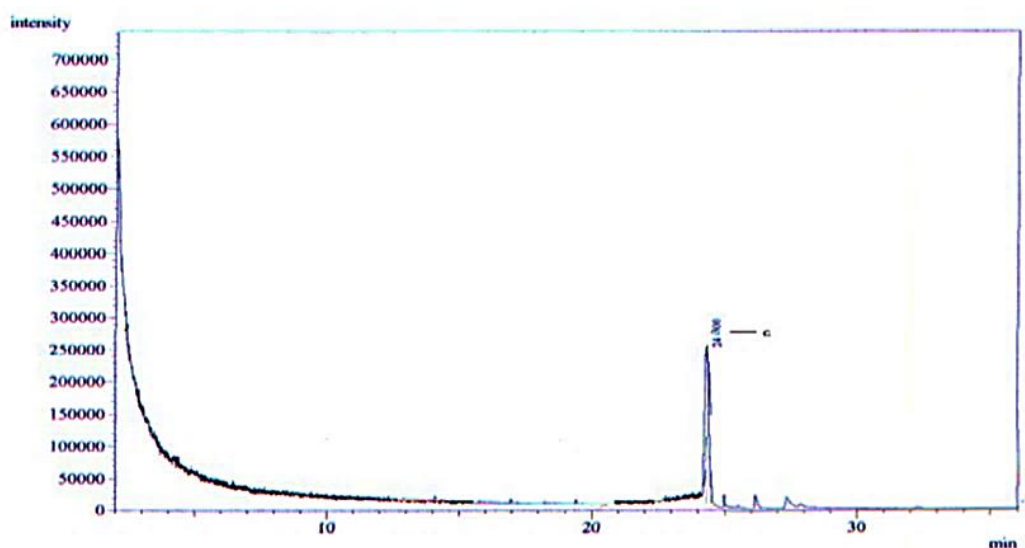
Gandhi e colaboradores<sup>9</sup> descrevem ainda um processo para a obtenção do ácido anacárdico puro. O processo tem seu início também com a utilização do LCC natural. Este é primeiramente solubilizado em metil isobutil cetona (MIBK), adicionado a essa mistura hidróxido de bário. Em seguida, elevou-se a temperatura até 60°C, mantendo esse sistema sob agitação por 3,5 horas. Para verificação da ausência de ácido anacárdico, foi utilizada a técnica de CCD. Como produto desta etapa tem-se um precipitado de anacardato de bário, o qual foi filtrado, lavado com MIBK. Após seco sob vácuo, o anacardato de bário foi tratado com água destilada e HCl concentrado sob agitação, durante 30 minutos. A solução resultante foi extraída com éter de petróleo e à camada orgânica, adicionou-se água destilada. Por fim evaporou-se e secou-se completamente com sulfato de sódio anidro para a obtenção do ácido anacárdico puro.

Em sua dissertação de defesa de mestrado, Nunes<sup>5</sup> mostra como obter o ácido anacárdico e o cardanol. Segundo a autora, o ácido pode ser obtido utilizando o LCC natural, dissolvendo-o em metanol e acrescentando hidróxido de cálcio, até pH 10, sob agitação vigorosa. Em seguida, essa mistura foi aquecida a 50°C por 3 horas, obtendo, por fim, um precipitado de anacardato de cálcio, o qual foi filtrado, lavado com metanol e seco sob vácuo. O filtrado foi reservado para posterior separação do cardol e cardanol. O anacardato foi suspenso em água destilada e sob agitação, adicionou-se HCl concentrado até pH 1, mantendo a agitação. Na sequência, foi realizada uma extração com acetato de etila/água, secou-se sob sulfato de magnésio anidro, filtrou-se e concentrou-se à pressão reduzida, obtendo, assim, o ácido anacárdico. Nunes utilizou, ainda, o método clássico de obtenção do cardanol, aquecendo o ácido anacárdico a 200 °C. Relata que o produto obtido, um líquido amarelo, viscoso e odorífero, foi submetido à cromatografia em coluna de sílica gel, utilizando o sistema de eluente hexano/acetato de etila, obtendo, por fim, o cardanol.

Tyman e colaboradores<sup>10</sup> descrevem um processo geral de descarboxilação do ácido anacárdico, partindo também do LCC natural e empregando um hidróxido de metal alcalino terroso, no caso o hidróxido de cálcio, como catalisador, entre 2-3% em relação à quantidade do material de partida. Esta mistura foi mantida sob agitação em um banho de óleo a 140°C por 2 horas, durante a primeira hora foi observada uma efervescência vigorosa. Após esta etapa, a mistura foi levada a resfriamento até atingir a temperatura ambiente, extraíndo-se então o produto com éter de petróleo. O produto final foi filtrado e concentrado e, como resultado, obtiveram um líquido escuro e por CCD, constataram a presença de cardanol, cardol, metilcardol e traços de ácido anacárdico.

Carioca e colaboradores<sup>4</sup> descreveram a separação do cardanol de outros constituintes do LCC por três distintos métodos baseados no emprego de compostos aminados. O primeiro método utilizado consiste na separação de cardanol pela adição de metanol e hidróxido de amônia seguida de extração com hexano. O LCC técnico foi dissolvido em metanol, hidróxido de sódio foi adicionado sob agitação por 15 minutos e a essa mistura, foi adicionado hexano. Após separação das fases, a camada orgânica foi sucessivamente lavada com ácido clorídrico, água destilada e tratada com carvão ativo. Em seguida, o material foi filtrado em celite e o filtrado foi seco com sulfato de sódio anidro. O segundo método para obtenção de cardanol de elevada pureza baseou-se na reação do LCC com formaldeído e dietilenotriamina (DETA), inspirado na reação de Mannich. Por essa metodologia, ao LCC técnico dissolvido em metanol,

foi adicionado formaldeído 40% e dietilenotriamina, resultando em uma reação exotérmica, a qual é mantida em repouso por 30 minutos até a completa separação de fases. À fase orgânica foi adicionada éter de petróleo e uma solução salina saturada. O metanol foi recuperado da camada orgânica através de destilação para obtenção do cardanol puro. No terceiro método, foi explorada a introdução de grupos funcionais à quitosana para aumento da eficiência da adsorção do cardanol pela quitosana, possibilitando a obtenção de cardanol. O procedimento envolveu a utilização de uma coluna cromatográfica, sendo que a fase fixa utilizada foi quitosana em pó (relação quitosana:LCC técnico 10:0,1) e a fase móvel hexano. De acordo com os autores, o cardanol obtido nestes procedimentos foi identificado e confirmado por CG/EM e todos os métodos mostraram-se eficazes na separação do LCC técnico para obtenção do cardanol. O método que empregou uma coluna cromatográfica de quitosana, apresentou apenas o pico de cardanol (Figura 6)



**Figura 6.** Cromatograma do cardanol obtido via coluna cromatográfica de quitosana.<sup>1</sup>

Quando nos deparamos com as informações acima, torna-se fácil perceber a importância da purificação e isolamento de forma adequada dos constituintes do LCC, em especial do cardanol. Os vários relatos de estudos apresentam diversos problemas: baixo rendimento em termos de cardanol puro, custos elevados devido às técnicas empregadas, contaminação do cardanol com metilcardol que apresenta certa toxicidade e ainda materiais poliméricos que dificultam sua obtenção. Adicionalmente, no processo industrial para obtenção do LCC técnico, as castanhas são adquiridas de diversos fornecedores, inclusive da agricultura familiar, impossibilitando o rastreamento genético, condição imprescindível para fins de prospecção

visando produtos de interesse biotecnológicos. Somado a isso, não temos no Brasil uma nenhuma empresa com plataforma para destilação do LCC técnico e purificação do cardanol, obrigando empresas a importar essa matéria prima para fins de utilização em produções de larga escala.

## **2. Objetivos**

De forma geral, o presente estudo objetivou a obtenção do LCC técnico e o cardanol a partir da casca da castanha de caju, em escala laboratorial, com padrão de qualidade e a rastreabilidade compatível para aplicação na indústria farmoquímica.

### **2.1. Objetivos específicos:**

- Obtenção do LCC in natura;
- Transformação do LCC natural em LCC técnico, por metodologias diversas;
- Avaliação da pureza do cardanol obtido por diferentes metodologias.

## **3. Materiais e Métodos**

### **3.1. Obtenção do LCC**

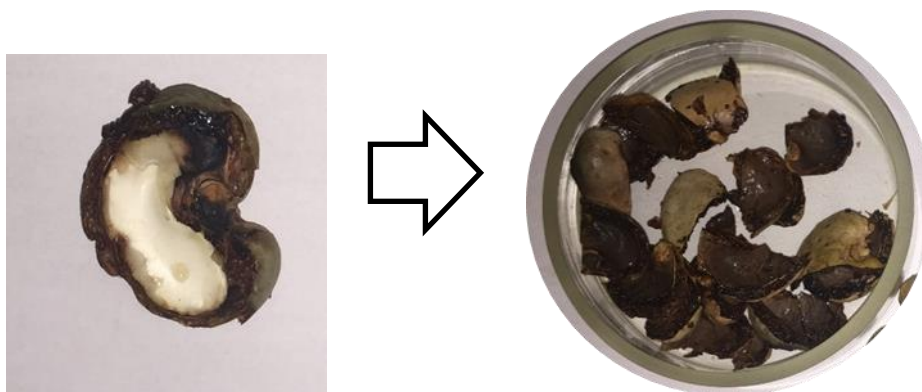
No presente estudo foram usadas castanhas de caju provenientes do SÍTIO SÃO JOSÉ 00517 CS A ARISCO, DISTRITO MURITI, CRATO-CE, CEP 63100000, como uma cortesia de ANTÔNIA LUCÉLIA SANTOS MARIANO.

Inicialmente, lavou-se e separou-se as castanhas com as características desejadas: tamanho, forma, e espessura semelhantes (Figura 7).



**Figura 7.** Seleção das castanhas por aspectos morfológicos.

Após esta etapa, as castanhas foram cortadas com uma guilhotina de forma a facilitar a separação das amêndoas da casca. Em um primeiro momento, obteve-se as cascas em duas metades, em seguida, separou-se a casca das amêndoas e, por fim, as cascas foram cortadas ao meio novamente com uma tesoura de jardinagem, obtendo assim as castanhas divididas em partes menores (Figura 8).



**Figura 8.** Fragmentação das cascas das castanha de caju.

Na sequência, pesou-se aproximadamente 300 g das cascas cortadas. Estas, por sua vez, foram colocadas em extrator do tipo Soxhlet com 1 L de etanol P.A. (Figura 9a). A extração aconteceu durante dois dias. No primeiro, a extração aconteceu durante 5 horas e, no segundo, por mais 8 horas, totalizando assim, 12 horas de extração. Terminada a extração, concentrou-se o extrato (Figura 9b) e obteve-se um líquido de coloração escura com odor característico (88,4 g; 29,5 %), o qual foi confirmado como sendo o LCC por HPLC, amostra preparada seguindo o procedimento do item 3.1.1.



(a)



(b)

**Figura 9.** Obtenção do LCC natural cascas das castanha de caju. (a) Extração em sistema Soxhlet, (b) Concentração do extrato em evaporador rotatório.

### 3.1.1. Preparo de amostras para análises por HPLC



**Figura 10.** Sistema de filtração.

No preparo das amostras a serem submetidas ao HPLC, foi utilizado o seguinte procedimento:

- Primeiro fez-se um tratamento com carvão ativado com leve aquecimento da mistura.
- Em seguida, realizou-se uma filtração com celite para obtenção da amostra (Figura 10).
- Após a filtração, a amostra foi seca (concentrada).
- Com a amostra seca, pesou-se 25 mg, os quais foram dissolvidos em 5mL de acetonitrila, obtendo assim, uma solução mãe de concentração 5mg/mL.
- Da solução mãe, foi utilizado 0,4 mL, que foi diluído em 2 mL de acetonitrila, obtendo assim a solução com concentração desejada, de 1 mg/mL.
- Por fim, 1 mL desta solução foi transferida para um vial e submetida à análise.

### **3.1.2. Condições da análise por HPLC**

Os experimentos de HPLC foram realizados em aparelho Perkin Elmer, utilizando coluna LC 18, com a fase móvel de acetonitrila: água milli q: ácido acético (80: 20: 01), fluxo de 1,5 mL/ min, pressão de 1130 psi e tempo de corrida de 40 minutos. A absorvância foi monitorada em 280 nm. Cada análise foi realizada dissolvendo 25 mg da amostra em 5 mL de acetonitrila, dessa solução pipetou-se 0,4 mL os quais foram dissolvidos em 2 mL de acetonitrila, por fim transferiu-se 1mL para um vaio, sendo injetando uma solução de 20 a 30 µL.

## **3.2. Separação dos componentes de LCC**

### **3.2.1. Ácido Anacárdico**

Para obtenção do ácido anacárdico pesou-se 30,02 g de LCC natural, em um balão de fundo redondo de 500 mL, o LCC pesado foi então solubilizado com 200 mL de metanol P.A. sob agitação. Após a dissolução, adicionou-se, aos poucos, e mantendo a agitação vigorosa 19,02 g de hidróxido de cálcio. Por fim, a mistura foi, então, submetida a aquecimento e permaneceu nessas condições por 2h45.

Após o fim da reação, confirmada por placa de CCD, foi realizada uma filtração em funil sinterizado para a separação do anacardato de cálcio dos demais fenóis. O LCC\* (similar ao LCC técnico) foi concentrado em um rotaevaporador para que pudesse ser pesado. Para obtenção do ácido anacárdico utilizou-se 15,00 g de anacardato de cálcio, o qual foi suspenso em 50 mL de água destilada, seguidos por 9 mL de ácido clorídrico e 150 mL de acetato de etila. Manteve-se essa solução sob agitação por uma hora e, por fim, foram realizadas lavagens com salina (5 x 50 mL). A pureza do ácido anacárdico obtido foi confirmada por HPLC.

Obeve-se 11,50 g da mistura de fenóis, 42,20 g de anacardato de cálcio e cerca de 10,00 g de ácido anarcárdico.

### 3.2.2. Separação e purificação dos demais fenóis

O filtrado isento de ácido anacárdico (LCC\*) reservado no procedimento acima foi fracionado por cromatografia em coluna do tipo “*dry-flash*”. A mistura de fenóis (11,5 g) foi introduzida na forma de farofa, cujo preparo consistiu em preparar adicionar 15 g de sílica à mistura de fenóis, seguidos por 30 mL de diclorometano e 1 mL de ácido acético (aditivo colocado para mudar o pH ácido, já que a mistura encontrava-se anormalmente escura). Essa mistura foi seca em rotaevaporador. A farofa foi colocada no topo de uma coluna de sílica e eluída sob sucção com um gradiente de hexano:acetato de etila, nas seguintes proporções:

- 0,5% de acetato de etila : hexano (0,5:99,5) – 15 frações
- 2,0% de acetato de etila : hexano (2,0:98,0) – 15 frações
- 4,0% de acetato de etila : hexano (4,0:96,0) – 15 frações
- 6,0% de acetato de etila : hexano (6,0:94,0) – 20 frações
- 8,0% de acetato de etila : hexano (8,0:92,0) – 20 frações
- 100,0% de acetato de etila – 7 frações

O processo de separação cromatográfica foi acompanhado por CCD, no início do fracionamento foi verificada a saída de uma impureza não identificada, percebeu-se também que as frações estavam misturadas com ácido anacárdico. Para tanto, prosseguiu-se com a eluição e, por fim, as frações foram agrupadas com base nas similaridades cromatográficas e concentradas. As frações, assim reunidas, foram submetidas a tratamento com carvão ativado e hidróxido de cálcio para retirada das impurezas e do ácido anacárdico que reapareceu para, então, obtermos os componentes cardol (3,78 g; 12,6%), cardanol (0,86 g; 2,86%) e metilcardol (0,24 g; 0,87%), rendimentos baseados na massa original de LCC natural. Posteriormente foi realizada uma análise por HPLC segundo procedimento acima descrito, para verificação da pureza dos componentes isolados: cardanol, cardol e metil-cardol.

Com o intuito de confirmar a identidade das amostras puras e prover os padrões, devidamente identificados, para análises por CCD e HPLC, foram realizadas análises espectrométricas por RMN  $^1\text{H}$ , com os componentes isolados do LCC, cardol, cardanol, metilcardol e ácido anacárdico, Os espectros de RMN  $^1\text{H}$  foram registados em espectrômetro Varian Mercury Plus (7,05 T), operando a 300 MHz, usando clorofórmio deuterado ( $\text{CDCl}_3$ )



como solvente. Os deslocamentos químicos foram expressos em  $\delta$  (ppm) com referência ao tetrametilsilano (TMS) e os padrões de acoplamento definidos simpleto, duplete e tripleto.

### **3.2.3. Reações de descarboxilação**

#### **3.2.3.1. Teste 1**

Neste método foram utilizados 100 mg de ácido anacárdico e 10 mg de hidróxido de cálcio como catalisador. A mistura foi mantida sob aquecimento (140° C) por 4 h. Nas primeiras horas, foi observado o aparecimento de grande volume de espuma, que desapareceu com o tempo. Ao fim da reação, confirmou-se por CCD a transformação do ácido anacárdico em cardanol. Após esta confirmação, preparou-se uma amostra para análise por HPLC, seguindo o procedimento descrito no item 3.1.1, no qual se confirmou a presença de cardanol junto a material polimérico.

#### **3.2.3.2. Teste 2**

Neste teste foram utilizados 200 mg de anacardato de cálcio, dissolvidos em 5 mL de tolueno, esta mistura foi mantida sob aquecimento (135°C) por 2 h. Após o término da reação, confirmada por CCD, foi realizado um tratamento com 5 mL de acetato de etila, seguidos por 0,5 mL de HCl e 5mL de água destilada. A mistura foi transferida para um funil de separação e, após a separação das fases, foram realizadas lavagens com solução salina (3 x 5 mL). Ao fim deste tratamento, notou-se o reaparecimento do ácido anacárdico por CCD. Foi preparado, então, uma amostra para análise por HPLC, segundo o procedimento descrito no item 3.1.1, com o resultado do HPLC foi possível observar apenas traços do cardanol.

#### **3.2.3.3. Teste 3**

Para este procedimento foram utilizados 300 mg de ácido anacárdico, o qual foi dissolvido em 5 mL de tolueno. A mistura foi levada a aquecimento e mantido sob aquecimento (135°C) por uma hora e meia. Após esse tempo, foi realizada uma análise por CCD e percebeu-

se que a reação não tinha ocorrido. Então a temperatura foi aumentada para 145°C e mantida por 2 h nessa temperatura, e foi realizada mais uma análise por CCD e, mais uma vez, foi possível perceber que a reação não ocorreu. Aumentou-se a temperatura para 155-160°C, e a reação permaneceu nessa condição por 1h30. Após esse tempo, foi realizada outra análise por CCD e, foi possível perceber que, a reação aconteceu de forma efetiva. O ácido se transformou em cardanol Foi preparado então uma amostra para análise por HPLC, segundo o procedimento descrito no item 3.1.1. Com o resultado do HPLC, foi possível confirmar a transformação do ácido em cardanol.

#### **3.2.3.4. Teste 4**

Para este procedimento foi realizado a descarboxilação clássica modificada. Esta consiste em aquecer o ácido anacárdico a 190-200°C e, em seguida, realizar uma destilação a baixas pressões (bomba de vácuo). Para realização deste procedimento, foram utilizados 300 mg de ácido anacárdico, o qual foi submetido a aquecimento (180-200°C) por uma hora e quinze minutos. Após esse tempo de reação, foi realizado um acompanhamento por CCD e notou-se que a reação havia terminado e todo ácido havia sido convertido em cardanol. Foi preparado, então, uma amostra para análise por HPLC, segundo o procedimento descrito no item 3.1.1, cujo resultado confirmou a transformação do ácido em cardanol.

#### **3.2.3.5. Teste 5**

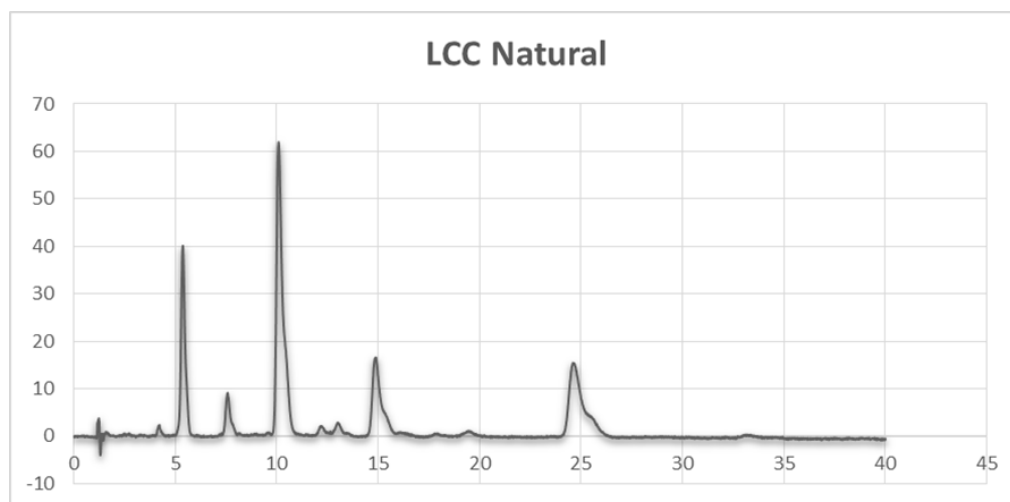
Para este teste foram utilizados 300 mg de LCC natural, obtido da extração por solvente e este foi submetido a aquecimento a 180-200°C por 1h30. Após esse tempo, foi confirmado que todo o ácido havia sido consumido por CCD. No início, antes de começar o aquecimento, a matéria prima tinha uma cor, marrom-clara. Ao fim da reação, foi possível perceber um escurecimento, obtendo-se como resultado um líquido muito viscoso com coloração escura. Para melhorar o aspecto e purificar o produto obtido foi realizado um processo de tratamento com carvão ativo e filtração conforme descrito no item 3.1.1 e, em seguida, preparou-se uma amostra para o HPLC, segundo o procedimento descrito no item 3.1.1, cujo resultado confirmou a transformação do ácido em cardanol (0,2695 g; 89,8 %).

### 3.2.3.6. Teste 6

Para este teste, foram utilizados 300 mg de LCC natural dissolvidos em 5 mL de tolueno. A mistura foi submetida a aquecimento, onde se manteve a temperatura em 155-160 °C, e a reação permaneceu nessa condição por 1h30. Após esse tempo, foi confirmado por CCD que todo o ácido havia sido consumido. De forma semelhante ao descrito anteriormente, houve um escurecimento e um aumento de viscosidade no produto obtido. Assim, foi realizado o procedimento descrito no item 3.1.1, para se obter um produto mais puro e realizar análise por HPLC, que confirmou a transformação do ácido em cardanol (0,26 g; 87,5 %).

## 4. Resultados e Discussão

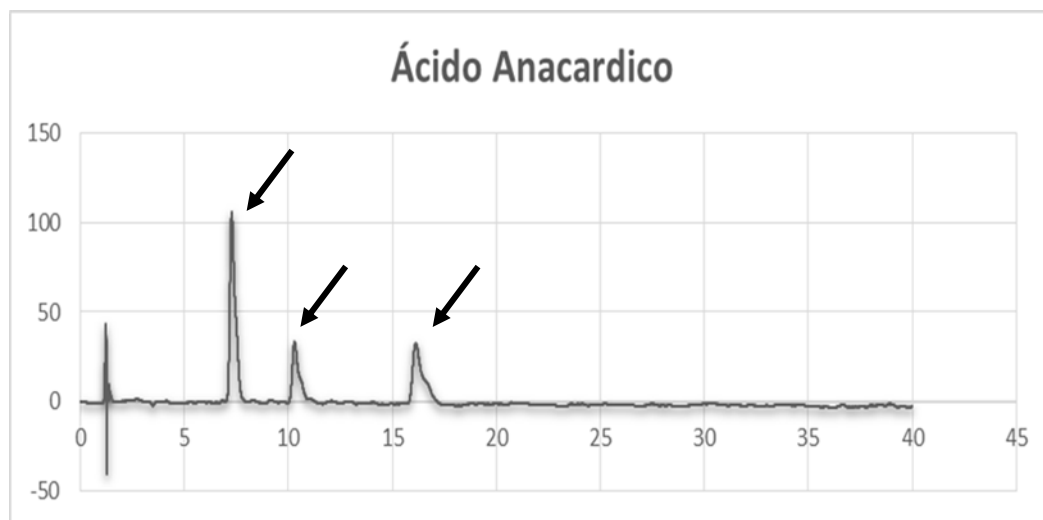
O trabalho experimental teve início com obtenção do LCC natural, extraído por solvente (Soxhlet) a partir de castanhas de caju de procedência conhecida, portanto, geneticamente rastreável, e com qualidade comparável ao descrito na literatura<sup>5</sup>, conforme análise por HPLC (Figura 11).



**Figura 11.** Cromatograma HPLC do LCC natural.

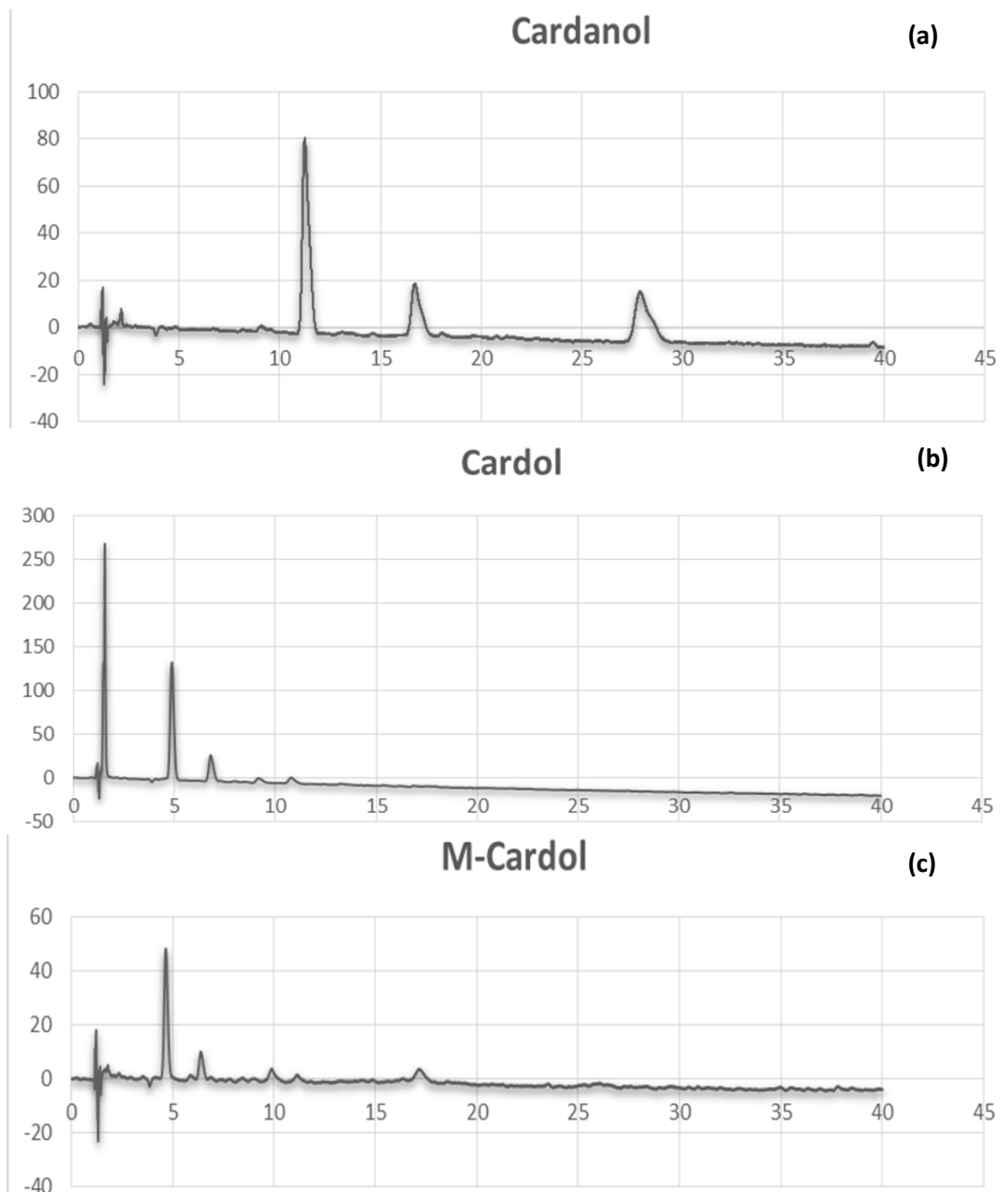
Para a separação dos componentes do LCC, primeiro realizou-se uma reação com o LCC e um hidróxido de metal alcalino terroso pois, assim, teríamos um precipitado de anacardato do metal alcalino terroso. No caso em questão, empregou-se hidróxido de cálcio e obteve-se como precipitado o anacardato de cálcio com aspecto de terra e de cor marrom. Posteriormente, tratou-se parte deste anacardato (15,05 g) para obtenção do ácido anacárdico puro, um óleo

viscoso de cor amarelo escuro/marron, conforme análise por HPLC (Figura 12). Ambos os compostos, ácido anacárdico e correspondente anacardato, foram empregados nos estudos de descarboxilação.



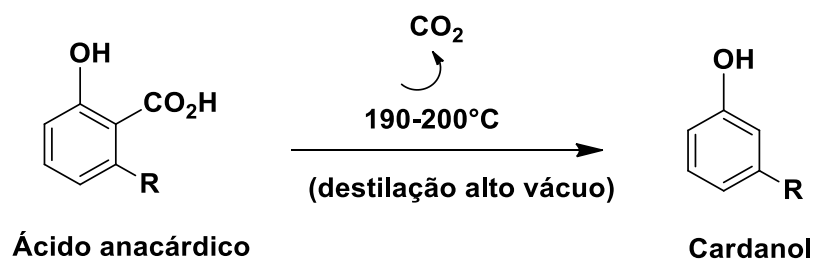
**Figura 12.** Cromatograma HPLC do ácido anacárdico. \* Picos assinalados característicos do ácido anacárdico, saturado e insaturado

O filtrado contendo os demais fenóis obtidos da separação do ácido anacárdico, com composição química semelhante ao LCC técnico, foi fracionado por cromatografia em coluna “dry-flash”. O metil-cardol e o cardanol possuem uma polaridade parecida, dificultando assim a sua separação. Por este motivo, inicialmente, foi utilizado um gradiente com característica mais apolar e em seguida aumentou-se a polaridade. Infelizmente, após recolhimento das frações da coluna, verificou-se que a mistura estava ainda contaminada com ácido anacárdico, que foi removido por tratamento com hidróxido de cálcio. Os componentes fenólicos do LCC, cardol, cardanol e metil-cardol foram obtidos com rendimentos comparáveis ao descrito na literatura.<sup>1</sup> A análise por HPLC (Figura 13) comprovou a pureza dos componentes isolados



**Figura 13.** Cromatogramas HPLC do cardanol (a), cardol (b) e metil-cardol (c).

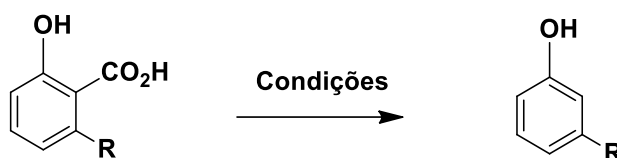
Com intuito propor um método eficiente para obtenção do cardanol, rastreável, foram avaliados diferentes métodos de descarboxilação, em que seja possível transformar o ácido anacárdico em cardanol, em condições mais brandas do que as conhecidas e realizadas hoje na indústria, ou seja, descarboxilação térmica (Figura 14), seguida de destilação a baixas pressões.



**Figura 14.** Descarboxilação térmica do ácido anacárdico.

Neste estudo, foram testadas diversas metodologias empregando o LCC natural, o ácido anacárdico e também o anacardato de cálcio. Todos os experimentos foram acompanhados por CCD e os produtos tratados com carvão ativado e analisados por HPLC. Os resultados encontram-se descritos na Tabela 1.

**Tabela 1:** Resumo das reações de descarboxilação.

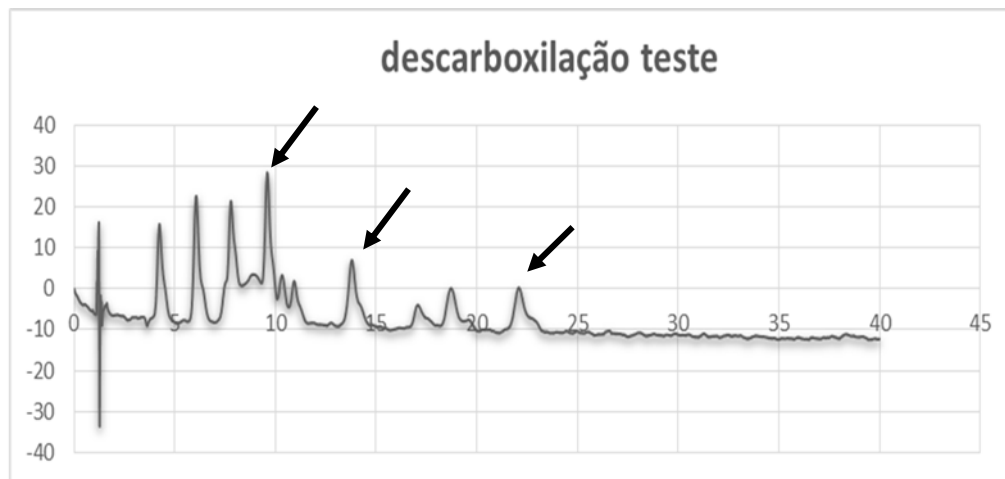


Teste	Condições	Resultado	
		CCD	HPLC
1	100 mg de AA + 10 mg de Ca(OH) <sub>2</sub> , 140°C - 4 h	positivo*	cardanol + material polimérico
2	200 mg de ANC + 5 mL de tolueno, 135 °C - 2 h	negativo	cardanol (traços)
3	300 mg de AA + 5 mL de tolueno, 155- 160°C - 1,5 h	positivo	cardanol
4	300 mg de AA, 180-200°C 1,5 h	positivo	cardanol
5	300 mg de LCC, 180-200°C 1,5 h	positivo	cardanol + demais fenóis
6	300 mg de LCC + 5 mL de tolueno, 155- 160°C - 1,5 h	positivo	cardanol + demais fenóis

Legenda: AA – ácido anacárdico; ANC – anacardato de cálcio; LCC – LCC natural. (\*) Positivo significa desaparecimento da matéria prima e aparecimento do cardanol.

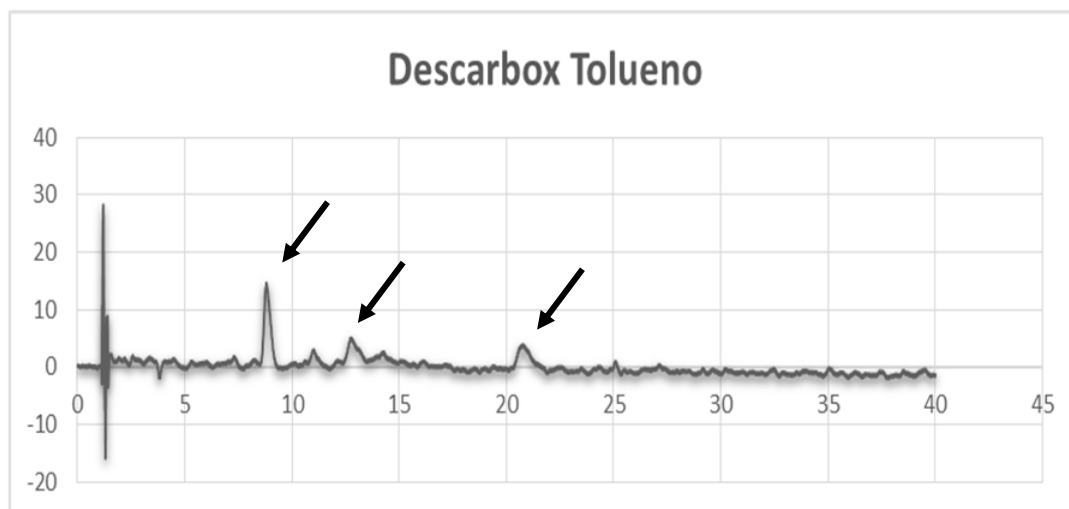
No Teste 1, a análise por CCD evidenciou o consumo total da matéria prima, no entanto, o cromatograma HPLC (Figura 15) evidenciou a presença do cardanol (picos assinalados com

setas) e diversos outros picos não correspondendo à matéria prima, sugerindo ter havido polimerização do ácido anarcárdico.



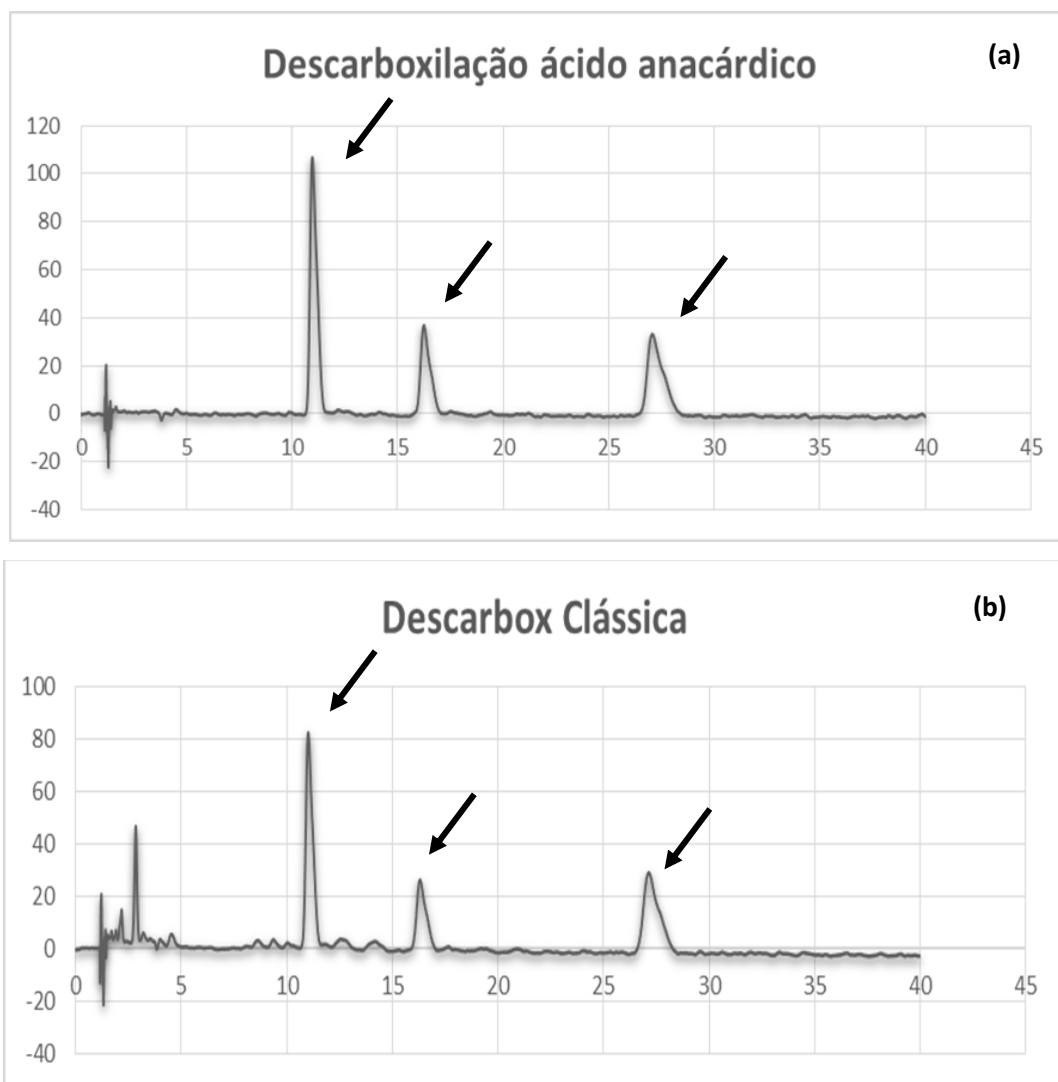
**Figura 15.** Cromatograma HPLC da tentativa de descarboxilação do Ácido anarcárdico (Teste - 1). \* Picos assinalados característicos do cardanol, saturado e insaturado

No Teste 2, envolvendo a descarboxilação do anacardato de cálcio, a análise por CCD indicou um resultado negativo, mas a análise por HPLC sugere a presença de traços de cardanol, haja vista a presença de picos com o perfil do cromatograma HPLC do cardanol (Figura 16). A análise de uma amostra mais diluída e, ausência de outros componentes, sugerem que o anacardato que não reagiu permaneceu retido na coluna.



**Figura 16.** Cromatograma HPLC da tentativa de descarboxilação do Anacardato (Teste - 2). \* Picos assinalados característicos do cardanol, saturado e insaturado

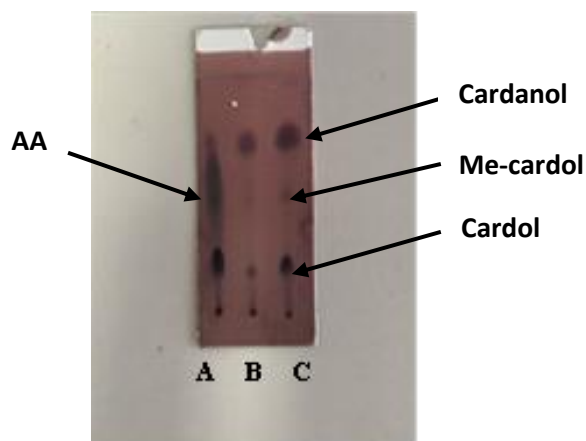
Nos Testes 3 e 4, empregando ácido anacárdico na presença e na ausência de solvente, respectivamente, resultaram na formação de cardanol, confirmada por CCD e HPLC, (Figura 17). O cromatograma HPLC (Figura 17a) evidencia ainda que o procedimento na presença de solvente produziu cardanol com maior pureza, talvez por ocorrer em menor temperatura.



**Figura 17.** Cromatogramas HPLC da descarboxilação do AA; Teste – 3, na presença de solvente (a) e Teste – 4, na ausência de solvente (b). \* Picos assinalados característicos do cardanol, saturado e insaturado

Os procedimentos descritos nos Teste 5 (descarboxilação clássica) e Teste 6 (em presença de tolueno), tiveram o intuito de se produzir o LCC técnico. Em ambos os casos, a análise preliminar por CCD indicou que a reação de descarboxilação ocorreu devido à ausência da mancha cinza, característica do ácido anacárdico, e o aparecimento da mancha rosa do cardanol (menos polar), Figura 18.





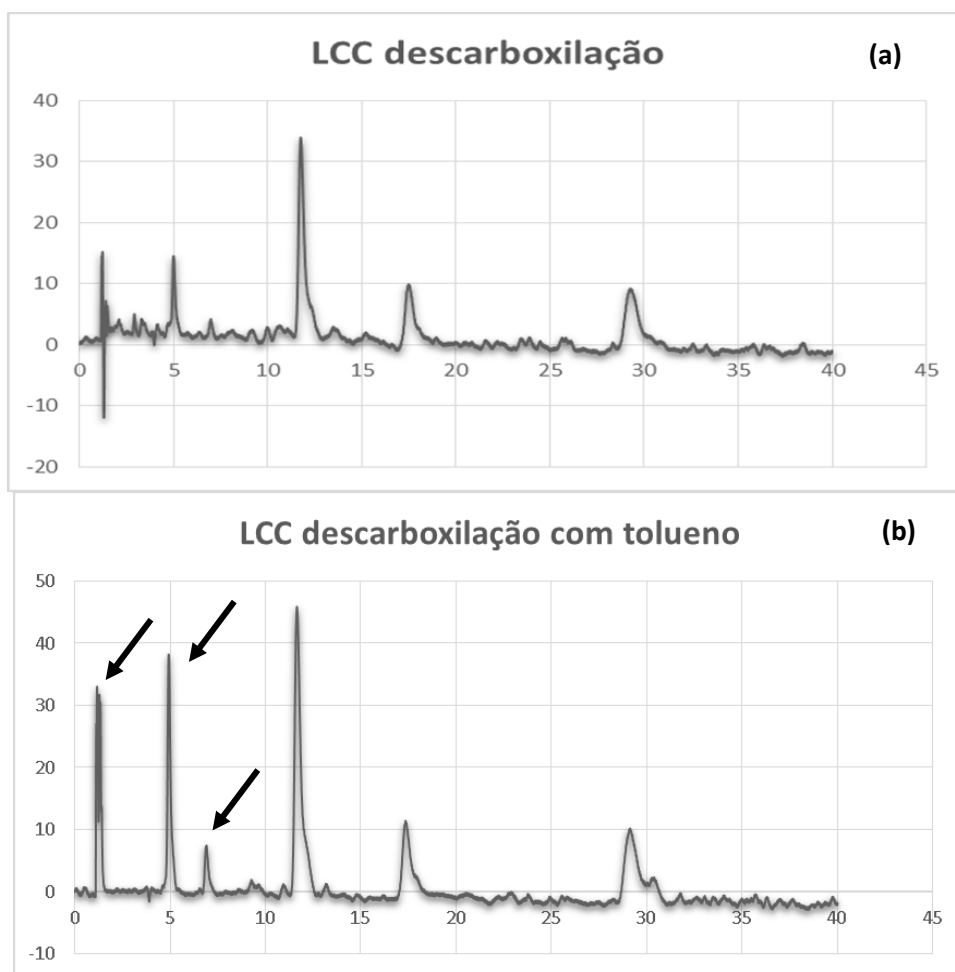
**Figura 18.** CDD das descarboxilações do LCC natural (A – LCC natural; B – Mistura Reacional / Teste - 5, sem solvente; C – Mistura Reacional / Teste – 6, com solvente).

Após o processo de filtração do produto tratado com carvão ativo, verificou-se que a descarboxilação realizada com tolueno (Teste 6) apresentou uma coloração muito mais clara do que a realizada sem tolueno (Figura 19).



**Figura 19.** Aspecto dos produtos de descarboxilação do LCC, obtidos nos Testes 6 e 5, respectivamente com e sem solvente.

De acordo com as análises por HPLC (Figura 20), apesar de ambos os testes apresentarem um rendimento superior a 80%, a descarboxilação na presença de solvente se mostrou mais eficiente, pois além da conversão total do ácido anacárdico no cardanol, os demais fenóis (cardol e metil-cardol), considerados mais termosensíveis devido a natureza resorcinólica, foram mais preservados (indicados com as setas na Figura 20b).



**Figura 20.** Cromatogramas HPLC das descarboxilações do LCC natural, Teste – 5, sem solvente (a) e Teste – 6, com solvente (b). \* Picos assinalados característicos dos resorcinóis, cardol e metil cardol.

Foram obtidos espectros de RMN  $^1\text{H}$ , com os componentes isolados do LCC, cardol, cardanol, metilcardol e ácido anacárdico, com o intuito de confirmar a identidade das amostras puras e prover os padrões, devidamente identificados, para análises por CCD e HPLC. As principais características espectrométricas desses componentes residem nas suas diferenças estruturais na região aromática, já que as longas cadeias laterais têm aspectos similares. Para os três hidrogênios aromáticos do ácido anacárdico temos as seguintes absorções: o tripleto aparente com  $\delta = 7,30$  ppm e os dupletos em 6,86 ppm e 6,77 ppm (Anexo 1). Para o cardanol, destaca-se o tripleto (1H) com  $\delta = 7,13$  ppm, e um duplete (1H) com  $\delta = 6,75$  ppm e um falso duplete (2H)  $\delta = 6,64$  ppm (Anexo 2). No cardol (Anexo 3), temos dois simpletos largos com  $\delta = 6,20$  ppm (2H) e  $\delta = 6,15$  ppm (1H). Devido à simetria, no caso do metilcardol, temos um simpleto (2H) com  $\delta = 6,23$  ppm. Neste lipídio também é destaque o grupo metila aromático que absorve como um simpleto com  $\delta = 2,10$  ppm (Anexo 4).

## 5. Conclusões e Perspectivas

Contrariando o descrito na literatura, as reações contendo o metal alcalino (Testes 1 e 2), a análise por CCD sugere ter ocorrido polimerização do ácido anarcárdico e anacardato. Nos Testes 3 e 4, empregando ácido anacárdico (na presença e na ausência de solvente, respectivamente), resultaram na formação de cardanol, confirmada por CCD e HPLC.

Em ambos os Testes 5 (descarboxilação clássica) e 6 (na presença de solvente) foi obtido um produto com características similares ao LCC técnico. De acordo com as análises por HPLC, as descarboxilações na presença de solvente se mostraram mais eficientes, pois além da conversão total do ácido anacárdico no cardanol, os demais fenóis (cardol e metil-cardol), considerados mais termosensíveis devido à natureza resorcinólica, foram mais preservados.

Uma possível perspectiva para continuidade deste estudo seria testar outros solventes, menos tóxicos que tolueno (*p.e.* água, glicerol, etc.).

Realizar um estudo do equilíbrio da lixiviação (extração sólido-líquido)

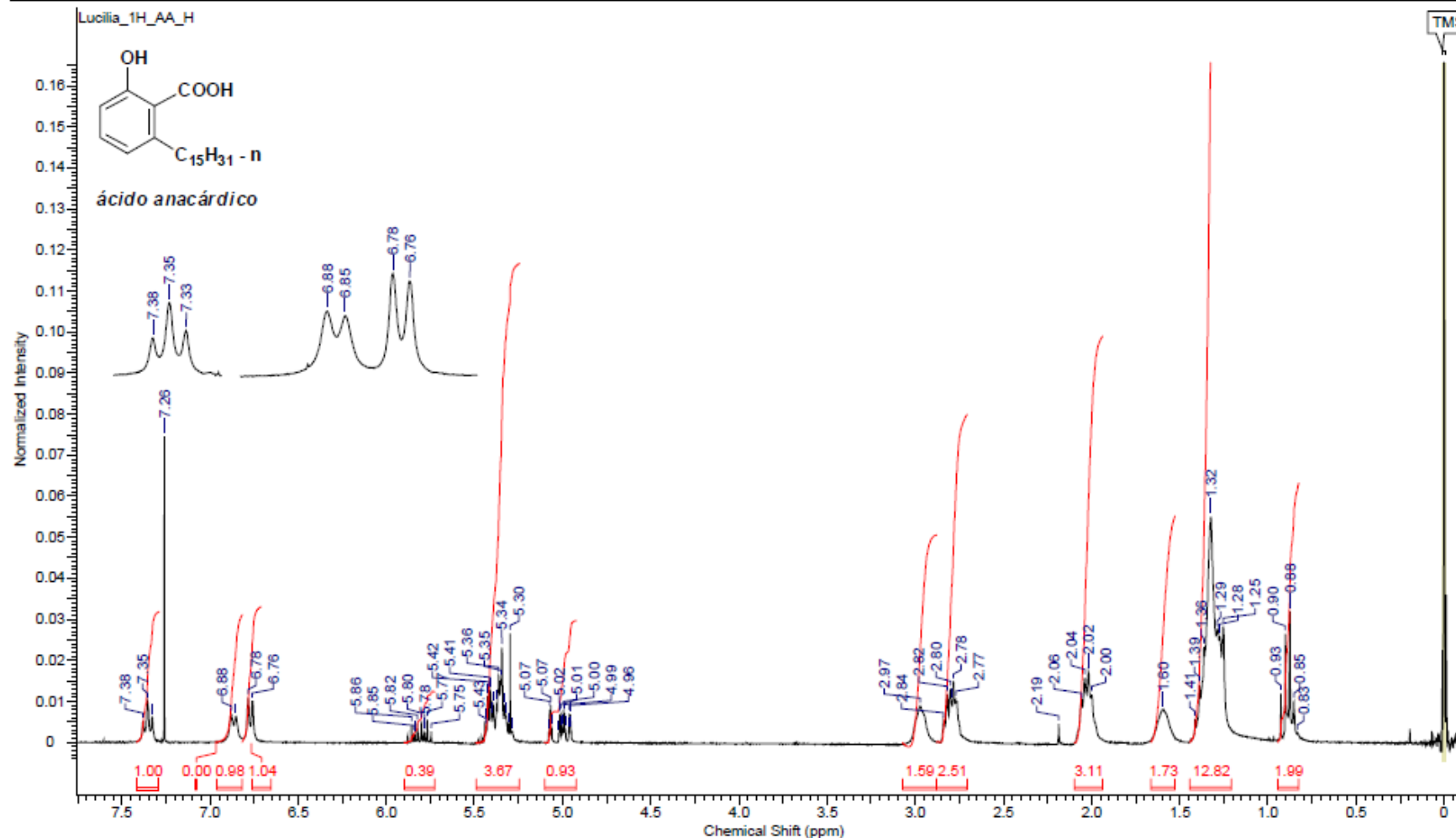
## 6. Bibliografia

1. Lomonaco, D., Mazzetto, S. E., Óleo da castanha de caju: oportunidades e desafios no contexto do desenvolvimento e sustentabilidade industrial; *Quim. Nova*, Vol. 32, No. 3, 732-741, 2009.
2. [http://www.mast.br/multimidias/botanica/frontend\\_html/artigos/index-id=235.html](http://www.mast.br/multimidias/botanica/frontend_html/artigos/index-id=235.html) (acesso em 30 de outubro de 2016).
3. <http://www.mecol.com.br/portugues/informacajuebrasil.htm> (acesso em 04 de novembro).
4. Carioca, J. O. B., Vasconcelos, G. F. C., Abreu, R. F. A., Monteiro, C. T. F. Processo de purificação do líquido da castanha do caju (LCC) para isolamento do cardanol. Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás. 2005. Salvador, Bahia ([http://www.portalabpg.org.br/PDPetro/3/trabalhos/IBP0670\\_05.pdf](http://www.portalabpg.org.br/PDPetro/3/trabalhos/IBP0670_05.pdf), acesso em 2 de novembro de 2016).
5. Nunes, G. A. Utilização do ácido anacárdico e do cardanol como substratos para a reação de metátese e preparação de xantonas e tioxantonas. Dissertação de Mestrado Programa de Pós-graduação em Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, 2014.
6. Osmari, M. P., Matos, L. F., Salab, B. L., Diaz, T. G., Giotto, F. M., Líquido da casca da castanha de caju: características e aplicabilidades na produção animal; *Publicações em Medicina Veterinária e Zootecnia*. Vol. 9, No 3, pp 143-149, 2015.
7. <http://www.lcbuffalo.com/cardanol/> (acesso em 02 de novembro de 2016).
8. Gandhi, T. S., Patel, M., Dholakiya, B.K., Studies on effect of various solvents on extraction of cashew nut shell liquid (CNSL) and isolation of major phenolic constituents from extracted (CNSL), Scholars Research Library, *J. Nat. Prod. Plant Resour*, Vol. 2, pp 135-142, 2012.

9. Gandhi, T. S., Dholakiya, B. Z, Patel, M. R., Extration protocol for isolation of CNSL by using protic and aprotic solvents from cashew nut and study of their physic-chemical parameter, *Pol. J. Chem. Tech.*, Vol. 15, No. 4, pp 24-27, 2013.
10. Tyman, J. H. P., Johnson, R. A., Muir, M., Rokhgar R., The extraction of Natural Cashew Nut-Shell Liquid. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, Vol. 66, No 4, pp 553 - 557, 1989.
11. Lopes, A. A. S., Carneiro E. A., M. Rios A. S., Hiluy Filho J. J., Carioca J. O. B., Barros G. G., Mazzetto S. E., study of antioxidant property of a thiophosphorated compound derived from cashew nut shell liquid in hydrogenated naphthenics oils, *Braz. J. Chem. Eng.*, Vol. 25, No. 01, pp. 119 - 127, 2008.
12. Paramashivappa, R., Phani Kumar, P., Vithayathil, P.J., Srinivasa Rao, A., Novel method for isolation of major phenolic constituents from cashew (*Anacardium occidentale L.*) nut shell liquid. *J. Agric. Food Chem.*, Vol 49, No 5, pp 2548 – 2551, 2001.
13. Silva, C. F., Análise do cardanol como substituto renovável do nonilfenol utilizando prospecção tecnológica. Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.

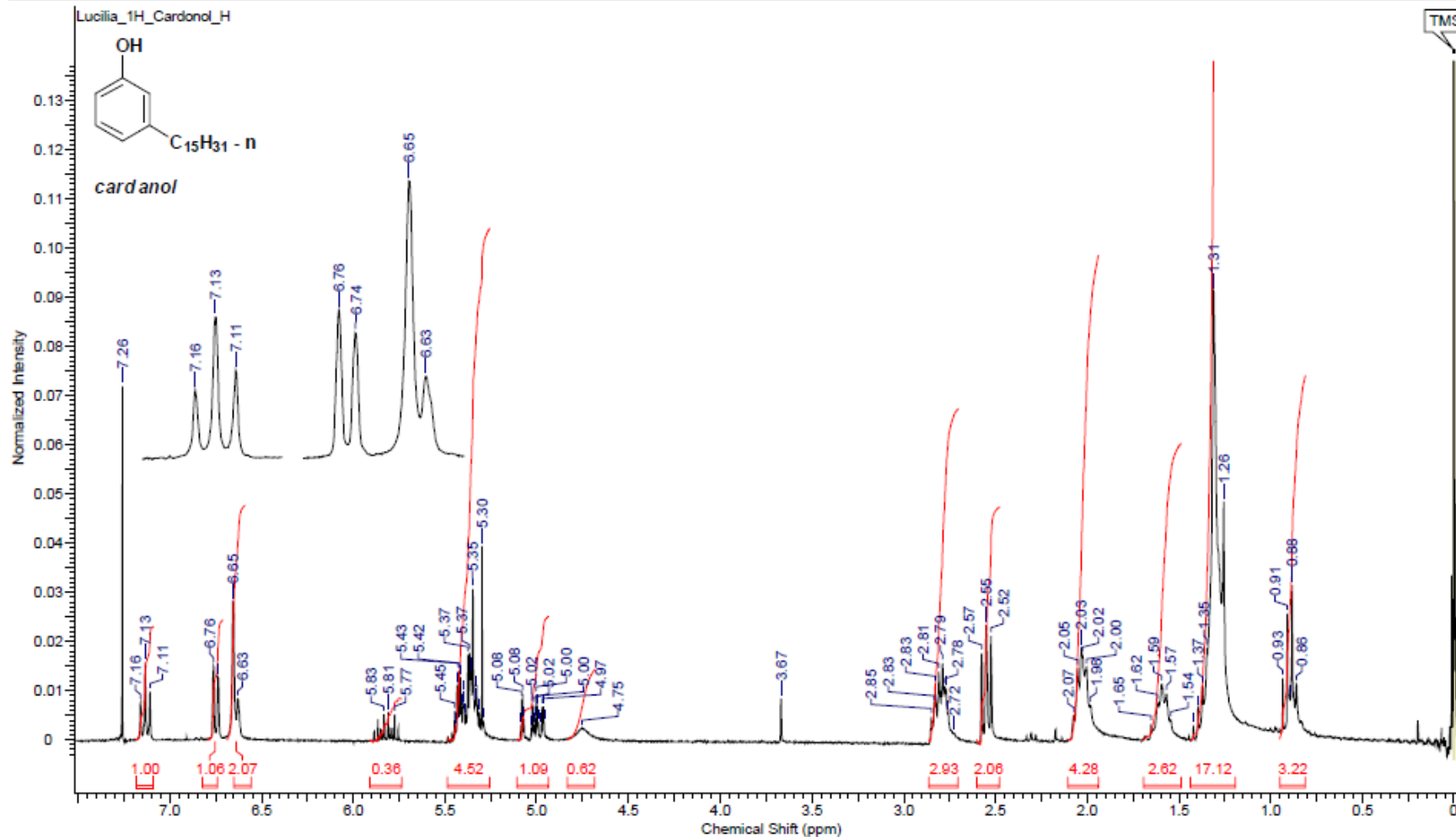
## **Anexos**

Acquisition Time (sec)	3.3328	Date	Nov 17 2016	Date Stamp	Nov 17 2016
File Name	D:\Users\Maria Lucilia\Desktop\ESPECTROS DE RMN\2016_11_17_LUCILIA\Lucilia_1H_AA_H.fid\fid			Frequency (MHz)	300.07
Nucleus	1H	Number of Transients	32	Original Points Count	18000
Pulse Sequence	s2pul	Receiver Gain	24.00	Solvent	CHLOROFORM-d
Spectrum Offset (Hz)	1800.4092	Spectrum Type	STANDARD	Sweep Width (Hz)	4800.77
				Temperature (degree C)	25.000



Anexo 1 – Espectro de RMN <sup>1</sup>H do ácido anacárdico (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)

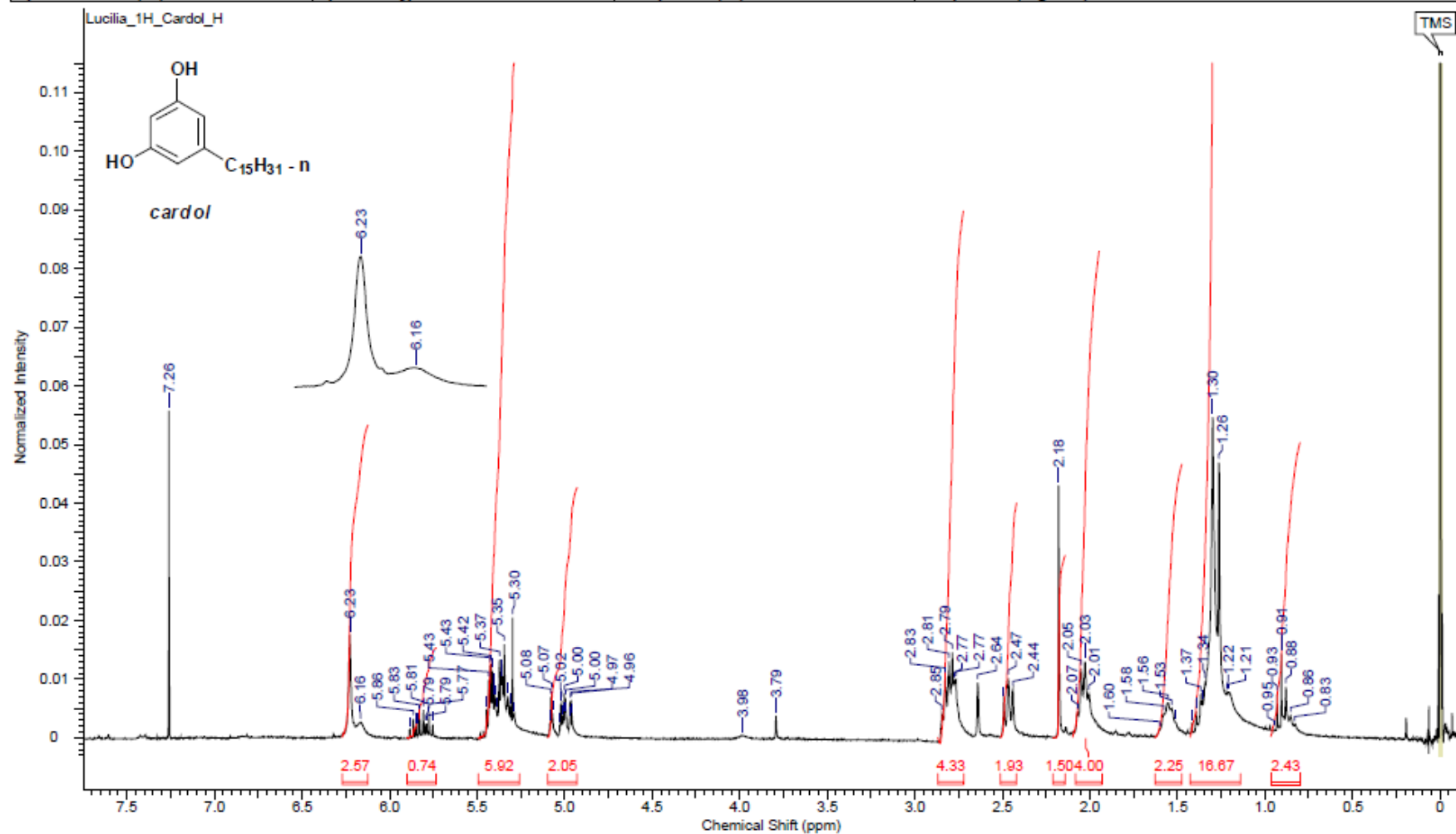
Acquisition Time (sec)	3.3328	Date	Nov 17 2016	Date Stamp	Nov 17 2016		
File Name	D:\Users\Maria Lucíli\Desktop\ESPECTROS DE RMN\2016_11_17_LUCILIA\Lucilia_1H_Cardanol_H.fid\fid				Frequency (MHz)	300.07	
Nucleus	1H	Number of Transients	32	Original Points Count	16000	Points Count	16384
Pulse Sequence	s2pul	Receiver Gain	24.00	Solvent	CHLOROFORM-d		
Spectrum Offset (Hz)	1800.4092	Spectrum Type	STANDARD	Sweep Width (Hz)	4800.77	Temperature (degree C)	25.000



Anexo 2 – Espectro de RMN <sup>1</sup>H do cardanol (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)

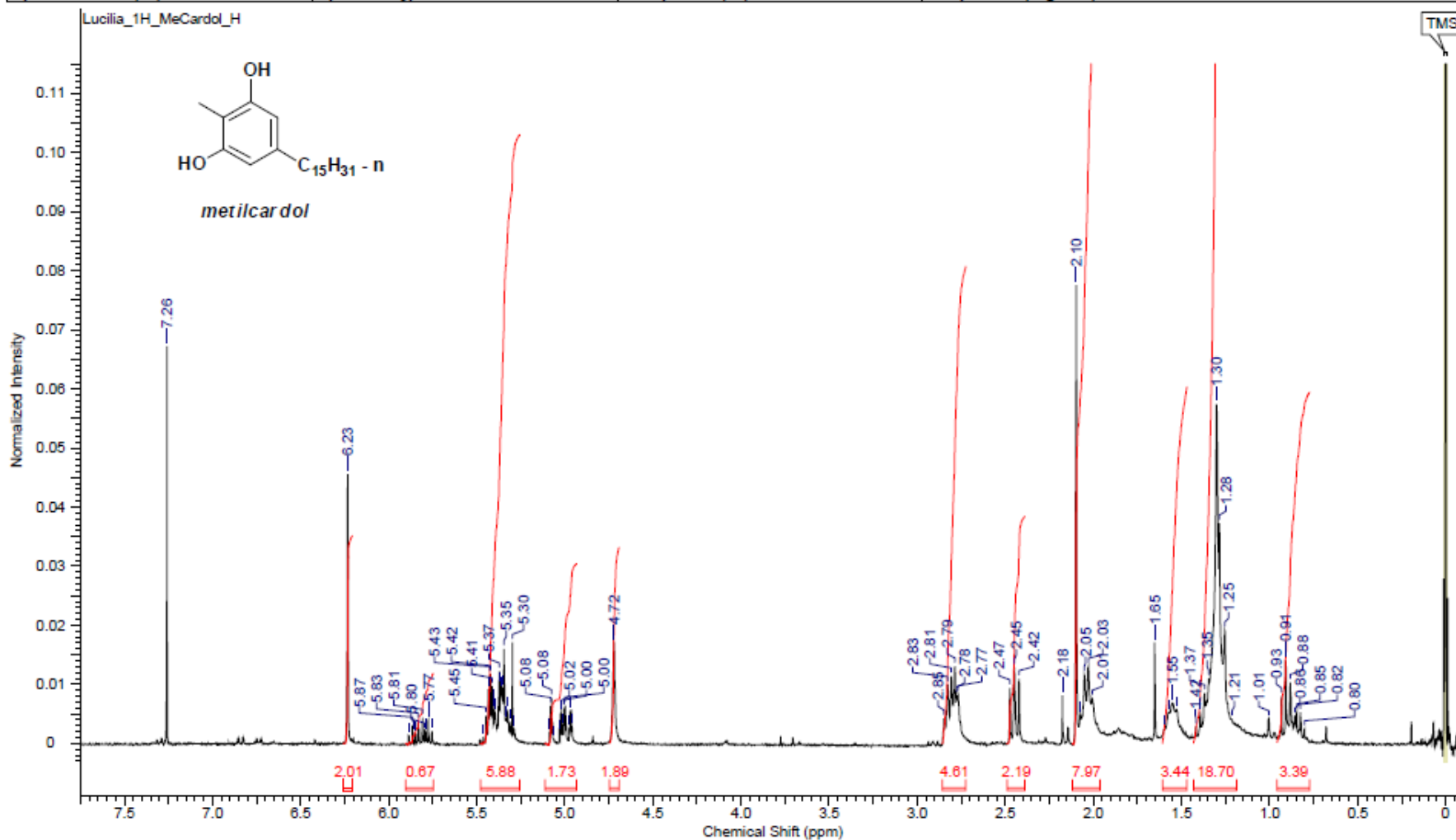


Acquisition Time (sec)	3.3328	Date	Nov 17 2016	Date Stamp	Nov 17 2016
File Name	D:\Users\Maria Lucilia\Desktop\ESPECTROS DE RMN\2016_11_17_LUCILIA\Lucilia_1H_Cardol_H.fid\fid			Frequency (MHz)	300.07
Nucleus	1H	Number of Transients	32	Original Points Count	16000
Pulse Sequence	s2pul	Receiver Gain	24.00	Solvent	CHLOROFORM-d
Spectrum Offset (Hz)	1800.4092	Spectrum Type	STANDARD	Sweep Width (Hz)	4800.77
				Temperature (degree C)	25.000



Anexo 3 – Espectro de RMN <sup>1</sup>H do cardol (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)

Acquisition Time (sec)	3.3328	Date	Nov 17 2016	Date Stamp	Nov 17 2016
File Name	D:\Users\Maria Lucilia\Desktop\ESPECTROS DE RMN\2016_11_17_LUCILIA\Lucilia_1H_MeCardol_H.fid\fid			Frequency (MHz)	300.07
Nucleus	1H	Number of Transients	32	Original Points Count	16000
Pulse Sequence	s2pul	Receiver Gain	24.00	Solvent	CHLOROFORM-d
Spectrum Offset (Hz)	1800.4092	Spectrum Type	STANDARD	Sweep Width (Hz)	4800.77
				Temperature (degree C)	25.000



Anexo 4 – Espectro de RMN <sup>1</sup>H do metilcardol (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)