



You are free: to copy, distribute and transmit the work; to adapt the work.  
You must attribute the work in the manner specified by the author or licensor

## CINÉTICA DE CONGELAMENTO CRIOGÊNICO DE SEMENTES DE PINHÃO MANSO (*Jatropha curcas* L.)

Míriam Goldfarb<sup>1</sup>; Maria Elita Martins Duarte<sup>2</sup>; Mário Eduardo R. M. Cavalcanti Mata<sup>3</sup>;  
Lívia Wanderley Pimentel<sup>4</sup>; Liv Soares Severino<sup>5</sup>

---

### RESUMO

O pinhão manso é uma espécie oleaginosa e atualmente, o óleo extraído de suas sementes têm sido utilizado para fins energéticos. A criopreservação consiste em uma opção de armazenamento das sementes deste vegetal, pois proporciona a redução do metabolismo, resultando na conservação. Assim, objetivou-se neste trabalho, determinar a curva de congelamento das sementes nas temperaturas de -170°C (vapor de nitrogênio) e a -196°C (nitrogênio líquido). As sementes com um teor de água de 8% b.u, foram expostas a essas temperaturas, as leituras foram realizadas em intervalos de 5 segundos até alcançar a temperatura de equilíbrio. Os resultados foram que para a temperatura de -170°C, o tempo para alcançar a temperatura de equilíbrio foi aos 220 segundos e para as sementes a -196°C, o tempo para ocorrer o congelamento foi de 200 segundos. Acerca da difusividade térmica, as sementes submetidas ao vapor de nitrogênio foi de  $2,10 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{seg}^{-1}$  e em nitrogênio líquido foi de  $3,25 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{seg}^{-1}$ . As curvas de congelamento são exponenciais e não se distinguem as três fases de congelamento. Diante dos resultados conclui-se que: quanto maior o gradiente térmico a que as sementes são expostas, maior a difusividade térmica e velocidade de congelamento.

**Palavras-chave:** sementes oleaginosas, difusividade térmica, criogenia

### KINETIC OF CRYOGENIC FREEZING OF SEEDS OF PHYSIC NUT (*JATROPHA CURCAS* L.)

The physic nut is an oils species, the oil extracted of the seeds has been used for biodiesel production. The cryopreservation consists of an option of storage of the seeds this species, cryogenic temperatures will to provide the reduction of the metabolism, resulting in the conservation. The objectives of this work was to determine the curve of freezing of the seeds in the cryogenic temperatures of -170°C (nitrogen vapor) and -196°C (liquid nitrogen). The seeds with water content of 8% b.u., were exposed the cryogenic temperatures, were made evaluations in intervals of 5 seconds until reach the temperature of equilibrium. The results were for the temperature of -170°C, the time to reach the temperature of equilibrium was 220 seconds and for the temperature of -196°C, the time to occur the freezing was 200 seconds. About thermal diffusivity of seeds at -170°C was  $2,10443 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  and when were immersed in liquid nitrogen, the thermal diffusivity was  $3,25787 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . The freezing curves were exponential and the three freezing phases were not distinguished. Conclusion that: as much bigger is the thermal gradient that the seeds were exposed, bigger was the values of the freezing speed and thermal diffusivity.

**Keywords:** oilseeds, thermal diffusivity, cryogenic

---

Trabalho recebido em 17/12/2009 e aceito para publicação em 10/03/2010.

---

<sup>1</sup> Parte da dissertação de mestrado da primeira autora

Bióloga, Msc. Engenharia Agrícola. UFCG. Av. Aprígio Veloso 882, Bodocongó, CEP 58109-970, Campina Grande-PB. E-mail: miriam.gold@hotmail.com Autora para correspondência

<sup>2</sup> Professora Dra. do Departamento de Engenharia Agrícola, UFCG. Av. Aprígio Veloso 882, Bodocongó, CEP 58109-970, Campina Grande-PB. E-mail: elita@deag.ufcg.edu.br

<sup>3</sup> Professor Dr. do Departamento de Engenharia Agrícola, UFCG. Av. Aprígio Veloso 882, Bodocongó, CEP 58109-970, Campina Grande-PB. E-mail: mmata@geag.ufcg.edu.br

<sup>4</sup> Doutoranda em Engenharia Agrícola, UFCG. Av. Aprígio Veloso 882, Bodocongó, CEP 58109-970, Campina Grande-PB. E-mail: livia\_wp@yahoo.com.br

<sup>5</sup> Eng. Agr. Msc. Pesquisador da Embrapa Algodão, 174 Centenário, CEP 58107-720, Campina Grande-PB. E-mail: liv@cnpa.embrapa.br

## 1. INTRODUÇÃO

O pinhão manso (*Jatropha curcas* L) é uma espécie oleaginosa que, por suas potencialidades, vem sendo considerada importante cultura agrícola e tem, como característica principal, resistência à seca. Este vegetal produz óleo com todas as qualidades necessárias para ser transformado em óleo diesel (ARRUDA et al., 2004). A espécie, pertence à família Euforbiaceae, provém de um grande arbusto ou arvoreta decídua, usado antigamente na fabricação caseira de sabão e, mais recentemente, como cerca viva; seu maior atributo, entretanto, é o alto teor de óleo produzido pelas sementes, superando 30%. A espécie pode frutificar durante mais de 40 anos (NUNES, 2007).

De acordo com Purcino & Drummond (1986) o pinhão manso é uma espécie perene e de fácil cultivo, podendo ser utilizado na conservação do solo reduzindo, dessa forma, o processo de erosão, além de tradicionalmente utilizado como cerca viva para pastos no Norte de Minas Gerais, com a vantagem de não ocupar áreas importantes para outras culturas, favorecendo, assim, o plantio consorciado.

Por todas essas potencialidades e principalmente por esta espécie fornecer matéria-prima para a produção de

biocombustível, torna-se uma cultura importante, haja vista que expandiria a economia da região Nordeste, através da oferta de emprego e renda, nos mais diversos setores de produção.

Segundo pesquisas realizadas por Jocker & Jepsen (2003) as sementes de pinhão manso são ortodoxas e, a temperatura ambiente, podem permanecer viáveis por, pelo menos um ano; contudo, devido ao seu conteúdo de óleo não é recomendado um armazenamento prolongado porque as sementes oleaginosas são mais suscetíveis ao ataque de patógenos e pode ocorrer a rancificação dos ácidos graxos que compõem o óleo. Então, a crioconservação consistira em uma técnica para conservar esse material biológico por períodos considerados indefinidos, devido a inativação do metabolismo reduzindo a perda de energia.

Em referência à conservação dos produtos agrícolas, Cavalcanti Mata et al. (2003) menciona que a armazenagem se inicia após a colheita e, a partir desse período, os produtos perdem a qualidade. Quando o produto agrícola é bastante perecível, um método viável de conservá-lo por períodos prolongados é o congelamento. Segundo Araújo et al. (2000) o objetivo principal do congelamento é a conservação do produto, em condições de oferecer uma qualidade

desejável para consumo. Como é de se esperar, o estado da matéria-prima, manuseio e o método de resfriamento ou congelamento adotado irão influir na qualidade do produto final. Com relação aos alimentos, a qualidade desses produtos depende da velocidade de congelamento, e, hoje em dia, se acredita que os melhores resultados são obtidos com os alimentos que são submetidos ao “congelamento rápido”, entretanto a cinética de congelamento deve ser estudada devido a sua complexidade em função de um grande número de variáveis.

De acordo com Cavalcanti Mata et al. (2003) a velocidade de congelamento é um dos fatores mais importantes, visto que, de maneira geral, os produtos biológicos têm teor de água elevado e o tamanho e a forma dos cristais de gelo dependem das velocidades de congelamento. Segundo Gruda & Postolski (1986) a forma dos cristais de gelo depende da temperatura de congelamento, e quanto menor a temperatura, menor é o tamanho desses cristais.

Santos (2000) explica que quando a velocidade de congelamento ocorre de lentamente, a célula do organismo biológico super congela e então perde água porque a pressão de vapor da água no meio intracelular excede aquela do exterior congelado e, com a redução progressiva da

temperatura, a água se difunde do interior das células para a solução extracelular e é convertida em gelo na superfície das células ou entre o protoplasto e a parede celular. Como resultado, a concentração da solução celular aumenta e a célula perde o turgor, este fenômeno é chamado de desidratação induzida por congelamento (“freeze-induced desiccation”). Quando o potencial hídrico das células parcialmente hidratadas se iguala àquele do gelo extracelular, um equilíbrio é estabelecido e a desidratação adicional não ocorrerá, contanto que a temperatura permaneça constante. No entanto, se a célula é congelada rapidamente, a desidratação por congelamento não ocorre e, eventualmente, a solução intracelular, que contém alto teor de água livre, se congela, formando cristais de gelo que, por sua vez, causam injúria às células.

Kartha (1985) e Sakai (1995) afirmam que em condições experimentais adequadas, quando as células atingem a temperatura de pré-congelamento, a maior parte da água congelável já escapou para se tornar gelo no meio externo e a exposição à temperatura do nitrogênio líquido tem muito pouco efeito.

Lima et al. (2000) mencionam que a escolha de um produto pelo consumidor está baseada, principalmente, nos atributos visíveis e na presença e extensão de danos

físicos. A qualidade dos produtos vegetais é o resultado da conjugação de diversos fatores, dentre os quais a conservação tem um papel fundamental.

Portanto, ante o exposto se objetivou através do presente trabalho, determinar a cinética de congelamento criogênico das sementes de pinhão manso.

## MATERIAL E MÉTODOS

O trabalho foi desenvolvido no Setor de Criogenia do Laboratório de Armazenamento e Processamento de Produtos Agrícolas da Unidade Acadêmica de Engenharia Agrícola da Universidade Federal de Campina Grande, PB.

Utilizaram-se sementes (material ainda não padronizado pelas Regras para Análise de Sementes) recém-colhidas de pinhão manso, safra 2007, provenientes da Embrapa Semi-Árido, em Petrolina, PE.

O teor de água nas sementes de pinhão manso, determinado para a criopreservação, se situou em torno de 8% b.u., umidade esta em que as sementes foram colhidas; assim, as sementes com este teor de água foram submetidas ao processo de congelamento criogênico e às temperaturas de -170°C na fase de vapor de nitrogênio e a -196°C nitrogênio na fase líquida.

Efetou-se, de início um furo no centro geométrico de cada semente

escolhida, o qual foi determinado através de valores de comprimento, espessura e largura de cada semente; para monitorar a temperatura no interior desse produto, conectou-se um termopar a um registrador multicanal; da mesma forma, outro termopar foi afixado no interior do ambiente em que se realizaram as leituras, ou seja, no nitrogênio líquido e nitrogênio a vapor. Esses procedimentos tiveram por objetivo verificar a temperatura de equilíbrio, ponto final do processo; as leituras foram feitas em intervalo de 5 segundos, até a conclusão do experimento.

Para execução do tratamento matemático com os valores experimentais das curvas de congelamento das sementes de pinhão manso, empregou-se a equação de Fourier:

$$RT = \frac{T - T_{\infty}}{T_0 - T_{\infty}} = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \text{Exp}(\sigma_n^2 \cdot Fo) \quad (1)$$

$$\frac{(T - T_{\infty})}{(T_0 - T_{\infty})} = RT \quad (2)$$

$$A_N = \frac{2 \cdot \text{sen} \sigma_1}{\sigma_1 + \text{sen} \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1} \quad (3)$$

$$Fo = \left(\frac{\sigma}{L^2}\right) \cdot t \quad (4)$$

em que RT é a razão de temperatura, adimensional; T a temperatura em cada

momento, °C;  $T_{\infty}$  a temperatura do meio de congelamento, °C;  $T_0$  a temperatura inicial do produto, °C;  $F_0$  o número de Fourier, adimensional;  $A_n$  a constante que depende do produto;  $\sigma_n$  a raiz transcendental;  $F_0$  o número de Fourier, adimensional;  $\alpha$  a difusividade térmica efetiva,  $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ;  $L$  a espessura da semente/2;  $t$  o tempo, s.

Com os dados de razão de temperatura em função do tempo, foi realizada uma análise de regressão não-linear, através do programa computacional Statistica, versão 7.0, para obtenção dos coeficientes da equação (1).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

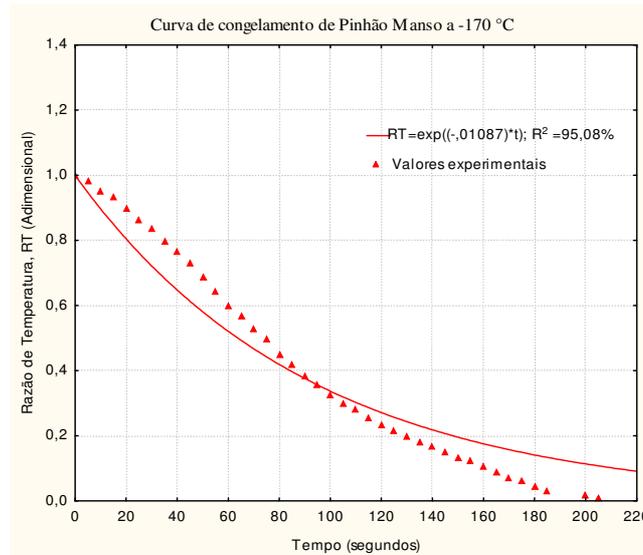
Nas Figuras 1 e 2 se encontram as curvas de congelamento das sementes de pinhão manso, nas temperaturas de  $-170^{\circ}\text{C}$  (vapor de nitrogênio) e a  $-196^{\circ}\text{C}$  (nitrogênio na fase líquida). O comportamento das curvas de congelamento é semelhante ao das curvas de resfriamento. Segundo Kashara et al. (1986) os produtos agrícolas com teores de água em torno de 70 a 90%, base úmida, apresentam as três fases características da curva de congelamento da água pura, isto é: Fase 1 corresponde ao resfriamento do produto; esse período é caracterizado por uma curva típica exponencial; Fase 2

constituída pelo congelamento do produto, cuja fração de água que é a maior parte do produto, consome a energia para formar os cristais de gelo; a curva é uma reta e a Fase 3 é caracterizada por uma curva exponencial relativa, que corresponde ao pós-congelamento do produto.

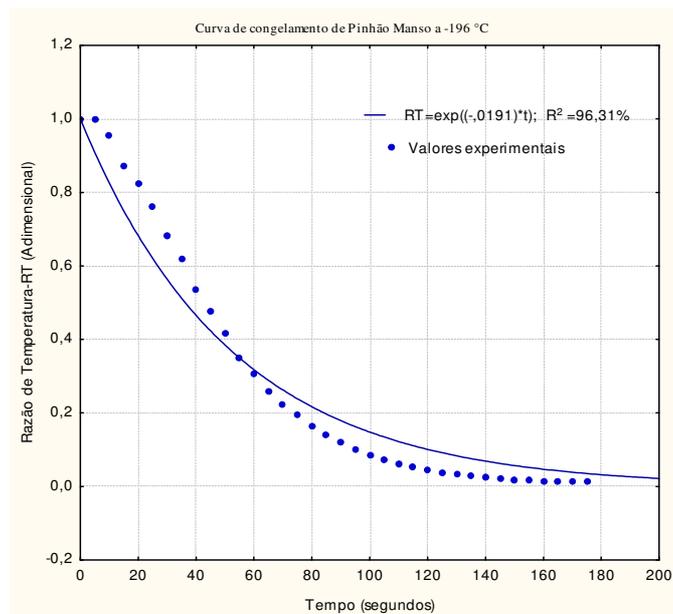
Observa-se, no presente estudo, que as sementes de pinhão manso, em razão de apresentarem teores de água em torno de 8% b.u, ou seja, baixo percentual de água, apresentam as três fases descritas anteriormente, no entanto na curva de congelamento não se distingue essas três fases, sendo uma curva exponencial típica. De acordo com Farias (2003) que estudou as curvas de congelamento de sementes de jatobá com teor de água em 13% b.u, as curvas para este produto não apresentavam as três fases típicas de congelamento, embora ocorressem as três fases distintas. O teor de água no interior do produto era baixo para formar uma curva sigmóide, tendo predominância a curva característica da matéria seca, que é uma exponencial. Coelho (2006) afirma que não se distinguem as três fases nas curvas de congelamento das sementes por imersão em nitrogênio líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ). Isso é devido à maior velocidade de congelamento e um maior gradiente térmico a que estão expostas às sementes.

Para as sementes congeladas em nitrogênio na fase de vapor, a  $-170^{\circ}\text{C}$ , o tempo para alcançar a temperatura de equilíbrio foi aos 220 segundos; já para as sementes imersas em nitrogênio líquido a  $-196^{\circ}\text{C}$ , o tempo para ocorrer o

congelamento foi de 200 segundos; concluí-se, então que quanto maior o gradiente térmico a que o produto está exposto, maior também velocidade de congelamento.



**Figura 1.** Curvas experimentais e calculadas das sementes de pinhão manso submetidas ao congelamento em nitrogênio na fase de vapor ( $-170^{\circ}\text{C}$ ).



**Figura 2.** Curvas experimentais e calculadas das sementes de pinhão manso submetidas ao congelamento em nitrogênio líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ).

Na Tabela 1 se encontram os valores calculados para os coeficientes de difusão e difusividade efetiva para as sementes de pinhão manso submetidas ao congelamento nas temperaturas criogênicas de  $-170^{\circ}\text{C}$  e a  $-196^{\circ}\text{C}$ . A difusividade térmica para as sementes congeladas a  $-170^{\circ}\text{C}$  foi de  $2,10443 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  e, para as sementes imersas em nitrogênio líquido, a  $-196^{\circ}\text{C}$ , a difusividade foi de  $3,25787 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Tem-se que a difusividade efetiva é mais elevada quando o produto é submetido a um gradiente térmico maior, ou seja, a difusividade térmica aumenta com a diminuição de temperatura. Farias (2003) constatou, em sua pesquisa com difusividade térmica de sementes de jatobá com 13% de teor de água em base úmida,

que na temperatura de congelamento a  $-150^{\circ}\text{C}$  a difusividade foi de  $16,72452 \times 10^{-7}$  e a  $-196^{\circ}\text{C}$  a difusividade aumentou para  $181,7532 \times 10^{-7}$ . Araújo et al. (2000) concluíram em sua pesquisa com a polpa de acerola, que a difusividade térmica efetiva média aumentou com a diminuição da temperatura de  $-22,6^{\circ}\text{C}$  para  $-196^{\circ}\text{C}$ ; no entanto, para Coelho (2006) que trabalhou com sementes de algodão com diferentes teores de água, a difusividade térmica aumentou com o teor de água em todas as temperaturas estudadas e, com relação à difusividade térmica dentro de um mesmo teor de água, o autor observou oscilação desses valores, sem constituir um padrão definido de aumento ou diminuição, com a conseqüente variação da temperatura.

**Tabela 1.** Valores dos coeficientes de difusão e difusividade efetiva das sementes de pinhão manso submetidas ao congelamento a temperaturas criogênicas.

<b>Difusividade</b>		
<b>Curvas de congelamento (T = <math>-170^{\circ}\text{C}</math>)</b>		
<b>Coefficiente de difusão</b>	<b>L (mm): espessura /2</b>	<b>Difusividade efetiva (mm<sup>2</sup>/seg)</b>
$1,087 \times 10^{-4}$	4,40	$2,10443 \times 10^{-3}$
<b>Curvas de congelamento (T = <math>-196^{\circ}\text{C}</math>)</b>		
<b>Coefficiente de difusão</b>	<b>L (mm): espessura /2</b>	<b>Difusividade efetiva (mm<sup>2</sup>.seg<sup>-1</sup>)</b>
$1,91 \times 10^{-4}$	4,13	$3,25787 \times 10^{-3}$

Não se distinguem as três fases típicas que caracterizam as curvas de

congelamento da água pura nas sementes de pinhão manso com teor de água de 8%

b.u. e congeladas às temperaturas de -170°C e -196°C. Isso ocorre porque este produto apresenta as características de matéria seca. A difusividade efetiva média de sementes de pinhão manso, com 8% de umidade, quando submetidas ao congelamento em vapor de nitrogênio a (-170°C) foi  $2,10 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  e quando imersas em nitrogênio líquido (-196°C) foi de  $3,25 \times 10^{-3} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Quanto maior o gradiente térmico maior a difusividade térmica nas sementes de pinhão manso.

#### 4. CONCLUSÕES

As curvas de congelamento criogênico das sementes de pinhão manso com teor de água em torno de 8% b.u., são exponenciais e não se distinguem as três fases de congelamento.

Quanto maior o gradiente térmico a que as sementes são expostas, maior a velocidade de congelamento e a difusividade térmica.

#### 5. AGRADECIMENTOS

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior-Capes pela bolsa de pesquisa e a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária-Embrapa Algodão por fornecer a matéria-prima.

#### 6. REFERÊNCIAS

- ARAÚJO, M.S.O de.; BRAGA, M.E.D.; CAVALCANTI MATA, M.E.M. Cinética de congelamento de polpa de acerola a baixas temperaturas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, Especial, n.1, p.55-62, 2000.
- ARRUDA, F.P.de.; BELTRÃO, N.E.de M.; ANDRADE, A.P.de A.; PEREIRA, W.E.; SEVERINO, L.S. Cultivo de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) como alternativa para o semi-árido nordestino. **Revista Brasileira de Oleaginosas e Fibrosas**, Campina Grande, v.8, n.1, p.789-799, 2004.
- CAVALCANTI MATA, M.E.R.M.; BRAGA, M.E.D.; SILVA, M. Curvas de congelamento de frutos de cajá (*Spondias lutea* L.). **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, Especial, n.1, p.55-62, 2003
- COELHO, R.R.P. “**Protocolo de crioconservação de sementes de algodão (*Gossypium hirsutum* L. raça *Latifolium* Hutch.) cultivares BRS 200 marrom e BRS verde**”. 2006. 89p. Tese (Doutorado em Agronomia), Universidade Federal da Paraíba, Centro de Ciências Agrárias, Areia, PB, 2006.
- FARIAS, D.C. de. **Desenvolvimento de um protocolo para crioconservação de sementes de sementes de jatobá: fitossanidade e cinética de congelamento**. 2003. 93p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola), Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, Departamento de Engenharia Agrícola, Campina Grande, PB, 2003.
- GRUDA. Z.; POSTOLSKI, J. **Tecnología de la congelación de los alimentos**. Zaragoza:

- Editorial Acribia, 1986. 631p.
- JOCKER, D.; JEPSEN, J. *Jatropha curcas* L. Seed Leaflet, **Humbleback**, Denmark, n.83, p.1-2, Aug, 2003.
- KARTHA, K.K. Meristem culture and germplasm preservation. In: KARTHA, K.K. (ed). **Cryopreservation of plant cells and organs**. Boca Raton, Florida, CRC Press, 1985, p.115-134.
- KASHARA, G.I.; GARRIDO, B.F.; SIMPSON, R.R.; ALDUNARTE, M.M.I.; CORNEJO, F.F. Cinética de congelacion y propiedades termofísicas em dos espécies de frutales menores. In: KASAHARA, G.J. **Tópicos de calor y propiedades termofísicas en: refrigeración y congelación de alimentos**. Santiago de Chile: Maval, 1986, cap.4, p.81-109.
- LIMA, L. N.; EMANUELLE, C.; SILVA, da C.L.; DINIZ, do M.C.; OLIVEIRA, M.R.T.de.;
- GADELHA, T.S. Estudo sobre a conservação de quatro variedades de feijão macassar verde (*Vigna unguiculata* L. WALP.): submetidos a temperatura de refrigeração e congelamento.
- Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, n.2, v.2, p.57-69, 2000.
- NUNES. L.F. **Caracterização de frutos, sementes e plântulas e cultivo de embriões de pinhão-manso (*Jatropha curcas* L.)**. 2007. 78p Dissertação (Mestrado em Fitotecnia). Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG.
- PURCINO, A.A.C.; DRUMMOND, O.A. **Pinhão manso**. Belo Horizonte: EPAMIG, 1986.7p.
- SANTOS, I.R.I. Criopreservação: potencial e perspectivas para a conservação de germoplasma vegetal. **Revista Brasileira Fisiologia Vegetal**, vol.12, (Edição Especial): p.70-84, 2000.
- SAKAI, A. Cryopreservation of germplasm of wood plants. In: BAJAJ, Y.P.S. (ed). **Biotechnology in agriculture and forestry**. Vol 32. Cryopreservation of plant germplasm I. Berlin, Heidelberg, New York, Springer- Verlag, 1995. p.53-69.