#### **SERGIO MARCIO ALBINO**

## DETERMINAÇÃO DE CAFEÍNA EM BEBIDAS, ALIMENTOS E MEDICAMENTOS UTILIZANDO UM *SMARTPHONE* E UM APLICATIVO COMO TEMA GERADOR NO ENSINO MÉDIO

Produto educacional apresentado à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Química em Rede Nacional, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientador: Antonio Jacinto Demuner

Coorientador: Marcelo Henrique dos

Santos

VIÇOSA - MINAS GERAIS 2020

#### **GUIA DE USO DO PROGRAMA ImageJ**

O uso do programa para computador ImageJ teve com finalidade a determinação da área das manchas previamente registradas, por meio de fotos usando smartphone, nas placas de CCD reveladas com uma lâmpada de UV. Primeiramente, foi feito o download do programa, disponível gratuitamente na página <u>https://imagej.nih.gov/ij/download.html</u>

O Programa foi executado em sua pasta, clicando no ícone com imagem de microscópio. Clicando na opção **File**, uma janela foi aberta e a opção **Open** foi selecionada, conforme Figura 1A.

Image File Edit Image Process Analyze Plugins Window Help Text tool (double-click to configure) (a) Edit Image Process Analyze Plugins Window Help • A & E Q Dev & & A (right click to Ctrl+Shift+O Open Next Open Samples Open Recent Import Close Ctrl+W Ctrl+Shift+W Close All Ctrl+S Save Save As Revert Ctrl+R Page Setup. Ctrl+P Print. Quit (b)

Figura 1A – Tela File (a) e Open (b).

Fonte: o próprio autor.

Após esta etapa, uma nova janela foi aberta e a foto de interesse foi selecionada para edição (Figura 2A).





Fonte: o próprio autor.

Uma régua também foi adicionada à imagem, com o objetivo de determinar a escala, clicando no ícone da ferramenta linha, na tela inicial do programa e, com o auxílio da régua que aparecerá na foto, é possível marcar e configurar a escala. Neste trabalho foi utilizado 1 cm (Figura 3A).





Fonte: o próprio autor.

Para isso a opção **Analyze (a)** foi selecionada no menu principal, seguida pela selção de **Set Scale (b)**.Na nova aba foi selecionada a opção **Known distance (b)**, onde foi inserido o número 1 e, na opção **Unit of length (b)** foi definida aunidade de medida em cm. Ao final do procedimento, foi selecionado o comando **OK**. Após esta etapa, o programa retorna à tela inicial (Figura 4A).



Figura 4A – Processo de tratamento da imagem I.

O próximo passo foi clicar na opção **Image**, localizada na tela inicial, e em seguida em **Type e 8-bit (a).** A seguir foram selecionadas as opções **Process (b)**, na barra da tela inicial, **Binary (b) e Make Binary (b)** (Figura 5A).

| 🛓 ImageJ<br>File Edit | Image Process                             | Analyze Plug                 | iins Window H                            | – 🗆 | ×   |                             |   |  | Make Binary<br>Convert to Mask                               |   |
|-----------------------|---|------------------------------|--|-----|-----|-----------------------------|---|--|--|---|
|                       | Type<br>Adjust<br>Show Info<br>Properties | Ctrl+I<br>Ctrl+Shift+P       | 8-bit<br>16-bit<br>32-bit<br>8-bit Color |     | >>  | 호 ImageJ<br>File Edit Image | Process Analyze Plugins Window<br>Smooth Ctrl+Shift+S<br>Sharpen<br>Find Edges<br>Find Maxima | Erode<br>Dilate<br>Open<br>Close-<br>Outline |  |   |
|                       | Color<br>Stacks<br>Hyperstacks            |                              | ✓ RGB Color RGB Stack HSB Stack          |     |     |                             |   | Ctrl+Shift+S                                 | Fill Holes<br>Skeletonize<br>Distance Map<br>Ultimate Points | > |
|                       | Crop<br>Duplicate<br>Rename               | Ctrl+Shift+X<br>Ctrl+Shift+D | Lab Stack                                |     |     |                             | Enhance Contrast<br>Noise<br>Shadows  | •  | Vatershed<br>Voronoi   |   |
|                       | Scale<br>Transform<br>Zoom<br>Overlav     | Ctrl+E                       |  |     |     |                             | Math<br>FFT<br>Filters<br>Batch   | +<br>+<br>+                                  |  | J |
|                       | Lookup Tables                             | •                            |  |     |     |                             | Image Calculator<br>Subtract Background<br>Repeat Command                                     | <br>Ctrl+Shift+R                             |  |   |
| (a)<br>Fon            | te: o própr                               | io autor.                    |  |     | (b) |                             |   |  |  |   |

Figura 5A – Processo de tratamento da imagem II.

O resultado do processamento de imagens usando o programa ImageJ é apresentado na Figura 6A.



**Figura 6A** – Imagem da CCD tratada com o programa.

Para determinar a área das manchas, deve selecionar na barra principal o comando similar a uma barra (a), e em seguida os comandos **Analyze** e **Mesure(b)** e uma nova janela chamada **Results (c)** irá aparecer (Figura 7A). O mesmo procedimento de seleção deve ser usado para as demais manchas.

Fonte: o próprio autor.

Figura 7A – Determinação da área da mancha.



Fonte: o próprio autor.

# ROTEIRO DA EXTRAÇÃO DE CAFEÍNA NOS MEDICAMENTOS, NAS BEBIDAS E NOS CHÁS

#### **MEDICAMENTOS**

## 1 - Objetivo:

Realizar extração da cafeína e quantificar este composto em amostras de medicamentos.

#### 2 – Materiais e reagentes.

- Comprimidos que possuam cafeína;
- Água destilada;
- Diclorometano;
- Gral com pistilo;
- Balão volumétrico;
- Funil de separação.

#### 3 – Procedimento.

- a. Pesar os comprimidos e triturar com auxílio de gral e pistilo e solubilizar em 10 mL de água destilada.
- b. Transferir a solução resultante para um funil de separação, acrescentar 4 mL de diclorometano agitar e deixar em repouso.
- c. Recolher a fase orgânica e transferir para um balão volumétrico de 10 mL.
- d. Acrescentar à fase aquosa que sobrou no balão de separação, mais 3 mL de diclorometano agitar e deixar em repouso. Após o repouso recolher a fase orgânica e transferir para o mesmo balão volumétrico de 10 mL.
- e. Realizar o mesmo procedimento do item d.
- f. O volume do balão volumétrico de 10 ml com a solução de cafeína teve seu volume ajustado com diclorometano.

Figura 1B – Extração de cafeína em medicamentos.



Fonte: o próprio autor.

## **BEBIDAS**

#### 1 - Objetivo:

Realizar extração da cafeína em amostras naturais de café, erva-mate e chás.

### 2 – Materiais e reagentes.

- Amostras de café, erva-mate e chás;
- Balança analítica;
- Béquer de 250 mL;
- Carbonato de sódio;
- Sulfato de magnésio;
- Água destilada;
- Diclorometano;
- Funil de separação.

#### 3 – Procedimento.

- a) Pesar 10 g das amostras de café, erva-mate ou chá e transferir para um béquer de 250 mL.
- b) Adicionar 4,8 g de carbonato de sódio e 100 mL de água destilada.
- c) Aquecer a ebulição, com agitação por 15 minutos.

- d) Resfriar a mistura até cerca de 55 °C e filtrar a vácuo.
- e) Resfriar o filtrado a 15-20°C, adicionar gelo picado.
- f) Transferir a mistura para um funil de separação de 125 mL e extrair o produto 20 mL de diclorometano. Realizar o procedimento em triplicas.
- g) Reunir os extratos orgânicos e lavar com 20 ml de água destilada.
- h) Coloque o extrato orgânico em um Erlemeyer de 125 ml e deixe-o em contato com sulfato de magnésio por 10 minutos e filtrar.
- i) coloque o extrato orgânico em um Erlemeyer de 125 ml e deixe-o em contato com sulfato de magnésio por 10 minutos e filtrar.



Figura 3B – Extração de cafeína de café, chá e erva-mate.

Fonte: o próprio autor.

## FASE MÓVEL

## 1 - Objetivo:

Determinar a fase móvel que melhor separa a cafeína nas amostras.

## 2 – Materiais e reagentes.

- Acetato de etila;
- Metanol;
- Hidróxido de amônio.

## 3 – Procedimento.

Preparar 70 mL de fase móvel, empregando 59,5 mL de acetato de etila, 7,0 mL de metanol e 3,5 mL de hidróxido de amônia. Colocar papel de filtro picado no interior da cuba. Realizar a mistura em um frasco e depois despejá-la na cuba e tampar o recipiente.

## PLACA CROMATOGRÁFICA

Uma placa CCM ALUGRAM Xtra SIL G/UV 254 recoberta com sílica-gel e com dimensões de 20 cm x 5 cm. Cada ponto de aplicação possuía uma distância de 1 cm do outro e todos estavam localizados a 1,5 cm de altura da base. A distância total percorrida pela fase móvel foi de 3 cm (Figura 1E). A aplicação foi realizada com uma Micro-seringa Hamilton.



### LINKS COM AS VIDEOAULAS

Este primeiro vídeo tem como objetivo demostrar como foram realizadas as etapas experimentais com os discentes das Escolas: Escola Estatual Raul Sores e Escola José de Alencar Gomes da Silva – Escola Sesi - Ubá.

https://www.youtube.com/watch?v=QgM3vkcC4I4

Nesta videoaula o objetivo foi demostrar as etapas realizadas nos laboratórios da Universidade Federal de Viçosa. Desde da extração da cafeína nas amostras até as análises do espectrofotômetro ultravioleta UV-Visível.

https://www.youtube.com/watch?v=Hvtq\_xZT\_Fc

Esta videoaula teve como intuito a explanação para o entendimento dos alunos sobre a sobre a utilização do programa ImageJ® e sobre a importância da calibração para realização de determinação da cafeína presente nas amostras.

https://www.youtube.com/watch?v=M-fEMYhs4PI