

FF
FACULDADE DE
FARMÁCIA



UFG
UNIVERSIDADE
FEDERAL DE GOIÁS

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
FACULDADE DE FARMÁCIA**

IGOR ANDRÉ ALVES VASCONCELOS

**AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE EM AMOSTRAS COMERCIAIS
DE CANELA POR MÉTODOS VOLTAMÉTRICOS E ESPECTROFOTOMÉTRICOS**

**GOIÂNIA/GO
2022**

Rua 240, esquina com 5ª Avenida,
s/nº - Setor Leste Universitário
CEP 74605-170 - Goiânia - Goiás - Brasil.

Fone: (62) 3209-6044
Site: <http://farmacia.ufg.br>



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
FACULDADE DE FARMÁCIA

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR VERSÕES ELETRÔNICAS DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO DE GRADUAÇÃO NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DA UFG

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio do Repositório Institucional (RI/UFG), regulamentado pela Resolução CEPEC no 1240/2014, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei no 9.610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou download, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

O conteúdo dos Trabalhos de Conclusão dos Cursos de Graduação disponibilizado no RI/UFG é de responsabilidade exclusiva dos autores. Ao encaminhar(em) o produto final, o(s) autor(a)(es)(as) e o(a) orientador(a) firmam o compromisso de que o trabalho não contém nenhuma violação de quaisquer direitos autorais ou outro direito de terceiros.

1. Identificação do Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação (TCCG)

Nome(s) completo(s) do(a)(s) autor(a)(es)(as): Igor André Alves Vasconcelos

Título do trabalho: "Avaliação da capacidade antioxidante em amostras comerciais de canela por métodos voltamétricos e espectrofotométricos"

2. Informações de acesso ao documento (este campo deve ser preenchido pelo orientador) Concorda com a liberação total do documento [X] SIM [] NÃO¹

[1] Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. Após esse período, a possível disponibilização ocorrerá apenas mediante: a) consulta ao(à)(s) autor(a)(es)(as) e ao(à) orientador(a); b) novo Termo de Ciência e de Autorização (TECA) assinado e inserido no arquivo do TCCG. O documento não será disponibilizado durante o período de embargo.

Casos de embargo:

- Solicitação de registro de patente;
- Submissão de artigo em revista científica;
- Publicação como capítulo de livro.

Obs.: Este termo deve ser assinado no SEI pelo orientador e pelo autor.



Documento assinado eletronicamente por **IGOR ANDRÉ ALVES VASCONCELOS, Discente**, em 16/08/2022, às 12:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **EMILY KUSSMAUL GONÇALVES MORENO, Usuário Externo**, em 16/08/2022, às 16:19, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site

[https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?](https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0)

[acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0](https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **3052889** e o código CRC **D0F37DA1**.

IGOR ANDRÉ ALVES VASCONCELOS

**AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE EM AMOSTRAS COMERCIAIS
DE CANELA POR MÉTODOS VOLTAMÉTRICOS E ESPECTROFOTOMÉTRICOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao curso de Farmácia da Universidade Federal
de Goiás, como requisito parcial para a
obtenção do título de Bacharel em Farmácia.

Orientadora: MsC. Emily Kussmaul Gonçalves
Moreno

Coorientador: Prof. Dr. Eric de Souza Gil

GOIÂNIA/GO
2022

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFG.

Vasconcelos, Igor André Alves
Avaliação da Capacidade Antioxidante em Amostras Comerciais de Canela por Métodos Voltamétricos e Espectrofotométricos [manuscrito] / Igor André Alves Vasconcelos. - 2022.
xxxi, 31 f.: il.

Orientador: Profa. Emily Kussmaul Gonçalves Moreno; co orientador Dr. Eric de Souza Gil.
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Goiás, Faculdade Farmácia (FF), Farmácia, Goiânia, 2022.

Bibliografia. Anexos.

Inclui gráfico, tabelas, lista de figuras, lista de tabelas.

1. Espécies Reativas de Oxigênio. 2. Polifenóis. 3. Eletroquímica. 4. DPPH. 5. ABTS. I. Moreno, Emily Kussmaul Gonçalves, orient. II. Título.

CDU 615.1



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
FACULDADE DE FARMÁCIA

ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Aos 16 dias do mês de agosto do ano de 2022 iniciou-se a sessão pública de defesa do Trabalho de Conclusão de Curso TCC intitulado “Avaliação da capacidade antioxidante em amostras comerciais de canela por métodos voltamétricos e espectrofotométricos”, de autoria de **Igor André Alves Vasconcelos**, do curso de Farmácia, da Faculdade de Farmácia da UFG. Os trabalhos foram instalados pela MsC. Emily Kussmaul Gonçalves Moreno - orientadora - Faculdade de Farmácia/UFG com a participação dos demais membros da Banca Examinadora: MsC. Giovanna Nascimento de Mello e Silva - Faculdade de Farmácia - UFG e Dr. Fabio Bahls Machado - Faculdade de Farmácia/UFG. Após a apresentação, a banca examinadora realizou a arguição do estudante. Posteriormente, de forma reservada, a Banca Examinadora atribuiu a nota final de 9,7, tendo sido o TCC considerado aprovado.

Proclamados os resultados, os trabalhos foram encerrados e, para constar, lavrou-se a presente ata que segue assinada pelos Membros da Banca Examinadora.



Documento assinado eletronicamente por **GIOVANNA NASCIMENTO DE MELLO E SILVA, Usuário Externo**, em 16/08/2022, às 12:07, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **EMILY KUSSMAUL GONÇALVES MORENO, Usuário Externo**, em 16/08/2022, às 16:19, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **FÁBIO BAHLS MACHADO, Usuário Externo**, em 31/08/2022, às 09:28, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **3052886** e o código CRC **F34F703F**.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos meus pais, a eles agradeço aos conhecimentos pela vida, pela matemática, pela alfabetização e por sempre me apoiarem em todos os momentos da minha vida acadêmica.

As minhas avós, tios, primos e familiares que sempre se orgulharam e me motivaram a seguir em frente, mesmo quando tudo parecia obscuro.

As minhas amigas e amigos pelos conhecimentos, aprendizados, alegrias e desafios que passamos juntos.

A equipe do Laboratório de Análise Farmacêutica e Ambiental (LAFAM) da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Goiás, por proporcionar a realização deste estudo.

E de forma especial, agradecer a minha orientadora Emily Kussmaul Gonçalves Moreno e ao professor Eric de Souza Gil por estarem presentes em todas as etapas deste projeto.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURAS

- Figura 1.** Estudo de pH para amostras de canela em voltametria. 13
- Figura 2.** Voltametria de pulso diferencial (DPV) 13
- Figura 3.** Voltametria de Onda Quadrada (SWV) 14

QUADROS

- Quadro 1.** Estudo dos solventes para canela. 12
- Quadro 2.** Matriz de correlação de DPPH, ABTS e Índice Eletroquímico para as amostras de canela. 16

TABELAS

- Tabela 1.** Porcentagem de descoloração do sequestramento radicalar do ABTS e DPPH e EI das amostras. 15

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	3
2	METODOLOGIA	9
2.1	Reagentes e Padrões.....	9
2.2	Amostras e Preparo	9
2.3	Ensaio de eliminação do radical DPPH	9
2.4	Ensaio de eliminação do radical ABTS	10
2.5	Ensaio eletroquímico.....	10
2.6	Índice Eletroquímico (EI)	11
2.7	Estudo Estatístico.....	11
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	12
4	CONCLUSÃO.....	16
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	18
7	ANEXO.....	22

AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE EM AMOSTRAS COMERCIAIS DE CANELA POR MÉTODOS VOLTAMÉTRICOS E ESPECTROFOTOMÉTRICOS

EVALUATION OF THE ANTIOXIDANT CAPACITY IN COMMERCIAL CINNAMON SAMPLES BY VOLTAMETRIC AND SPECTROPHOTOMETRIC METHODS

EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD ANTIOXIDANTE EN MUESTRAS COMERCIALES DE CANELA POR MÉTODOS VOLTAMÉTRICOS Y ESPECTROFOTOMÉTRICOS

VASCONCELOS, Igor André Alves^{1*}. MORENO, Emily Kussmaul Gonçalves¹. MACEDO, Isaac Yves Lopes¹. MACHADO, Fabio Bahls¹. BATISTA, Erica¹. GIL, Eric de Souza¹.

¹ Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás, Brasil.

*igorandre@discente.ufg.br

Resumo. Este estudo buscou analisar a capacidade antioxidante em amostras comerciais de canela (*Cinnamomum* sp.), dado a crescente preocupação do dano celular das espécies reativas de oxigênio, bem como o anseio pela alimentação saudável e natural, objetivando a comparação de métodos tradicionais com um inovador para a determinação da capacidade antioxidante. Os métodos tradicionais realizados foram a eliminação do radical livre DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazil) e a captura do cátion do radical ABTS (2,2-azinobis-(3-etilbenzotiazolina-6-sulfonato), mensurados por técnica espectrofotométrica. Para os estudos eletroquímicos, foram realizadas técnicas voltamétricas como a CV, DPV e SWV e calculado o Índice Eletroquímico (IE). Os resultados de ABTS, DPPH e IE, indicaram diferenças significativas entre as 17 amostras. Uma matriz foi calculada, comparando os métodos, onde foi possível observar alta correlação estatística (c.a 0,6) entre eles. Concluiu-se que as amostras de canela apresentam alta capacidade antioxidante e que as metodologias utilizadas são equivalentes.

Palavras-chave: Espécies reativas de oxigênio, polifenóis, eletroquímica, DPPH, ABTS.

Abstract. This study aimed to analyze the antioxidant capacity in commercial cinnamon (*Cinnamomum* sp.), given the growing concern about cellular damage from reactive oxygen species, as well as the desire for healthy and natural food, aiming to compare traditional and innovative methods for the determination of antioxidant capacity. The traditional methods performed were the scavenging of the free radical DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl) and the capture of the cation of the radical ABTS (2,2-azinobis-(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonate), measured by the spectrophotometry technique. For electrochemical studies, voltammetric techniques such as CV, DPV and SWV were performed and the Electrochemical Index (IE) was calculated. The results of ABTS, DPPH and IE indicated significant differences between the 17 samples. A matrix was calculated, comparing the methods, where it was possible to observe a high statistical correlation (c.a 0.6) between them. It was concluded that the cinnamon samples have high antioxidant capacity and the methodologies used are equivalent.

Keywords: Reactive oxygen species, polyphenols, electrochemistry, DPPH, ABTS.

Resumen. Este estudio tuvo como objetivo analizar la capacidad antioxidante en canela comercial (*Cinnamomum* sp.), dada la creciente preocupación por el daño celular de las especies reactivas del oxígeno, así como el deseo de una alimentación saludable y natural, con el objetivo de comparar métodos tradicionales e innovadores para la determinación de la capacidad antioxidante. Los métodos tradicionales realizados fueron la captación del radical libre DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazilo) y la captura del catión del radical ABTS (2,2-azinobis-(3-etilbenzotiazolina-6-sulfonato), Medido por la técnica de espectrofotometría Para los estudios electroquímicos se realizaron técnicas voltamperométricas como CV, DPV y SWV y se calculó el Índice Electroquímico (IE) Los resultados de ABTS, DPPH e IE indicaron diferencias significativas entre las 17 muestras calculadas, comparando los métodos, donde se pudo observar una alta correlación estadística (c.a 0.6) entre ellos. Se concluyó que las muestras de canela tienen alta capacidad antioxidante y las metodologías utilizadas son equivalentes.

Palabras-clave: Especies reactivas de oxígeno, polifenoles, electroquímica, DPPH, ABTS.

1 INTRODUÇÃO

A busca e o consumo de antioxidantes naturais se tornam cada vez mais frequentes, devido à preocupação com os danos celulares provocados pelo estresse oxidativo, caracterizado pelo aumento das espécies reativas de oxigênio (EROS), conhecidas como radicais livres, e a disfunção do sistema antioxidante⁽¹⁾. Os radicais livres podem se apresentar em forma de átomos, grupos atômicos ou moléculas inteiras e possuem um ou mais elétrons não pareados que interagem ou se ligam em moléculas celulares⁽¹⁾.

O metabolismo celular é responsável por grande parte da liberação de EROS no organismo, entretanto, hábitos de vida como ingestão de bebidas alcóolicas, tabagismo, dieta, além de algumas doenças como diabetes *mellitus* e hipertensão arterial sistêmica, contribuem ainda mais para o estresse oxidativo, resultando em lesões como a quebras simples ou duplas no DNA⁽¹⁾.

A alimentação com variedade de frutas, legumes e cereais pode prover ao organismo antioxidantes como o ácido ascórbico, alfa-tocoferol, carotenoides e polifenóis, e que, dependendo do seu tipo de ação, reduzem o dano celular das EROS⁽²⁾. Portanto a função dos antioxidantes presentes nos alimentos é postergar ou controlar processos oxidativos⁽³⁾.

O uso de antioxidantes sintéticos em alimentos ainda é amplamente difundido, podendo ser tanto aplicada diretamente quanto por meio de filme de cobertura, tendo como principais representantes os compostos BHA (hidroxianisol butilado), o BHT (hidroxitolueno butilado), o terciobutil hidroquinona e o galato de propila e são utilizados principalmente para prevenir a oxidação lipídica, aumentando a aceitabilidade e tempo de conservação, porém, cresce o receio da utilização destes, dado a toxicidade e falta de segurança⁽⁴⁾.

A partir da preocupação dos consumidores com a dieta e saúde, a indústria alimentícia anseia métodos naturais de conservação de alimentos, incluindo a classe dos antioxidantes, evitando o desenvolvimento de

características organolépticas desagradáveis conhecidas como *off-flavours* (3). Nesse cenário, várias espécies vegetais ricas nesses compostos são utilizadas como aditivos, como o extrato de alecrim e sálvia, além dos supracitados, tocoferóis e ácidos fenólicos em sua forma isolada⁽⁵⁾. A canela pode ser um excelente substituto, devido a seus metabólitos secundários.

A canela (*Cinnamomum* sp.) é uma planta aromática condimentada, medicinal e utilizada como especiaria, que é tradicionalmente utilizada na alimentação, contendo teor significativo de cinamaldeído e ácido cinâmico, oferecendo propriedades antioxidantes⁽⁴⁾. Além disso, estudos demonstram a eficácia de seu uso como anti-inflamatório, no controle do índice glicêmico, lipídico, na manutenção da pressão arterial e ação antimicrobiana⁽⁶⁾.

A ANVISA definiu por meio da RDC nº 276 de 2005 o conceito de especiarias como produtos compostos por partes de uma ou mais espécies vegetais que incorporem sabor ou aroma tanto a alimentos quanto bebidas, neste contexto a canela é considerada uma especiaria, pois é obtida a partir da extração da casca de pequenas árvores das espécies *Cinnamomum zeylanicum* (canela-do-ceilão) ou *Cinnamomum cassia* (canela-da-china)⁽⁷⁾.

Seu uso também é difundindo como fitoterápico, estando descrita no formulário de fitoterápicos da Farmacopeia Brasileira, pois a canela do ceilão em preparação extemporânea por infusão da casca seca e triturada, pode ser indicada em casos de cólicas, flatulências, e ainda, diarreias leves quando não forem de origem infecciosa⁽⁸⁾.

As especiarias são produtos frequentemente adulterados, uma vez que as produções destes itens ocorram na maioria das vezes, em locais com poucas práticas sanitárias e baixo controle de qualidade, o que aumenta o risco de contaminação com materiais indevidos que, por vezes, são intencionais e visam o lucro, como a adição de produtos com valor econômico menor, sem a clara especificação⁽⁹⁾.

Dado esse grande número de adulterações em especiarias, é demonstrada a necessidade de garantia das propriedades dos produtos que são comercializados. O perigo dessas adulterações é evidente, se tornando necessária vigilância contínua, além de desenvolvimento de métodos analíticos para a detecção⁽¹⁰⁾. A canela também se inclui no rol de produtos adulterados/alterados entre as quais já levaram a proibição da comercialização de lotes industriais pela ANVISA em 2017 por desvio de qualidade e potencial perigo à saúde⁽¹¹⁾.

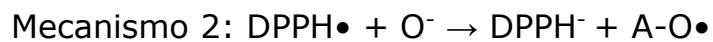
Além das fraudes, é notável que fatores ambientais como a disponibilidade de luz, água, nutrientes, tipo de solo, estação, época, além da forma de colheita e acondicionamento podem alterar significativamente os compostos presentes nas plantas, sejam de metabolismo primário ou secundário e também vão acarretar redução dos componentes disponíveis nutricionalmente, como os antioxidantes⁽¹²⁾, carecendo a análise destes.

Muitos métodos podem ser utilizados para avaliar a capacidade antioxidante de plantas. A eliminação do radical livre 1,1-difenil-2-picrilhidrazil (DPPH), é uma das técnicas mais utilizadas devido sua simplicidade, estabilidade na ausência de luz e aplicabilidade. Desenvolvida por Blois (1958) a técnica utilizava uma molécula similar (α -difenil- β -picrilhidrazil), posteriormente ainda fora alterada por Brand-Williams; Cuvelier; Berset (1995) de forma a simplificar os resultados, e ainda continua sendo frequentemente modificada, especialmente quanto ao uso dos solventes, tempos necessários e absorbâncias de leituras⁽¹³⁾.

O DDPH•, é uma metodologia química de determinação da capacidade antioxidante e age sequestrando os radicais livres, tendo como principais vantagens sua rapidez e estabilidade⁽¹⁴⁾. Moon e Shibamoto (2009), afirmam que o método é um dos mais utilizados na área laboratorial para determinação do teor de antioxidantes de amostras puras ou misturas, sendo usado em até 90% dos estudos⁽¹⁵⁾.

O 1,1-difenil-2-picrilhidrazil (DPPH), é um radical orgânico nitrogenado e possui cor violeta e, a partir da presença de antioxidantes na amostra, pode ocorrer uma mudança na coloração que é possível ser mensurada por meios espectrofotométricos de UV/visível, usualmente em 515 a 520 nm⁽¹³⁾.

As reações a seguir descrevem os mecanismos de ação propostos ao método⁽¹⁶⁾:

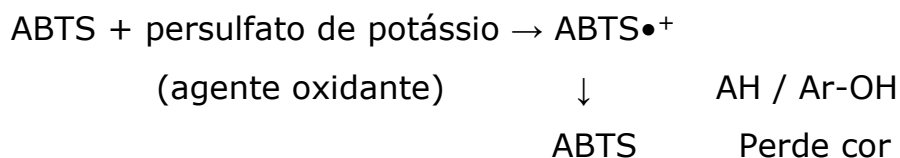


Sendo A o composto antioxidante.

Outras metodologias devem ser utilizadas para avaliar a capacidade antioxidantes como os ensaios de ABTS. A técnica de ABTS•, também conhecida por *Trolox equivalent antioxidant capacity* (TEAC), utiliza o radical livre, sintético, estável, catiônico e cromóforo 2,2-azinobis-(3-etilbenzotiazolina-6-sulfonato) que possui um máximo de absorbância em 414 nm, e assim como o método de DPPH• também utiliza a técnica de espectrofotometria para leitura⁽¹⁷⁾ tendo como vantagem a sua aplicabilidade tanto em fase aquosa, quanto lipídicas⁽¹⁶⁾.

O método é baseado na captura do cátion do radical, que resulta em uma redução na absorbância que é lida de tempos em tempos gerando uma representação gráfica da capacidade antioxidante presente na amostra e sua capacidade de neutralização do composto⁽¹⁴⁾.

O esquema da reação pode ser observado abaixo⁽¹⁶⁾:



Diante da necessidade em reduzir o uso de solventes orgânicos em consonância à química verde, ensaios utilizando outras técnicas também podem ser empregadas a exemplo da voltametria, uma técnica eletroanalítica que mensura os fenômenos elétricos de cinética *redox*, tendo a vantagem de ser comparavelmente mais rápida e de menor custo⁽¹⁸⁾.

Seu funcionamento primário se baseia no uso de eletricidade de forma mensurável como as correntes elétricas e mudanças de potencial, que interagem físico-quimicamente com espécies capazes de reduzir e oxidar. Os fenômenos que acontecem na interface entre eletrodos e uma solução em uma cela eletroquímica, são tidas como dinâmicas, pois existe a presença de correntes elétricas⁽¹⁹⁾. Existem diversas técnicas voltamétricas como a cíclica, de onda quadrada e de pulso diferencial e a escolha da metodologia depende do que se busca analisar, seja qualitativamente ou quantitativamente.

A voltametria cíclica é usualmente utilizada em diversos contextos pois provém dados sobre a termodinâmica, sobre os processos de redução e oxidação, de cinéticas reacionais e ainda de reações acopladas a processos adsorptivos. O processo da voltametria cíclica tem princípio em uma aplicação de um potencial em que nenhuma reação ocorre, variando para regiões catódicas resultando na redução do composto obtendo um pico no voltamograma de forma faradaica, a partir do momento em que se cessa as reações de redução, o potencial é aplicado de forma inversa, oxidando os compostos reversivelmente, gerando um novo pico de corrente e, por ser reversível e de alta velocidade, esta corrente é dada em amperes⁽¹⁹⁾.

As técnicas de pulso são tidas como uma evolução dos métodos voltamétricos devido sua maior sensibilidade, rapidez e resolução de picos em comparação a voltametria cíclica. Este fator é explicado devido ao seu processo baseado na cronoamperometria, logo há uma aplicação de degraus de potencial fixos ou variáveis em função do tempo, de forma a extinguir a corrente capacitiva mais rapidamente que a faradaica, sendo esta, mensurada⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾.

A Voltametria de Onda Quadrada (SWV – do inglês square-wave) é considerada tão sensível quanto a voltametria de pulso diferencial, mas pode ser considerada próxima as metodologias tradicionais como a cromatografia se tratando de limites de detecção⁽²⁰⁾. Para tal, a corrente é amostrada na varredura direta e reversa, de forma a minimizar a

contribuição da corrente capacitiva e obtendo um voltamograma das correntes pelo potencial aplicado⁽¹⁹⁾.

Por sua vez, a voltametria de pulso diferencial utiliza-se de pulsos fixos de potencial crescente, com duas medições, uma antes da aplicação do pulso e outra ao finalizar o pulso gerando um voltamograma de forma gaussiana proporcional a concentração do analito⁽¹⁹⁾.

As técnicas voltamétricas vêm sendo cada vez mais utilizadas no processo de determinação de capacidade antioxidante em especial com amostras de drogas vegetais. Estudos demonstraram a correlação entre as técnicas tradicionais de determinação de capacidade antioxidante e as voltametrias⁽²¹⁾. Leite e colaboradores (2018), analisaram o processo *redox* em diferentes extratos secos, obtendo resultados comparáveis entre a voltametria e metodologias tradicionais⁽¹⁸⁾.

O presente estudo tem como objetivo avaliar o perfil e a capacidade antioxidante de diferentes amostras de *Cinnamomum sp.* por meio das técnicas de voltametria, DPPH e ABTS e compará-las, caracterizando os processos *redox*, bem como promover o controle da qualidade de especiarias, além de estimular o uso de extratos de canela como conservante antioxidante em preparações alimentícias.

2 METODOLOGIA

2.1 Reagentes e Padrões

As soluções foram preparadas com pureza analítica, utilizando água destilada Milli-Q (condutividade $\leq 0,1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, já os demais reagentes e padrões, como resveratrol, ácido gálico, etanol, padrões para DPPH e ABTS, foram obtidos da Sigma Alderich Chemical Co.

2.2 Amostras e Preparo

As amostras de canela em pó foram obtidas principalmente de forma local (Goiânia, Goiás), todavia existiam exemplares da Costa Rica, Espanha, Estados Unidos, Grécia e Portugal, sendo preparadas em soluções hidroalcoólicas (água e etanol), com 100 mg de canela em pó, para cada 10 mL de solventes, seguindo as seguintes proporções 100:0, 70:30, 50:50, 30:70 e 0:100, respectivamente, com conseguinte agitação em vórtex por 1 minuto, ultrassom Limp Sonic[®] por 10 minutos e centrifugação a 2500 rpm por 5 minutos em Spinlab[®].

2.3 Ensaio de eliminação do radical DPPH

As soluções para a análise de DPPH foram obtidas a partir de 2,7 mL do radical DPPH com 0,3 mL de etanol, onde a absorbância lida a 517 nm foi a.c. 0,7. Sendo o álcool (0,3 mL) substituído pelas amostras de extratos e pelos padrões realizadas posteriormente.

As análises foram realizadas em triplicata. A atividade antioxidante foi expressa em IC50 conforme indicado na Equação 1, onde 50% da solução da amostra é capaz de produzir descoloração em relação ao controle branco (etanol) após cinco minutos de transferência da alíquota da amostra para o radical DPPH. As amostras foram analisadas em uma cubeta de caminho óptico de 1 cm em temperatura ambiente.

$$\% \text{ AA} = [(\text{ADPPH} - \text{Atest}) / \text{ADPPH}] \times 100$$

2.4 Ensaio de eliminação do radical ABTS

Para o ensaio de eliminação de radical de ABTS, foram preparadas solução de persulfato de potássio de 140 mM em água, com uma solução de ABTS 7 mM em água, onde 5 mL da solução ABTS foram adicionadas para cada 84 µL da solução de persulfato de potássio, com subsequente repouso no escuro por 16 horas. A solução foi lida em 734 nm, com absorvância de a.c 0,7.

As análises foram conduzidas pela adição de 0,3 mL do extrato etanólico ao tubo de ensaio contendo 2,7 mL de radical ABTS. Todos os testes foram realizados em triplicata. A porcentagem de decaimento foi calculada pela Equação 2:

$$\% AA = (A_{ABTS} - A_{test}) / A_{ABTS} \times 100 \quad (3)$$

Onde a porcentagem de atividade antioxidante (%AA), é calculada pela absorvância da solução com o radical formado sem a presença de uma amostra (A_{ABTS}) e A_{test} é a absorvância observada na presença do radical com o analito. Assim, o IC₅₀ é a quantidade de extrato em g/mL das amostras testadas necessária para diminuir a concentração inicial de ABTS em 50%.

2.5 Ensaio eletroquímicos

Os experimentos voltamétricos foram realizados em potenciostato/galvanostato µAutolab III® integrado ao software NOVA 2.1 (Metrohm). Sendo mensurada em célula eletroquímica de compartimento único de 5 mL com um sistema de 3 eletrodos, portando um eletrodo de pasta de carbono, um eletrodo Ag/AgCl/KCl sat 3M e um fio de platina (adquirido em soluções de laboratório, São Paulo, Brasil), representando o eletrodo de trabalho, referência e auxiliar, respectivamente.

As condições experimentais para CV foram: faixa de varredura de 0 a 1 e taxa de varredura de 100 mV.s⁻¹. Para o SWV foram: amplitude de pulso de 50 mV, com frequência de 50 Hz e aumento de potencial de incremento 2 mV, correspondendo a uma taxa de varredura de 100 mV.s⁻¹. Para a DPV,

ss condições foram: amplitude de pulso de 50 mV, largura de pulso de 0,5 s e taxa de varredura de 10 mV.s⁻¹. Os voltamogramas DPV tiveram linha de base corrigidos e todos os dados foram analisados e tratados no software Origin 8.0[®].

Os experimentos foram feitos à temperatura ambiente (21 ± 1 ° C) em triplicata (n = 3) utilizando como eletrólito principal a solução tampão fosfato 0,1 M pH 7,0.

2.6 Índice Eletroquímico (EI)

O índice eletroquímico (do inglês, *electrochemical index*), foi calculado pela seguinte equação:

$$EI = \sum_{i=1}^n \frac{I_{pan}}{E_{pan}}$$

e leva em consideração os principais parâmetros voltamétricos, como potencial de pico anódico (E_{pa}) e corrente de pico anódico (I_{pa}). Com base no fato de que em E_{pa} mais baixa, a capacidade de doação de elétrons é maior (parâmetro termodinâmico) e quanto maior o I_{pa} (parâmetro cinético), maior o número de espécies eletroativas.

2.7 Estudo Estatístico

Os ensaios eletroquímicos e espectrofotométricos foram avaliados utilizando o software estatístico Origin 9.0. Uma matriz de correlação foi desenvolvida para os estudos de potencial antioxidante para ABTS, DPPH, e EI.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Extração com solventes

A composição complexa de compostos da canela necessita de diferentes tipos de solventes para extração, tanto polar quanto apolar. O etanol foi escolhido corroborando com a literatura⁽¹⁸⁾⁽²²⁾, uma vez que apresenta solubilidade em meio aquoso e em fase orgânica⁽²³⁾.

Para a extração dos compostos polifenólicos e demais antioxidantes, foram utilizados uma mistura de água e etanol (A/E), nas concentrações (v/v) de 100:0, 70:30, 50:50, 30:70, e 0:100, por meio de um pool amostral que foi submetido a DPV em cada concentração, sendo selecionado a proporção de 30:70 A/E pois o EI relativo as concentrações 4 e 5 dos estudos de solvente não demonstraram diferenças estatísticas relevantes (Tabela 1), prosseguindo os experimentos com esta concentração.

Quadro 1. Estudo dos solventes para canela.

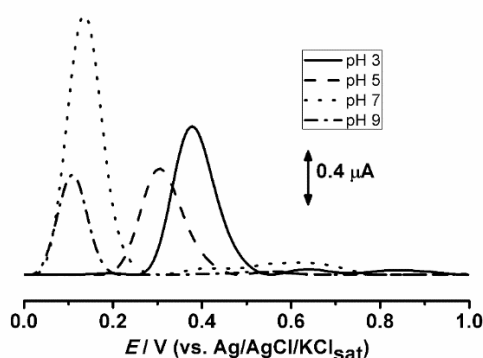
Concentração	1	2	3	4	5
A/E	100:0 (v/v)	70:30 (v/v)	50:50 (v/v)	30:70 (v/v)	0:100 (v/v)
EI ($\mu\text{A/V}$) *	38.62 \pm 28.4	50.17 \pm 5.9	45.64 \pm 46.5	57.33 \pm 4.6	59.24 \pm 24.2

A: percentual de água / E: percentual de etanol

*Média dos valores \pm RSD

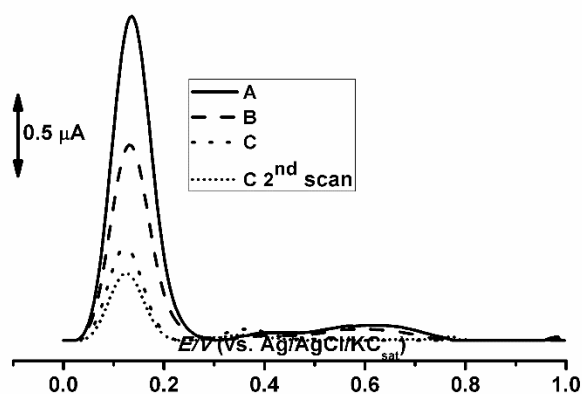
Estudos eletroquímicos

Voltametria de pulso diferencial com pasta de carbono foi realizada com um pool amostral em distintos pHs (3,0; 5,0; 7,0 e 9,0). De acordo com a figura 1, a melhor faixa de pH foi demonstrada em pH 7,0 sendo o pico mais resolutivo no teste voltamétrico, o qual indica melhor capacidade de oxidação dos compostos polifenólicos.

Figura 1. Estudo de pH para amostras de canela em voltametria.

Parâmetros como pH, temperatura e tipos de solventes interferem na extração dos compostos fenólicos, Estudos validam melhores extrações de polifenóis a pH próximos de 7,0⁽²⁴⁾⁽²⁵⁾.

A DPV foi utilizada de forma a possibilitar a análise das reações de oxidação⁽²⁶⁾ nas amostras, as quais foram escolhidas A, B e C, obtidas no Paraná (BRA), Goiás (BRA) e Lisboa (PRT) respectivamente, representando os maiores, medianos e menores resultados em intensidade de pico, conforme apresentado na figura 2.

Figura 2. Voltametria de pulso diferencial (DPV)

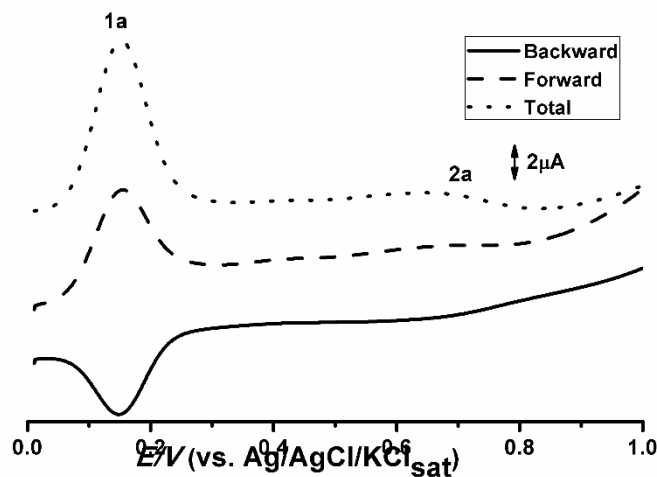
As amostras demonstraram perfil semelhante quanto ao surgimento de picos, uma vez que a DPV permite, entre outros aspectos, a caracterização das espécies⁽¹⁹⁾, demonstrando que as amostras possuem composição similares, todavia, com diferentes capacidades antioxidantes.

É possível analisar picos anódicos c.a. $E_{pa}=0,1$ V, presente em todas as amostras em diferentes potenciais. Os picos abaixo de 0,2 V evidenciam presença de compostos polifenólicos⁽²⁷⁾, e são reportados como compostos reversíveis de oxidação⁽²⁸⁾. Um segundo pico anódico é observado de forma discreta entre 0,6 e 0,7 V, onde se demonstra a presença de outro grupo de compostos polifenólicos como o ácido ferúlico⁽²⁸⁾.

Seguindo os princípios da equação de Cottrell⁽²⁹⁾, o pico anódico é proporcional a concentração das amostras, sendo possível considerar as amostras A, B e C, tendo a maior, média e menor concentração de compostos antioxidantes, respectivamente.

Utilizando a voltametria de onda quadrada, foi possível determinar o processo *redox* de forma reversível para o pico $E_{pa1} = 0,1$ V em todas as amostras utilizadas, seguindo critérios de reversibilidade⁽³⁰⁾. Ainda é possível observar demais picos formados como em 0,4V e 0,6-0,7 V, que reforçam a presença de outros compostos antioxidantes⁽²⁸⁾, a figura 3 apresenta a amostra com melhor resolutividade durante os testes.

Figura 3. Voltametria de Onda Quadrada (SWV)



Ensaio espectrofotométricos

A capacidade antioxidante também foi avaliada por métodos tradicionais de DPPH e ABTS para todas as amostras. A tabela **1** apresenta a porcentagem de descoloração para os testes de sequestro de radicais ABTS e DPPH e o índice eletroquímico das amostras avaliadas.

Tabela 1. Porcentagem de descoloração do sequestro radicalar do ABTS e DPPH e EI das amostras.

Amostra	ABTS (% de descoloração)	DPPH (% de descoloração)	EI ($\mu\text{A/V}$)
1	96.73	67.20	7.77
2	69.86	62.60	6.13
3	80.64	65.42	11.86
4	94.05	74.30	6.07
5	88.74	70.55	7.37
6	90.52	73.85	7.37
7	97.55	79.03	12.84
8	95.05	83.29	8.80
9	97.02	77.86	9.14
10	75.92	60.91	6.20
11	96.42	71.63	9.47
12	47.33	41.78	4.73
13	92.71	81.89	8.37
14	68.67	51.11	3.39
15	72.39	41.69	4.93
16	82.32	51.58	4.98
17	87.13	59.10	6.68

A amostra 7 apresentou melhores resultados para os testes de ABTS e EI, além de uma alta porcentagem em relação as demais no teste de DPPH, sendo, portanto, a amostra com maior capacidade antioxidante entre as analisadas. Por outro lado, a amostra 12 apresentou dados inferiores, demonstrando a variação do potencial antioxidante presente entre as amostras comerciais, enfatizando a importância da boa escolha dos produtos consumidos. Em um ensaio realizado por Mathew e Abraham (2006), amostras de canela foram submetidas aos testes de DPPH e ABTS, onde foram obtidas descolorações próximas comparadas a concentração utilizada neste estudo⁽³¹⁾.

A partir da média amostral, conseguinte a tratamento de dados estatísticos, foi obtida uma matriz de correlação entre os testes realizados, indicado no quadro 2.

Capacidade antioxidante

Quadro 2. Matriz de correlação de DPPH, ABTS e Índice Eletroquímico para as amostras de canela.

	ABTS	DPPH	EI
ABTS	1,00	0,83	0,62
DPPH	0,83	1,00	0,70
EI	0,62	0,70	1,00

As análises de DPPH e ABTS foram realizadas em todas as amostras, com tratamento a partir da média amostral, conseguinte o tratamento de dados estatísticos afim de obter a matriz de correlação entre os testes realizados, onde, quanto mais próximo de 1, mais correlacionado.

Os testes espectrofotométricos para avaliação da capacidade antioxidante ABTS e DPPH apresentaram alta correlação estatística (c.a. 0,8). De forma semelhante, ao analisar entre as metodologias tradicionais espectrofotométricas e o índice eletroquímico, é possível observar compatibilidades nas induções dos processos *redox*, justificados pela correlação próxima a 0,7.

4 CONCLUSÃO

O presente artigo avaliou a capacidade antioxidante em amostras comerciais de canela por meio de duas metodologias tradicionais (DPPH E ABTS) em comparação a uma alternativa (Voltametria). Dado ao crescimento da preocupação do dano celular das ROS e da alimentação saudável, a determinação deste parâmetro auxilia na escolha dos consumidores, bem como a indústria alimentícia a utilizar fontes naturais de antioxidantes ao invés dos habituais produtos sintéticos adicionados aos alimentos.

A extração dos componentes presentes nas amostras de canela foi realizada com solução hidroalcolica (A/E) 30:70 e pH 7, a escolha desses

parâmetros são essenciais para melhor disponibilidade dos compostos polifenólicos na análise. Os resultados dos estudos espectrofotométricos e voltamétricos indicaram a amostra 7 para maior capacidade antioxidante e a amostra 12 como amostra menos potente, indicando que ocorre variação expressiva dos produtos comerciais.

Os métodos tradicionais espectrofotométricos e o índice eletroquímico calculado apresentaram resultados semelhantes para cada amostra, com variação significativa entre elas, reforçando a necessidade do controle de qualidade de drogas vegetais, tal qual a melhoria nas opções comerciais da especiaria.

Utilizando as voltametrias empregadas (DPV e SWV), os picos encontrados indicam a presença de compostos antioxidantes, como o ácido ferúlico e revelam a capacidade antioxidante de forma reversível nos processos *redox* demonstrando, ainda, uma alta capacidade antioxidante.

É possível notar que as diferentes metodologias utilizadas na confecção deste estudo, apresentam similaridades ao que tange a determinação da capacidade antioxidante dos compostos presentes na canela.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Vasconcelos TB, Cardoso ARNR, Josino JB, Macena RHM, Bastos VPD. Radicais livres e antioxidantes: proteção ou perigo? UNOPAR Cient. Ciênc. Biol. 2014;16(3):213-126.
2. Finley JW, et al. Antioxidants in Foods: State of the Science Importante to the Food Industry. J. Agric. Food Chem. 2011;59:6837-6846.
3. Soares DJ, Tavares TM, Brasil IM, Figueiredo RW, Sousa PHM. Processos Oxidativos na Fração Lipídico de Alimentos. Bol. Centro de Pesqui. de Process. Alimen.. 2012;30:263-272.
4. Singh G, Maurya S, deLampasona MP, Catalan CAN. A comparison of chemical, antioxidant and antimicrobial studies of cinnamon leaf and bark volatile oils, oleoresins and their constituents. Food Chem. Toxicol. 2007;45:1650-1661.
5. Ramalho VC, JORGE N. Antioxidantes utilizados em óleos, gorduras e alimentos gordurosos. Qim. nova. 2006;29:755-760.
6. Kawatra, P e Rajagopalan, R. Finnamon: mystic powers of a minute ingredient. Pharmacognosy Res. 2015;7:1-7.
7. Ministério da Saúde; Agência Nacional de Vigilância Sanitária. RDC nº 276 - Regulamento Técnico para especiarias, temperos e molhos. Brasília (Brasil):Ministério da Saúde; 2005.
8. Ministério da Saúde. Formulário Nacional da Farmacopeia Brasileira. Brasília:Editora Anvisa; 2021.
9. Melo, MCS. Análise de adulteração da Cúrcuma longa L. em pó comercializada em Campina Grande - PB e Pocinhos - PB. Res., Soc. Dev. 2021;7.
10. Cantarelli MA, Moldes CA, Marchevsky EJ, Camina SM, Azcarate JM. Low-cost analytic method for the identification of Cinnamon adulteration. Microchem. J. 2020;159:1-6.

-
11. Resolução-RE nº 256 de 02 de fevereiro de 2017. Diário Oficial da União (Brasília), 2017 Fev 02.
 12. Sousa RF, Sousa JA. Metabolismo secundário associados a estresse hídrico e suas funções nos tecidos vegetais. Rev. Bras. Ges. Ambien. 2017:11.
 13. Oliveira, GLS. Determinação da capacidade antioxidante de produtos naturais in vitro pelo método do DPPH: estudo de revisão. Rev. Bras. Pl. Med. 2015:17:36-44.
 14. Sucupira NR, Silva AB, Pereira G, Costa JN. Métodos para determinação da atividade antioxidante de frutos. UNOPAR Cient. Ciênc. Biol. Saúde. 14, 2012:14:263-269.
 15. Moon JK, Shibamoto T. Antioxidant assays for plant and food components. J Agric Food Chem. 2009:57:1655-1666.
 16. Schaich KM, Tian X, Xie J. Hurdles and pitfalls in measuring antioxidant efficacy: A critical evaluation of ATBS, DPPH, and ORAC assays. J. Funct. Foods. 2015:14:111-125.
 17. Opitz SEW, et al. Understanding the effects of roasting on antioxidant components of coffee brews by coupling on-line ABTS assay to high performance size exclusion chromatography. Phytochem. anal. 2016:28:106-114.
 18. Leite KCQ, et al. Antioxidant activity evaluation of dried herbal extracts: na electroanalytical approach. Rev. Bras. Farmacogn. 2018:28:325-332.
 19. Pacheco WF, Semaan FS, Almeida VGK, Ritta AGLS, Aucélio RQ. Voltamétrias: uma breve revisão sobre os conceitos. Rev. Virtual Quim. 2013:5:516-537.
 20. Souza D, Machado SAS, Avaca LA. Voltametria de onda quadrada. Primeira parte: aspectos teóricos. Quím Nova. 2003:1:81-89.

-
21. Raymundo MS, Paula MMS, Franco C, Fett R. Quantitative determination of the phenolic antioxidants using voltammetric techniques. *Food Sci. Technol.* 2007;40:1133-1139.
 22. Pashazadeh, B, et al. Optimization of the pulsed electric field- assisted extraction of functional compounds from cinnamon. *Biocatal. Agric. Biotechnol.* 19, 2019.
 23. Martins CR, Lopes WA, Andrade, JB. Solubilidade das substâncias orgânicas. *Quím. Nova.* 2013;36:1248-1255.
 24. Souza-Sartori JÁ, Scalise C, Baptista AS, Lima RB, e Aguiar CL. Parâmetros de influência na extração de compostos fenólicos de partes aéreas da cana-de-açúcar com capacidade antioxidante total. *Biosci. J.* 2013, Vols:29:297-307.
 25. Rodrigues S, Pinto GAS, Fernandes FAN. Optimization of ultrasound extraction of phenolic compounds from coconut (*Cocos nucifera*) shell powder by response surface methodology. *Ultrason. Sonochem.* 2007;15:95-100.
 26. Troiani EP. Desenvolvimento de eletrodo modificado com filme de poli(1-aminoantraceno) para determinação de dopamina em formulação farmacêutica [dissertation]. São Carlos: Departamento de Química/UFSCar; 2007. 99p.
 27. Rebelo MJ, Rego R, Ferreira M, Oliveira MC. Comparative study of the antioxidant capacity and polyphenol content of Douro wines by chemical and electrochemical methods. *Food Chem.* 2013;141:566-573.
 28. Benjamin SR, et al. Electroanalysis for Quality Control of Acerola (*Malpighia emarginata*) Fruits and their Commercial Products. *Food Anal. Methods.* 2014.
 29. Myland JC, Oldham KB. Cottrell's equation revisited: an intuitive, but unreliable, novel approach to the tracking of electrochemical diffusion. *Electrochem. Commun.* 2004;6:344-350.

-
30. Manaia, MAN. Mecanismos Redox Relativos à Actividade Antioxidante de Sistemas Fenólicos [dissertation]. Coimbra: Departamento de Química/Universidade de Coimbra; 2011. 89p.
31. Mathew S, Abraham TE. Studies on the antioxidant activities of cinnamon (*Cinnamomum verum*) bark extracts, through various in vitro models. *Food Chem.* 2006;94:520-528.
32. Kim GH, Kim JE, Rhie SJ, Yoon S. The role of oxidative stress in neurodegenerative diseases. *Exp. Neurol.* 2015:24.

7 ANEXO

Submissões

A revista não está aceitando submissões neste momento.

Condições para submissão

Como parte do processo de submissão, os autores são obrigados a verificar a conformidade da submissão em relação a todos os itens listados a seguir. As submissões que não estiverem de acordo com as normas serão devolvidas aos autores.

- ✓ A contribuição é original e inédita, e não está sendo avaliada para publicação por outra revista; caso contrário, justificar em "Comentários ao Editor".
- ✓ Os arquivos para submissão estão em formato Microsoft Word, OpenOffice ou RTF (desde que não ultrapasse os 2MB)
- ✓ Todos os endereços de páginas na Internet (URLs), incluídas no texto (Ex.: <http://www.ibict.br>) estão ativos e prontos para clicar.
- ✓ O texto segue os padrões de estilo e requisitos bibliográficos descritos em [Diretrizes para Autores](#), na seção Sobre a Revista.
- ✓ O trabalho apresentado possui resumo contendo no máximo 200 palavras e apresenta-se nas versões: Português, inglês e espanhol. Com estrutura preconizada nas Diretrizes para Autores.
- ✓ O manuscrito foi escrito com letra tipo Verdana, tamanho 12, com espaçamento 1,5 cm entre linhas em todo o texto; empregando itálico ao invés de sublinhar (exceto em endereços URL);
- ✓ As tabelas, figuras e fotos encontram-se em documento separado do manuscrito e será inserido como documentos suplementares, em documento único, separados por "quebra de página".

- ✓ O manuscrito foi escrito com letra tipo Verdana, tamanho 12, com espaçamento 1,5 cm entre linhas em todo o texto; empregando itálico ao invés de sublinhar (exceto em endereços URL);
- ✓ As tabelas, figuras e fotos encontram-se em documento separado do manuscrito e será inserido como documentos suplementares, em documento único, separados por "quebra de página".
- ✓ A identificação de autoria deste trabalho foi removida do arquivo e da opção Propriedades no Word, garantindo desta forma o critério de sigilo da revista, caso submetido para avaliação por pares (ex.: artigos), conforme instruções disponíveis Assegurando a Avaliação por Pares Cega.
- ✓ A lista de indicação de avaliadores (Mínimo 5) foi inserida na última página do manuscrito
- ✓ Todas as informações prestadas pelo autor estão condizentes com o manuscrito que será anexado. No caso de detecção de informações inverídicas o artigo será recusado em primeira análise.

O presente trabalho de conclusão de curso, seguiu as normas da Revista Eletrônica de Farmácia (REF), que podem ser conferidas na integra no [sítio eletrônico: https://revistas.ufg.br/index.php/REF/about/submissions#authorGuideline](https://revistas.ufg.br/index.php/REF/about/submissions#authorGuideline) S.