



11º CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS

16 a 20 de Outubro de 2011
Campos do Jordão - SP

TERMOPOLIMERIZAÇÃO DO ÓLEO DE MORINGA *oleifera*

Tânia M. S. Melo^{1*}, Kátia M. Novack¹, Cristiano Leandro¹

Departamento de Química - UFOP, Campus Morro do Cruzeiro, Ouro Preto – MG

*tania@iceb.ufop.br

Resumo: Fica cada vez mais claro, tanto para a sociedade como para a comunidade científica, que é preciso achar alternativas que diminuam o uso de materiais poliméricos que causam danos ao meio ambiente. Um dos caminhos para minimizar os problemas ambientais relacionados ao uso de polímeros é tentar torná-los rapidamente degradáveis. Neste estudo foi obtido um material de aparência polimérica através do aquecimento do óleo vegetal extraído das sementes de *Moringa oleifera*. O produto resultante constitui uma alternativa interessante na obtenção de materiais poliméricos que podem apresentar características biodegradáveis, sendo oriundo de uma fonte renovável e de baixo custo. O óleo de moringa foi escolhido para a reação de termopolimerização pois apresenta um alto teor de ácidos graxos insaturados, sendo o seu principal constituinte o ácido oléico. As amostras foram caracterizadas por FTIR, RMN e GPC. Foi obtido um material de aspecto polimérico, maleável, com alta viscosidade, apresentando certa elasticidade, baixa cristalinidade e sem nenhum odor desagradável.

Palavras-chave: termopolimerização, polímeros biodegradáveis, óleo vegetal, *Moringa oleifera*

Thermal Polymerization of Moringa oleifera oil

Abstract: It is increasingly clear both for society and the scientific community, that is necessary to find alternatives to reduce the use of polymeric materials because of their damage to the environment. One way to minimize the environmental problems related to the use of polymers is try to make them quickly degradable. In this study it was obtained a material with polymeric appearance derived from heating of the vegetable oil extracted from seeds of *Moringa oleifera*. The resulting product is an interesting alternative to obtain polymeric materials that may have biodegradable characteristics, coming from a renewable source and low cost. Moringa oil can be used since it has a high content of unsaturated fatty acids, and its main constituent oleic acid. All samples were characterized by FTIR, NMR and GPC. It was obtained a polymeric material, malleable, high viscosity, with some elasticity, low crystallinity and no unpleasant odor.

Keywords: thermal polymerization, biodegradable polymer, vegetable oils, *Moringa oleifera*

Introdução

Nas últimas décadas, os problemas ambientais têm se tornado cada vez mais críticos e frequentes, principalmente devido ao aumento populacional e ao consumo de produtos poliméricos que causam grande impacto ao meio ambiente. A população vem desenvolvendo uma consciência ambiental, manifestando preocupações com o descarte de materiais que não são biodegradáveis. Dentro deste contexto, pesquisadores vêm tentando desenvolver produtos que agridam menos o meio ambiente. A polimerização de óleos vegetais pode ser uma solução, onde as estruturas desses óleos apresentam uma organização molecular que confere aos compostos poliméricos uma fonte renovável, de baixo custo e com alto potencial de biodegradabilidade [1,2]. Devido a essas considerações, o objetivo do presente estudo é utilizar o óleo vegetal extraído das sementes da



Moringa oleifera para a obtenção de um polímero natural. A *Moringa oleifera* pertence à família Moringaceae. Nativa do Norte da Índia cresce atualmente em vários países dos trópicos. O óleo extraído das sementes, conhecido como *ben oil*, já apresentou diversos usos. As sementes de *M. oleifera* contêm cerca de 40% de óleo com um conteúdo de ácidos graxos do tipo ácido oléico da ordem de 73%, ou seja, um ácido graxo insaturado passível de sofrer polimerização, fornecendo um óleo do mesmo nível de qualidade do azeite de oliva [3].

Na literatura são relatados poucos experimentos que utilizam óleos vegetais como matéria prima para a obtenção de polímeros, através da termopolimerização sem adição de qualquer aditivo [4]. Isso evidencia que a polimerização por aquecimento de óleos vegetais foi, até hoje, muito pouco explorada. Portanto, esse trabalho tem como foco a polimerização do óleo vegetal por meio de aquecimento sem adição de qualquer catalisador, visando a obtenção de compostos menos poluentes.

Materiais e Métodos

A) Extração do óleo

As sementes de *Moringa oleifera* foram obtidas em Patos, Paraíba-Brasil. O óleo foi extraído em um extrator de Soxhlet, usando hexano como solvente, por um período de 8 horas. Após extração o solvente foi rotaevaporado. O óleo foi mantido sob refrigeração (0-5° C) até o momento do uso.

B) Caracterização do óleo extraído

Determinou-se as características físicas e químicas do óleo de acordo com a AOCS[5]. O óleo também foi caracterizado através de análises espectroscópicas no FTIR e RMN H^1 e C^{13} . A análise cromatográfica foi realizada utilizando um cromatógrafo gasoso SHIMADZU GCMS-QP5050A equipado com uma coluna capilar DB5 (30m x 0,25mm x 0,25 μ m), após preparação dos respectivos ésteres. A solução de referência continha padrões de quinze ésteres metílicos.

C) Aquecimento do óleo de moringa

Para obtenção do polímero foram utilizados cerca de 50 mL de óleo sem qualquer preparação adicional. O óleo foi transferido para um béquer de 500 mL, aquecido em uma estufa,



mantida a uma temperatura de 190°C. O tempo de aquecimento foi de oito horas diárias, durante 10 dias, com um intervalo de resfriamento nunca inferior a 12 horas entre um aquecimento e outro. Durante o experimento, nenhum composto adicional foi colocado no óleo. Todo procedimento foi repetido e confirmado.

D) *Caracterização do óleo após aquecimento*

O material obtido foi caracterizado quanto aos seus aspectos morfológicos macroscópicos e através de análises espectroscópicas no FTIR, RMN H^1 e C^{13} e XRD. *Análise de difração de raios X (DRX)*: As análises de Difração de Raios-X foram realizadas nas amostras após aquecimento. Foi utilizado um aparelho da Shimadzu, modelo XRD-6000, equipado com tubo de ferro e monocromador de grafite. As amostras foram analisadas na região de 5-65° (2θ) e velocidade de 2°min⁻¹ (Laboratório de Difractometria de Raios-X - DEQUI/ICEB/UFOP). *Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)*: Os espectros de infravermelho foram determinados utilizando pastilha de KBr, em espectrofotômetro IV Nicolet 380 FTIR, Modelo Thermo Scientific e com o programa ezomnic, (Departamento de Química, UFMG). *Análise por ressonância magnética nuclear de hidrogênio-1 e carbono-13*: Os espectros de RMN de H^1 e RMN de C^{13} foram registrados no espectrômetro BRUKER AVANCE DPX/200 (Departamento de Química, UFMG). Como referência interna foi utilizado o tetrametilsilano.

Resultados e Discussão

O rendimento médio de cada extração do óleo foi de 40%. O óleo de *M. oleifera* apresentou uma coloração amarelo-pálido, inodoro e resistente à rancificação. As características físicas e químicas do óleo foram determinadas e se enquadram nos relatos da literatura referentes às sementes de Moringa, plantadas em solos não brasileiros [6,7]. Destaca-se o índice de iodo (62,18) que confirma a presença de insaturação. Na cromatografia gasosa foram identificados os seguintes ácidos graxos no óleo bruto de moringa (com as respectivas percentagens): palmítico 16:0 (9.61), palmitoléico 16:1 (2.78), esteárico 18:0 (8.70), oléico 18:1 (66.26), 9-nonadecanóico 19:1 (2.52), araquídico 20:0 (3.59), behênico 22:0 (5.39) e lignocérico 24:0 (1.17%). Através da cromatografia gasosa constatou-se que o óleo de *M. oleifera* apresentou alta percentagem em ácidos graxos



insaturados, com predominância do ácido oléico, conservando suas propriedades após a extração, sem ocorrência de oxidação significativa. Em virtude do óleo de moringa apresentar um índice de iodo (62,18) e uma predominância de ácidos graxos insaturados, sua constituição o torna capaz de sofrer polimerização. Após o aquecimento do óleo, o material obtido apresentou cor castanha escura, aspecto maleável, na forma de um gel com alta viscosidade, com aparência elástica e sem odor desagradável. As Fig. 1 e 2 mostram, respectivamente, o óleo *in natura* e o composto final formado, após o processo de aquecimento.



Figura 1. Fotografia do óleo de moringa *in natura*



Figura 2. Fotografia do óleo de Moringa após termopolimerização

Na Fig. 3 são apresentados os espectros de infravermelho do óleo de moringa no instante 0h e após 80 horas de aquecimento.

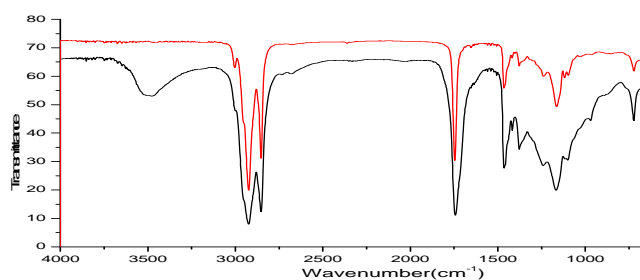


Figura 3- Espectro de infravermelho do óleo de moringa: vermelho= 0 h; preto= 80 h

Nos dois espectros pode ser observado uma banda de forte intensidade próxima a 1740 cm^{-1} , atribuída à deformação axial de carbonila de éster e uma segunda banda, também intensa e que comprova a existência da primeira, entre $1000\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$, referente à deformação axial assimétrica da ligação C-C-O. As posições relativas das bandas são consistentes com as previstas pela literatura para óleos [8]. Analisando os espectros é possível identificar as seguintes bandas de absorção que



também são comuns às duas substâncias: 2924, 2853, 1465, 1376 e 722 cm^{-1} . Entretanto, observa-se algumas modificações, como o aparecimento de uma banda larga em 3474,27 cm^{-1} e o desaparecimento da banda em 3004,11 cm^{-1} no espectro do material de aparência polimérica. Acredita-se que essas alterações estejam relacionadas com o grau de polimerização do óleo e a diminuição sistemática das ligações duplas ($\sim 3004 \text{ cm}^{-1}$) e a banda entre 3000 e 3500, onde se tem uma banda larga referente aos grupos hidroxila, decorrentes da hidrólise dos triacilgliceróis que pode ter ocorrido neste processo, resultando na liberação de ácidos graxos, glicerina, mono e diglicerídeos [9].

A Fig.4 mostra o difratograma do óleo após 80h de aquecimento. Pode ser verificado um pico em torno de $2\theta = 25^\circ$, o que evidencia a formação de um material com baixa cristalinidade. Esse pico pode ser uma confirmação da formação de um material de cadeias mais ordenadas, após o aquecimento do óleo, produzindo um material com aspecto de gel, um indicativo do aumento do seu peso molecular.

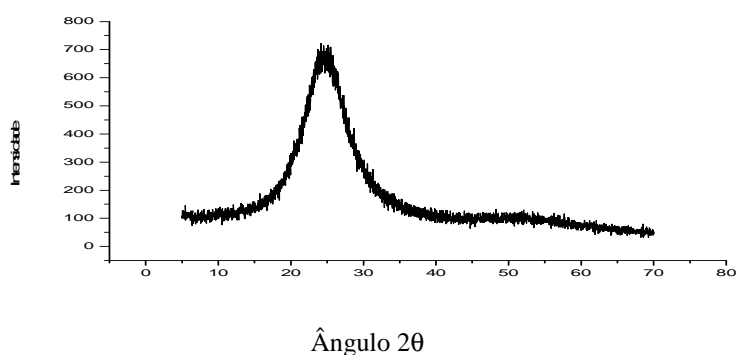


Figura 4. Difração de raios-X do óleo *após aquecimento*

Por meio da RMN de H^1 foi possível observar no espectro do óleo após aquecimento uma clara diminuição dos sinais, principalmente em relação aos prótons olefínicos ($\delta \sim 5,3 \text{ ppm}$) e de prótons vizinhos do sistema π ($\delta \sim 1,99 \text{ ppm}$), devido à possível polimerização das ligações duplas. Este fato decorre porque o grau de insaturação do óleo é sensivelmente afetado pelo aquecimento, pois diminui a intensidade dos hidrogênios olefínicos. Foi possível observar também o aparecimento de um sinal ($\delta 3,7 \text{ ppm}$) que pode ser atribuído a hidrogênios metilênicos do glicerol, confirmando a



hidrólise. No espectro de RMN de C^{13} observou-se uma diminuição no número de sinais dos carbonos olefínicos (δ 129,6 ppm) e o aparecimento de um sinal (δ 64,9 ppm) referente ao carbono do grupo metilênico do glicerol, confirmando a ocorrência de hidrólise dos triacilgliceróis. A diminuição dos sinais relativos aos prótons olefínicos e a diminuição no número de sinais dos carbonos olefínicos sugerem a ocorrência de polimerização do óleo de moringa.

Conclusões

O aquecimento do óleo de Moringa *oleifera* produziu um material de aspecto polimérico, na forma de um gel com alta viscosidade e elasticidade aparente. O desaparecimento da banda em $3004,11\text{ cm}^{-1}$ no espectro de FTIR da amostra aquecida pode ser um indicativo da formação do polímero. A diminuição dos sinais relativos aos prótons olefínicos e carbonos olefínicos sugerem a formação de cadeias poliméricas a partir do aquecimento do óleo de Moringa *oleifera*.

Agradecimentos: Os autores agradecem à FAPEMIG, PROPP e CNPq.

Referências Bibliográficas

1. Antunes, MC; Felisberti, MI, in anais do Simpósio Internacional Sobre Polímeros e Composto Naturais, São Paulo , V.2004, 100-102.
2. Botelho, Ec; Rezende, Mc. Polímeros, 2001, 12, n.3, 2002.
3. Anwar, F; Bhangar, M.I. *J. Agric. Food Chem.* 2003, 51, 6558–6563
4. Reda, S.Y; Carneio, P.L.B, *Revista analítica Outubro/Novembro* 2006.Nº25
5. AOAC (1992), *Official methods of analysis of AOAC International*, Association of Official Analytical Chemists. 12th ed., Washington, D.C
6. Tsakins, J., Lalas, S., Gergis, V., and Spiliolits, V. *Riv. Ital. Sost. Gras*, 1998, 75(1), 21-27.
7. Tsaknis, J.; Lalas, S.; Gergis, V.; Dourtoglou, V.; Spilitois, V.*J. Agric Food Chem. Rev.*, 2001.
8. Silverstein, R.M.; Webster, F.X. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 6 ed. Willey: New York, 1998.
9. Araújo, J.M.A. *Química de Alimentos: teoria e prática*. 2.ed. Viçosa: UFV, 1999.416p.