

## **Desempenho físico-químico, térmico e mecânico de blenda polimérica à base do amido do mesocarpo do coco babaçu**

**Physical-chemical, thermal and mechanical performance of a polymer blend based on babassu coconut mesocarp starch**

**Desempeño físico-químico, térmico y mecánico de una mezcla polimérica a base de almidón de mesocarpio de coco de babasú**

Recebido: 05/07/2023 | Revisado: 18/07/2023 | Aceitado: 19/07/2023 | Publicado: 23/07/2023

**Marcus Vinicius de Carvalho Souza**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9625-769X>  
Universidade Federal do Piauí, Brasil  
E-mail: [marcarvalhosouza@ufpi.edu.com](mailto:marcarvalhosouza@ufpi.edu.com)

**José Ribeiro dos Santos Júnior**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2197-2020>  
Universidade Federal do Piauí, Brasil  
E-mail: [jribeiro@ufpi.edu.br](mailto:jribeiro@ufpi.edu.br)

**Rondenelly Brandão da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6004-2478>  
Faculdade de Ensino Superior de Floriano, Brasil  
E-mail: [rondenelly@gmail.com](mailto:rondenelly@gmail.com)

**Lisiane Pires Martins dos Santos**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1865-1939>  
Centro Universitário UniFacid Wyden, Brasil  
E-mail: [lisianemel@hotmail.com](mailto:lisianemel@hotmail.com)

**Izane Luisa Xavier Carvalho Andrade**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4693-1033>  
Centro Universitário UniFacid Wyden, Brasil  
E-mail: [izaneluizac@hotmail.com](mailto:izaneluizac@hotmail.com)

**Silvana de Oliveira Freire**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5826-7494>  
Centro Universitário UniFacid Wyden, Brasil  
E-mail: [silvanaofreire@hotmail.com](mailto:silvanaofreire@hotmail.com)

**Suely Moura Melo**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9996-0850>  
Centro Universitário UniFacid Wyden, Brasil  
E-mail: [suelymelo6@gmail.com](mailto:suelymelo6@gmail.com)

### **Resumo**

Objetivou-se caracterizar as propriedades físico-químicas, térmicas e mecânica de blenda polimérica à base do amido do mesocarpo do coco babaçu, com adição de glicerina, melamina/formaldeído. Foi utilizado como matéria-prima o mesocarpo do coco babaçu e adicionaram-se os plastificantes glicerina, melamina/formaldeído. Realizaram-se os ensaios de Análise Termogravimétrica (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Ultravioleta Visível (UV-Vis), Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e tração. A blenda polimérica apresentou distribuição não homogênea com ondulações irregulares e rugosas, pequenas diferenças de coloração e concentrados de melamina, presença de resíduos do amido, sem poros e fissuras. O TGA revelou que as faixas de degradação do amido e a maioria dos compostos orgânicos foi de 210 °C a 400 °C. O DSC demonstrou predomínio de eventos endotérmicos. O FTIR identificou o amido presente e os picos dos compostos da melamina e glicerina. O UV-Vis evidenciou comprimentos máximos entre 220 e 247 nm, e um ombro acentuado em 281 nm referente às transições eletrônicas das duplas ligações presentes na melamina e no amido. A blenda é amorfa, com pontos de cristalinidade devido ao amido e/ou sobreposição com a melamina. O comportamento mecânico de tração foi do tipo dúctil. Conclui-se que a metodologia proposta para a formação da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo do coco babaçu apresentou bons resultados para as propriedades físico-químicas, mecânicas e térmicas, sendo um produto inovador com possível potencial para aplicações diversas.

**Palavras-chave:** Biotecnologia; Biofilme; Blenda polimérica; *Orbignya phalerata*.

### Abstract

The objective was to characterize the physical-chemical, thermal and mechanical properties of a polymer blend based on babassu coconut mesocarp starch, with the addition of glycerin, melamine/formaldehyde. The babassu coconut mesocarp was used as raw material and the plasticizers glycerin, melamine/formaldehyde were added. Thermogravimetric analysis (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Fourier Transform Infrared (FTIR), Visible Ultraviolet (UV-Vis), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and traction. The polymer blend showed non-homogeneous distribution with irregular and rough undulations, small differences in color and melamine concentrates, presence of starch residues, without pores and fissures. TGA revealed that the degradation ranges of starch and most organic compounds ranged from 210 °C to 400 °C. The DSC showed a predominance of endothermic events. The FTIR identified the starch present and the peaks of melamine and glycerin compounds. UV-Vis showed maximum lengths between 220 and 247 nm, and an accentuated shoulder at 281 nm referring to the electronic transitions of the double bonds present in melamine and starch. The blend is amorphous, with points of crystallinity due to starch and/or overlapping with melamine. The tensile mechanical behavior was of the ductile type. It is concluded that the proposed methodology for the formation of a polymer blend based on babassu coconut mesocarp starch showed good results for physical-chemical, mechanical and thermal properties, being an innovative product with possible potential for different applications.

**Keywords:** Biotechnology; Biofilm; Polymer blend; *Orbignya phalerata*.

### Resumen

El objetivo fue caracterizar las propiedades físico-químicas, térmicas y mecánicas de mezcla polimérica a base de almidón de mesocarpio de coco babasú, con adición de glicerina, melamina/formaldehído. Se utilizó como materia prima el mesocarpio de coco babasú y se le agregaron los plastificantes glicerina, melamina/formaldehído. Análisis Termogravimétrico (TGA), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR), Ultravioleta Visible (UV-Vis), Difracción de Rayos X (XRD), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y tracción. La mezcla polimérica mostró una distribución no homogénea con ondulaciones irregulares y rugosas, pequeñas diferencias de color y concentrados de melamina, presencia de residuos de almidón, sin poros y fisuras. TGA reveló que los rangos de degradación del almidón y la mayoría de los compuestos orgánicos oscilaron entre 210 °C y 400 °C. El DSC mostró un predominio de eventos endotérmicos. El FTIR identificó el almidón presente y los picos de compuestos de melamina y glicerina. UV-Vis mostró longitudes máximas entre 220 y 247 nm, y un hombro acentuado a 281 nm en referencia a las transiciones electrónicas de los dobles enlaces presentes en la melamina y el almidón. La mezcla es amorfa, con puntos de cristalinidad por almidón y/o solapamiento con melamina. El comportamiento mecánico a la tracción fue del tipo dúctil. Se concluye que la metodología propuesta para la formación de una mezcla polimérica a base de almidón de mesocarpio de coco de babasú mostró buenos resultados para las propiedades físico-químicas, mecánicas y térmicas, siendo un producto innovador con posible potencial para diferentes aplicaciones.

**Palabras clave:** Biotecnología; Biopelícula; Mezcla polimérica; *Orbignya phalerata*.

## 1. Introdução

A palmeira *Orbignya phalerata* Mart. (coco babaçu) é da família das palmáceas, presente em diversos países na América Latina. No Brasil, é encontrada com maior frequência nas regiões Norte, Nordeste e Centro-Oeste, concentrando-se principalmente nos estados do Maranhão, Tocantins e Piauí (Da Silva *et al.*, 2021; Da Silva Magalhães *et al.*, 2022). Essa espécie desempenha um importante papel social, econômico, cultural e ambiental, devido à diversidade de produtos e subprodutos que podem ser utilizados para fins comestíveis e industriais, destacando-se a fabricação de sabão, glicerina, papel, artesanato, cosméticos, combustível, cobertura de casas, entre outros (Vale, *et al.* 2018; De Carvalho *et al.*, 2020).

O coco babaçu é constituído por três partes principais: uma camada externa fibrosa que é denominada de epicarpo, a camada intermediária de mesocarpio e a camada interna de endocarpo, na qual estão inseridas as amêndoas (Dos Santos *et al.*, 2021). O mesocarpio apresenta cor clara, podendo ser facilmente reduzido a pó e à medida que envelhece, adquire rigidez lenhosa e cor castanho-avermelhada (Zuniga, 2013).

Após o mesocarpio ser extraído, pulverizado e ressuspenso em água, pode ser utilizado como suplemento alimentar (Silva *et al.*, 2019). Diversos estudos também relatam seu uso no tratamento de doenças infecciosas, devido suas propriedades anti-inflamatórias e analgésicas comprovadas, sendo indicado como cicatrizante (Batista *et al.*, 2006), no tratamento de dores menstruais (Sudre *et al.*, 2015), antitumoral (Rennó *et al.*, 2008), antitrombótico (De Lima *et al.*, 2020), antimicrobiano (Barroqueiro *et al.*, 2016) e no tratamento de doenças reumáticas (Azevedo *et al.*, 2007).

Por ser uma importante fonte de amido, o mesocarpo do babaçu também tem sido bastante empregado, devido suas propriedades físico-químicas, como espessante, estabilizante e regulador de propriedades funcionais no organismo (Da Silva *et al.*, 2021). Estudos ainda evidenciam seu uso para o desenvolvimento de filmes curativos biodegradáveis (Araruna *et al.*, 2021), no tratamento de lesões crônicas (Martins *et al.*, 2006) e como antioxidante, devido à presença de compostos fenólicos (Nascimento *et al.*, 2006).

O amido é constituído por dois polímeros de anidroglicose que estão organizados em uma estrutura granular semicristalina, com tamanhos de partículas variando de 1 a 100  $\mu\text{m}$  de diâmetro, sendo a amilose e a amilopectina. A amilose é caracterizada por ser um homopolímero linear de unidades  $\alpha$ -D-glicopiranoses, unidas por ligações  $\alpha$ -1,4 glicosídicas. Já a amilopectina apresenta uma estrutura ramificada constituída por cadeias lineares  $\alpha$ -D-glicose unidas por ligações glicosídicas  $\alpha$ -1,4 e  $\alpha$ -1,6 (Farias *et al.*, 2019).

Nesse contexto, o desenvolvimento de processos mais eficientes para o estudo de blendas à base do amido do mesocarpo do coco babaçu apresenta grande potencial biotecnológico e tem sido bastante utilizado na indústria farmacêutica e biomédica, em decorrência da alta disponibilidade, fácil acesso, baixo custo, propriedades físico-químicas importantes, como biocompatibilidade, biodegradabilidade e não toxicidade, além de ser favorável para a sustentabilidade e conservação da biodiversidade (Santos, 2021; De Oliveira *et al.*, 2022). Na produção desses biopolímeros, agentes plastificantes, como a glicerina e a melamina/formaldeído, podem ser adicionados para aumentar o alongamento e obter uma dispersão filmogênica (Grossman *et al.*, 2007; Espinoza Ñaupari & Oscco Villegas, 2022). O material gerado após o processamento pode ser analisado por meio de ensaios: i) físicos, como a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV); ii) térmicos, como o método de Análise Termogravimétrica (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC); iii) químicos, como o Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Ultravioleta Visível (UV-Vis) e Difração de Raios X (DRX); e iv) de resistência mecânica, como o de Tração.

A TGA é uma técnica utilizada para avaliar alterações químicas, físicas e estruturais em um material devido a uma mudança de temperatura, monitorando as reações que ocorrem durante o processo de aquecimento (Nurazzi *et al.*, 2021). Dessa maneira, detecta a modificação da massa em função da temperatura e do tempo, além do resíduo carbonizado, fornecendo informações sobre a estabilidade térmica, oxidação e combustão de compostos.

A DSC é um método que mede as propriedades termodinâmicas das biomoléculas e materiais de tamanho nanométrico, estabelecendo uma conexão entre a temperatura e as propriedades físicas específicas das substâncias. O instrumento utilizado para essa técnica determina a temperatura e o fluxo de calor associados às transições de materiais em função do tempo. Portanto, mede uma quantidade de calor que é irradiada ou absorvida excessivamente, com base na diferença de temperatura entre a amostra e o material de referência (Naziris *et al.*, 2021).

A imagem espectroscópica de FTIR é uma técnica promissora para fornecer informações da composição química total do material, no qual para materiais biológicos é evidenciado o conteúdo macromolecular da amostra, como proteínas, lipídios, ácidos nucleicos e carboidratos. Para materiais não biológicos, a exemplo de polímeros, os espectros do FTIR podem ser utilizados para determinar as funções orgânicas ou informar sobre alterações químicas por meio de análise de grupo funcional (Wang & Wang, 2021).

A espectrofotometria por UV-Vis corresponde a um método adequado para excitar e ionizar o meio, ao interagir com materiais poliméricos. Um dos efeitos desta interação é a quebra das ligações químicas e/ou a formação de radicais livres, os quais podem levar à reticulação e conjugação das cadeias macromoleculares. Pode-se então observar as mudanças na estrutura eletrônica, nas propriedades ópticas e nas características microscópicas das superfícies dos polímeros (Sousa *et al.*, 2019).

A MEV é utilizada para observar e analisar as características visuais dos materiais. Esse procedimento fornece imagens com aspecto tridimensional e com alta resolução, demonstrando informações sobre a estrutura, morfologia e

topografia da superfície da amostra, sendo utilizada nos últimos anos como uma ferramenta importante para o estudo de microestruturas (Courson *et al.*, 2021).

A DRX consiste na emissão de elétrons em um alvo, gerando a difração de fótons de energia na ordem de raios X capaz de produzir interferência construtiva em ângulos específicos. Essa interação permite mensurar planos cristalográficos e o grau de cristalinidade em materiais (Silva *et al.*, 2022). Já a resistência mecânica de um material reflete a relação entre sua resposta ou a deformação a uma força que esteja sendo aplicada, sendo verificada por métodos que reproduzem o mais fielmente essas condições. Assim, dentre os fatores a serem considerados incluem-se a natureza da força usada e a duração da sua aplicação (Azevedo *et al.*, 2016).

Dessa forma, o presente estudo objetivou caracterizar as propriedades físico-químicas, térmicas e mecânica de blenda polimérica à base do amido do mesocarpo do coco babaçu, composto por glicerina, melamina/formaldeído.

## 2. Metodologia

### 2.1 Material para Análise

Foi utilizado como matéria-prima o mesocarpo do coco babaçu, produto em forma de pó proveniente do estado do Maranhão, adquirido diretamente da empresa União Cultural de Arari, sob o nome comercial de Mesovital. As descrições das características nutritivas por 100 g, previamente identificadas no rótulo do produto industrializado, foram as seguintes: 245,41 Kcal, 70,11 g de carboidratos, 0,74 g de fibras, 0,20 g de lipídios e 1,65 g de proteínas.

### 2.2 Obtenção do Amido e do Polímero

Para a obtenção do amido comercial, lavou-se 100 g de mesocarpo do coco babaçu com 400 mL de água destilada, decantou-se em atmosfera ambiente e posteriormente foi colocado em estufa para secar por 24 h na temperatura de aproximadamente 37 °C. O rendimento médio foi em torno de 35 g de amido do mesocarpo.

Para a blenda polimérica, foram medidas as massas de 0,3 g de melamina e 0,3 g de formaldeído e em seguida acrescentaram-se 25 mL de água destilada, seguindo-se de aquecimento controlado a 60 °C em banho-maria e sob constante agitação até a completa dissolução. Feito isso, adicionou-se uma solução contendo 3,0 g de amido de mesocarpo de babaçu, 0,9 g de glicerina, 25 mL de água destilada e levou-se para aquecimento (aproximadamente 80 °C) em banho-maria sob constante agitação até a formação do polímero, o que durou em média 10 minutos. Posteriormente, a solução foi distribuída em uma placa e teve 31,191 g de massa. Após a secagem utilizando estufa sob temperatura controlada, obteve-se o filme a partir do amido do mesocarpo do babaçu, em triplicata. Estes procedimentos foram realizados no Laboratório Multidisciplinar da UniFacid Wyden.

### 2.3 Ensaios Térmicos

Os ensaios térmicos, TGA/DTG e DSC, foram realizados no Laboratório de Tratamento de Materiais – corrosão e plasma (LabTrat), do Instituto Federal do Piauí (IFPI). O procedimento de TGA e DTG na blenda polimérica do amido do mesocarpo do coco babaçu foi conduzido em termobalança da marca *Shimadzu*, modelo TGA-51, utilizando-se cadinhos de platina. A massa das amostras foi de 3,56 mg em atmosfera de nitrogênio a 50 mL.min<sup>-1</sup> e taxa de aquecimento crescente de 10 °C.min<sup>-1</sup>, de 24 a 1000 °C (Mothé & Azevedo, 2009).

A DSC na blenda polimérica desta pesquisa foi executada em equipamento da marca *Shimadzu*, modelo DSC 60 PLUS, utilizando-se cadinhos de alumínio. As massas das amostras de aproximadamente 3,5 g foram submetidas em atmosfera de nitrogênio com um fluxo de 50 mL.min<sup>-1</sup> e taxa de aquecimento de 10 °C.min<sup>-1</sup>, de 25 a 601 °C (Watson *et al.*, 1964).

## 2.4 Ensaios Químicos

Os espectros do FTIR das amostras foram registrados em equipamento espectrofotômetro *Bruker*, modelo *Vertex 70* (*Bruker Optics*) com dispositivo de Reflectância Total Atenuada (ATR) e uso do *software* OPUS. As análises foram realizadas na faixa de comprimento de onda de 4000-500 $\text{cm}^{-1}$ , com resolução de 4 $\text{cm}^{-1}$  e 64 varreduras.

O método para a determinação da DRX foi realizado em equipamento *Empyrean PANalytical*, utilizando radiação  $K\alpha$  do cobre (Cu) de 1,54 Å, tensão de 40 kV e corrente 45 mA. O procedimento foi conduzido em faixa de varredura de 4° a 90°, do tipo contínua, com um tamanho do passo (*Scan step size*) de 0 a 0.02626, e tempo por passo (*Time per step*) igual a 97,665 s.

Quanto ao UV-Vis, os espectros de absorção da blenda foram identificados em equipamento espectrofotômetro de duplo feixe *Genesys UV-Vis* modelo 10S, da *Thermo Scientific*. A varredura foi realizada em janela espectral de 200 a 1100 nm. O FTIR e o UV-Vis foram conduzidos no laboratório de Bioeletroquímica da Universidade Federal do Piauí (UFPI) e o DRX no LabTrat do IFPI.

## 2.5 Ensaio Físico

As micrografias foram obtidas por um microscópio eletrônico de varredura de alto vácuo, modelo 440, marca Leo, equipado com Espectroscopia por energia dispersiva (EDS), utilizado para observar a morfologia das superfícies das amostras de blenda polimérica à base do amido do mesocarpo do coco babaçu. Como preparação, todas as amostras da blenda polimérica foram colocadas sobre uma fita dupla face adesiva de carbono e aterrada com tinta de carbono fixada em um substrato de alumínio (espécie de suporte para colocar amostras no instrumento para análise). Em seguida, a superfície das amostras foram recobertas com nanopartículas de ouro por meio do processo de pulverização catódica (*sputtering*). As micrografias foram obtidas sobre a superfície frontal dos polímeros. A magnitude variou de 100 a 20.000 x e a potência foi de 10 kV. A MEV foi executada na Universidade de São Paulo (USP).

## 2.6 Ensaio Mecânico

Para o teste mecânico de tração, foi utilizado máquina de ensaio universal *Shimadzu Autograph AG-X* a 250 kN, no Laboratório de Tratamento de Materiais – corrosão e plasma (LabTrat) do IFPI, segundo normas ASTM D3039. O teste no corpo de prova ocorreu a uma velocidade de 10 mm/min. As medidas de força, tensão, deslocamento, deslocamento da deformação, deformação e tempo foram realizadas e geraram um diagrama de tensão *versus* deformação. Os testes foram conduzidos em temperatura ambiente.

## 3. Resultados e Discussão

O amido recuperado do mesocarpo de *O. phalerata*, o coco babaçu, teve bom rendimento. A blenda polimérica, que tem como principal componente o amido do mesocarpo do coco babaçu e apresenta como ligantes o glicerina, a melamina e o formaldeído, foi obtido com êxito (Figura 1).

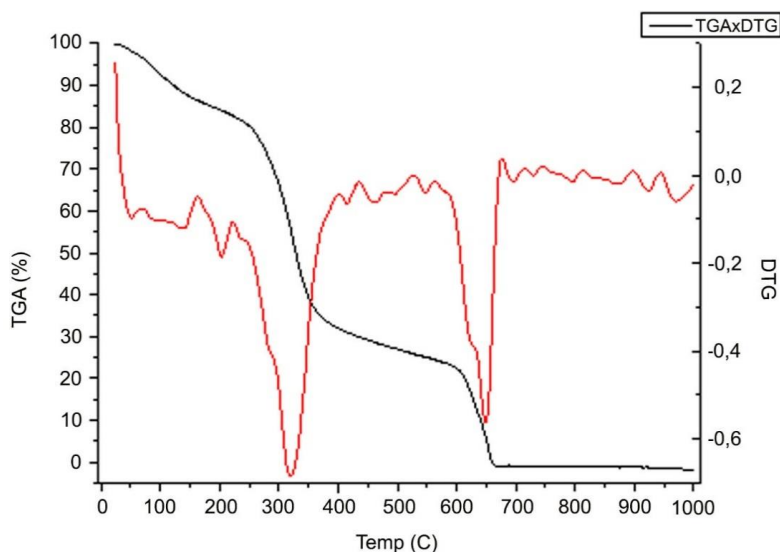
**Figura 1** - Registro fotográfico da blenda polimérica à base do amido obtido a partir do mesocarpo de *O. phalerata*. Escala em cm.



Fonte: Autores (2023).

O perfil de TGA/DTG apresentou a perda de massa decorrente do aumento da temperatura em três estágios, conforme demonstrado na Figura 2. No TGA, foi possível evidenciar que no primeiro estágio, numa temperatura que variou de 24 °C a 200 °C, houve a eliminação de água e voláteis da amostra estudada. No segundo estágio, acima de 200 °C, houve perda acentuada de massa referente aos açúcares, característico da degradação do amido que compõe o mesocarpo do babaçu. Na faixa de temperatura de 210 °C a 400 °C, os amidos sofreram a maior perda de massa, podendo ser atribuída também à degradação dos demais compostos orgânicos da blenda polimérica. E, por último, ocorreu a perda de massa referente à melamina. Da mesma forma, tal fato foi evidenciado nas curvas DTG, indicando que há pelo menos três picos, no qual a perda de massa observada inicialmente é atribuída ao processo de desidratação; seguida da degradação do amido e, posteriormente, dos demais compostos. Conforme demonstrado nas curvas do DTG, os compostos apresentam um patamar instável, que precede as decomposições térmicas após a desidratação.

**Figura 2** - Gráfico do perfil de TGA/DTG da blenda polimérica à base do amido obtido do mesocarpo de *O. phalerata*.



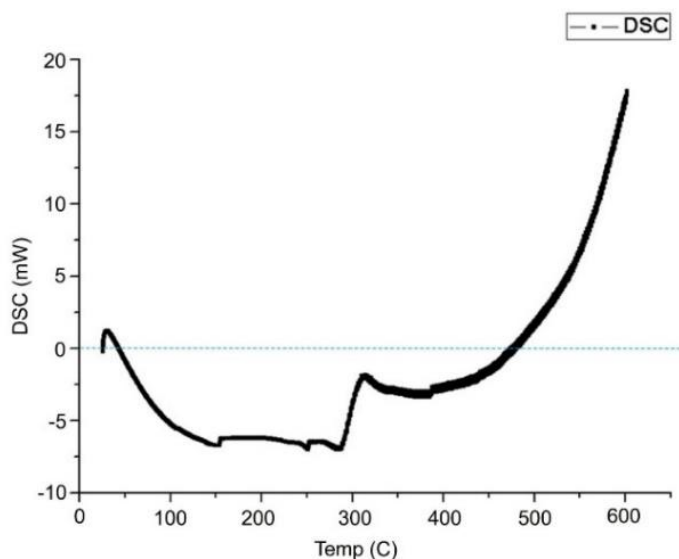
Fonte: Autores (2023).

O processo de degradação em altas temperaturas promove a quebra aleatória das ligações C-C das moléculas orgânicas, afetando as cadeias moleculares e/ou poliméricas desses compostos (Maniglia, 2017; Queiroz, 2018). Assim, o pico em aproximadamente 350 °C para a degradação do amido do mesocarpo do babaçu observada no presente estudo sugere que esse polissacarídeo contém grandes quantidades desses compostos orgânicos. A biomassa quando é submetida a elevadas temperaturas (acima de 500°C) sofre decomposição térmica dos seus constituintes químicos em virtude do processo de carbonização (Santos, 2012).

No TGA/DTG, a temperatura de pico e a porcentagem de perda de massa em cada evento térmico dependem dos componentes e da estrutura cristalina do amido, através dos quais é possível obter conclusões quanto à estabilidade térmica da amostra, composição e estabilidade dos compostos, bem como do produto final (Denari & Cavalheiro, 2012). No presente estudo, a análise termogravimétrica e suas derivadas mostraram que a perda de massa referente à umidade, voláteis, amido, glicerina e melamina ocorreu até a temperatura de, aproximadamente, 600°C.

Quanto ao DSC, foram observadas curvas com picos definidos característicos de amidos que não possuem alto grau de pureza (Figura 3). O termograma apresentou um leve pico exotérmico em aproximadamente 50 °C e uma variação de picos endotérmicos observados em cerca de 75 °C a 400 °C. Após 450 °C, a amostra apresentou acentuada liberação de energia marcada por um grande evento exotérmico, possivelmente pelo fato da amostra apresentar menor teor de pureza.

**Figura 3** - Gráfico do perfil de DSC da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo de *O. phalerata*.

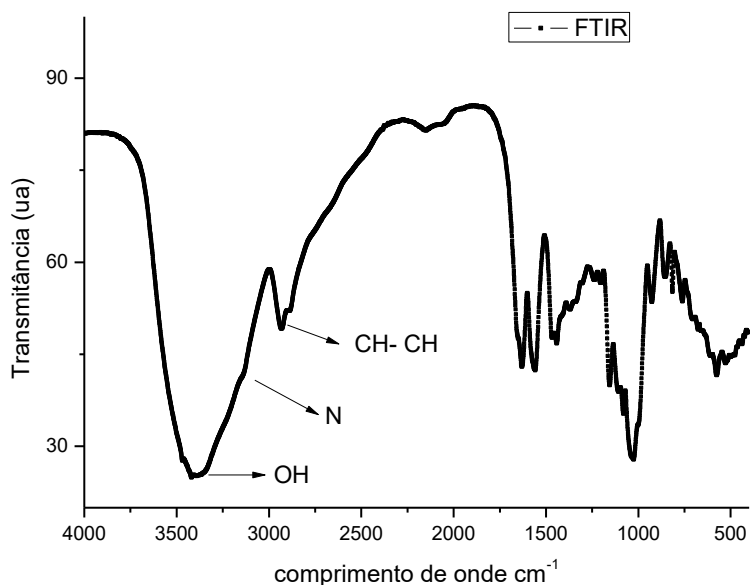


Fonte: Autores (2023).

Segundo Franco (2010), as transições entálpicas endotérmicas e exotérmicas ocorrem devido às mudanças de estados físicos (fusão, ebulição, sublimação e vaporização) ou às reações químicas, tais como desidratação, dissociação, decomposição, oxidação e redução. Em geral, os processos de fusão, vaporização e redução produzem efeitos endotérmicos, enquanto cristalização, oxidação e algumas reações de decomposição produzem efeitos exotérmicos.

Em relação aos espectros de FTIR, a Figura 4 mostra o resultado característico de um material polimérico com bandas largas, devido à elevada massa molar das cadeias poliméricas.

**Figura 4** - Espectros na região do infravermelho da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo de *O. phalerata*.

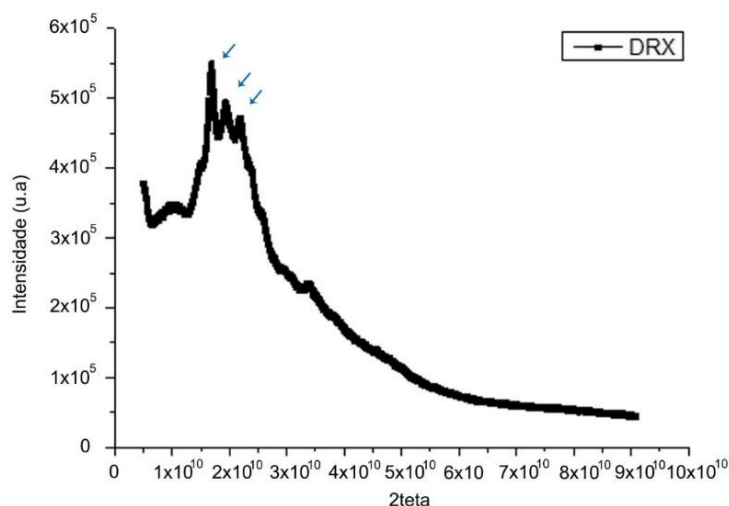


Fonte: Autores (2023).

Essa técnica tem sido utilizada para averiguar o amido presente nas estruturas (Capron *et al.*, 2007). Com relação aos grupos funcionais, o espectro mostrou uma banda larga na faixa de, aproximadamente, 3470 a 3250  $\text{cm}^{-1}$  indicativa de deformação da ligação OH dos monômeros de glicose. Em seguida, observou-se a ligação de CH-CH em número de onda de aproximadamente 2980  $\text{cm}^{-1}$  a 2875  $\text{cm}^{-1}$ , correspondente ao percussor amido, e N em torno de 3100  $\text{cm}^{-1}$  referente à melamina. Esses dados foram aproximados aos reportados por Rodrigues (2021), em FTIR dos percussores do amido, melamina, ureia e compósitos fertilizantes. Presume-se então que foi possível caracterizar o amido presente e identificar os picos esperados dos compostos inseridos na formação da blenda polimérica.

O difratograma de raios X, apresentado na Figura 5, foi típico de composto amorfo com pequenos pontos de cristalinidade observados em três picos, entre aproximadamente 17° a 25°.

**Figura 5** - Difratograma de raios X da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo de *O. phalerata*.



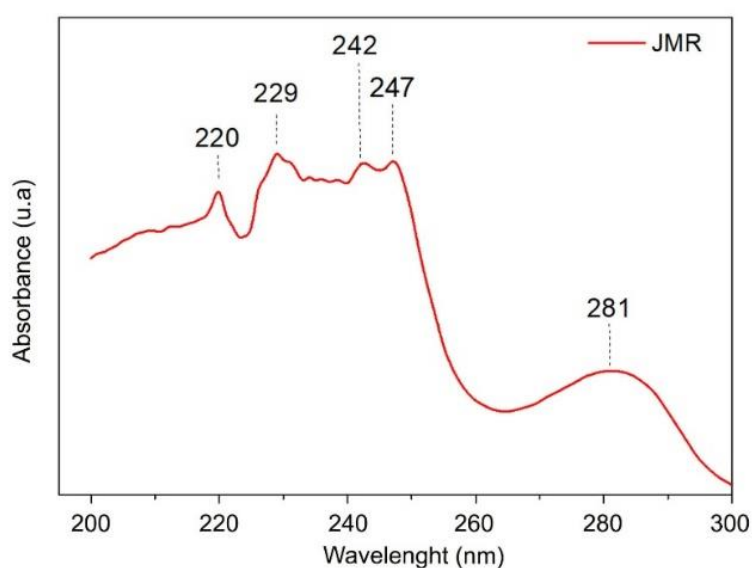
Fonte: Autores (2023).



Em estudo para obter compósitos biodegradáveis a partir do coco babaçu, o difratograma do amido apresentou picos em 5,91°, 11,45°, 13,12°, 17,52°, 20,03°, 23,33° e 26,63°, característicos do padrão tipo C que é intermediário entre os tipos A (mais compacto, arranjo monoclinico) e B (menos compacto, centro hidratado, arranjo hexagonal) (Elfstrand *et al.*, 2004; Moura *et al.*, 2021). Já a melamina, nos testes para degradação de compósitos fertilizantes contendo ureia, os picos foram entre 15° a 30° (Rodrigues, 2021). Dessa forma, os pontos de cristalinidade encontrados na blenda polimérica deste estudo podem ser referentes aos resíduos de amido e/ou sobreposição com a melamina.

Sobre a análise de UV-Vis, o espectro de absorção apresentou comprimentos máximos entre 220 e 247 nm e um ombro acentuado em 281 nm (Figura 6).

**Figura 6** - Espectro de absorção da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo de *O. phalerata*.

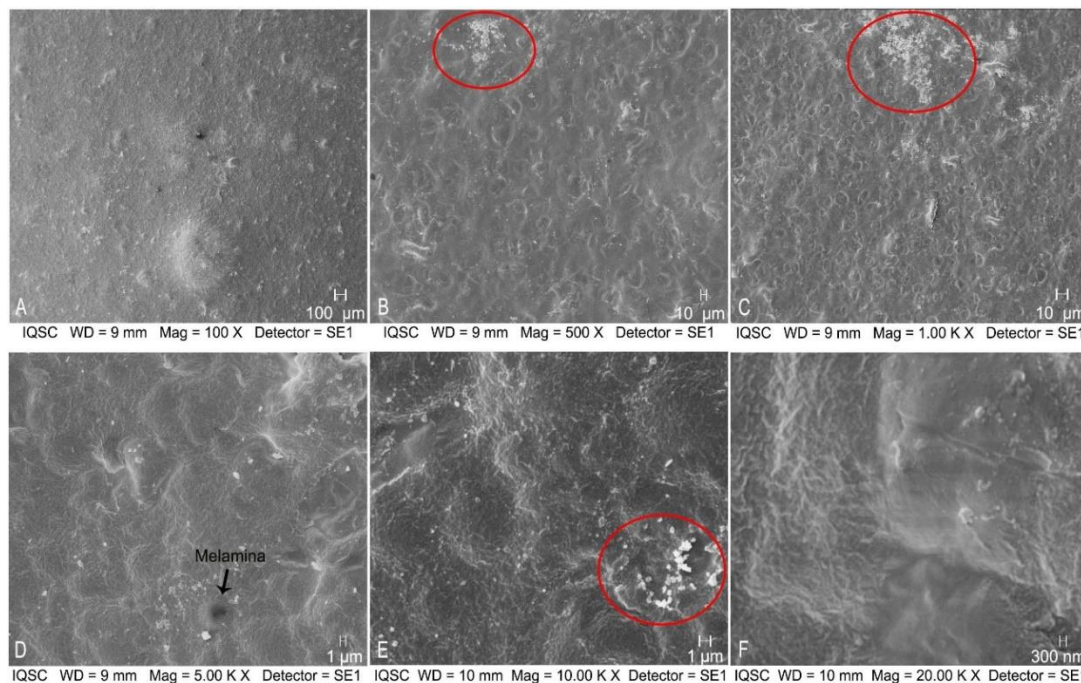


Fonte: Autores (2023).

Os espectros de absorção permitem deduzir as transições eletrônicas e dessa forma, obter informações para auxiliar o reconhecimento de estruturas moleculares (Martinho, 1994). Corroborando com esses achados, espectros de absorção com comprimento de onda entre 200 nm até 260 nm foram identificados para melamina, podendo apresentar um ombro de baixa intensidade a 250 nm (Zhang *et al.*, 2016; Correia Junior, 2019). No extrato aquoso livre do mesocarpo do coco babaçu, foram obtidos dois picos de absorção, de 210 nm e 280 nm (Silva, 2017). Isso reforça que a energia absorvida na região do UV-Vis para a blenda polimérica desta pesquisa corresponde às transições eletrônicas das duplas ligações presentes na melamina e amido, bem como suas interações.

As micrografias revelaram que a blenda apresentou superfície com ondulações irregulares e rugosas, facilmente percebidas nas imagens da Figura 7D, 7E e 7F, com diferença de coloração no filme e concentração de melamina (Figura 7D). A distribuição da blenda polimérica não foi uniforme, sendo verificadas linhas cruzadas (Figura 7F) e resíduos de ilhas de amido, que são os pontos brancos realçados no material de tom cinza (Figura 7B, 7C e 7E).

**Figura 7** - Imagens de MEV da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo de *O. phalerata* com ampliação de 100  $\mu\text{m}$  (A), 10  $\mu\text{m}$  (B e C), 1  $\mu\text{m}$  (D e E) e 300 nm (F). Círculo vermelho em B, C e E indicam grânulos de amido. Seta em D aponta concentração de melamina.



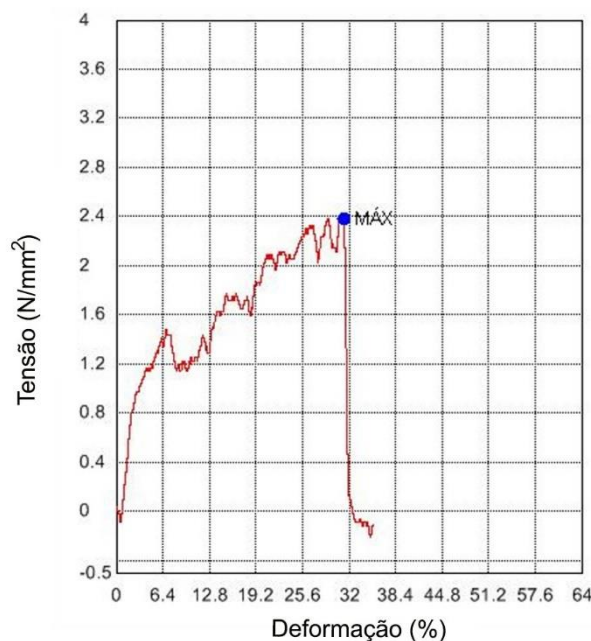
Fonte: Autores (2023).

Isso ocorre devido: i) o processo de secagem em estufa a temperatura constante de 37 °C, indicando que o tempo de agitação e aquecimento foram insuficientes para a completa ruptura dos grânulos de amido, em concordância com Bastos (2010) na obtenção dos filmes de amido termoplástico; ii) a capacidade de ligações da glicerina em combinação com a melamina e formaldeído, como mencionado nos testes de Zuo *et al.* (2015), que verificaram variações nas superfícies dos filmes pela atuação de diferentes plastificantes; e iii) a quantidade de glicerina utilizada na formação da blenda, como verificado por Ramos Junior (2023), em caracterização de amido termoplástico no qual houve a diminuição de tais partículas com o aumento da concentração deste plastificante na composição.

Entretanto, o amido do mesocarpo do coco babaçu junto à glicerina e melamina/formaldeído foram capazes de formar uma estrutura polimérica monofásica com apenas resíduos do amido, diferente do arranjo bifásico comum deste polissacarídeo, no qual espera-se a formação de uma matriz contínua composta principalmente por amilose e uma fase com grânulos gelatinosos inchados (Morris, 1990; Thiré, 2003). Além disso, não percebeu-se a presença de poros e fissuras, o que é favorável para uma leve permeabilidade e resistência da blenda. Contrastando com esse achado, a MEV de compósitos de fibras do epicarpo do coco babaçu e diferentes resíduos poliméricos, utilizando como matriz a resina Ureia-Formaldeído (UF), demonstrou porosidade, trincas e espaços vazios (Rodrigues, 2019).

A blenda polimérica foi testada em tração de deformação até 64%. A deformação máxima foi de 31,25% em 2,35 N/mm<sup>2</sup> de tensão, sob força de 7,6 N e deslocamento máximo de 13,44 mm (Figura 8). O comportamento dúctil demonstrado pode ser associado à boa adesão entre os componentes.

**Figura 8** - Gráfico de tensão versus deformação para a blenda à base do amido do mesocarpo de *O. phalerata*. Círculo azul indica ponto de máxima deformação e tensão.



Fonte: Autores (2023).

Esses valores estão aproximados ao encontrado na produção de biofilme à base de quitosana e glicerol, que também revelou comportamento dúctil, tensão de 2,65 N/mm<sup>2</sup>, porém maior elasticidade, com a deformação máxima ocorrendo em 54,91%, sendo atingida pela presença do plastificante (Machado, 2021). A proporção da amilopectina presente no amido também altera o comportamento mecânico de tração, como reportado por Corradini *et al.* (2005) em testes comparativos de amidos termoplásticos derivados de milho.

#### 4. Conclusão

A metodologia proposta para o desenvolvimento de um produto baseado na mistura de amido do mesocarpo do coco babaçu com glicerina, melamina e formaldeído, levou à formação de uma blenda polimérica com uma distribuição não homogênea apresentando ondulações irregulares e rugosas, exibindo pequenas diferenças de coloração e concentrados de melamina, além da presença de resíduos do amido, sem poros e fissuras. O ensaio e a análise dos dados das curvas TGA/DTG identificou e descreveu que as faixas de degradação do amido e a maioria dos compostos orgânicos foi de 210 °C a 400 °C. Abaixo dessa temperatura, degradaram-se a água e os voláteis, e acima a melamina. Pelo DSC foi possível inferir que a interação molecular permitiu o predomínio de eventos endotérmicos, sendo dois picos exotérmicos na faixa de 50 °C e após 450 °C.

Os espectros na região do infravermelho caracterizaram o amido presente e identificaram os picos dos compostos da melamina e glicerina, que foram os plastificantes utilizados. As transições eletrônicas das duplas ligações presentes na melamina e no amido, bem como suas interações, apresentaram comprimentos máximos entre 220 e 247 nm, e um ombro acentuado em 281 nm. A blenda polimérica é amorfa, com pontos de cristalinidade referentes aos resíduos de amido e/ou sobreposição com a melamina. O comportamento mecânico foi do tipo dúctil pela boa adesão entre os constituintes, com deformação máxima de 31,25% em 2,35 N/mm<sup>2</sup> de tensão.

Por ser um produto inovador e pela escassez de estudos na área, todos os ensaios conduzidos foram comparados a polímeros semelhantes com amidos provenientes também de outras fontes e uso de diferentes plastificantes. Essa comparação foi de suma importância para reconhecer a viabilidade do uso desse biofilme polimérico. Vale ressaltar que tratou-se de uma matéria-prima que agrega valor à cadeia produtiva do coco babaçu, cooperando com o desenvolvimento econômico, social e ambiental.

Assim, neste trabalho a metodologia proposta para a formação da blenda polimérica à base do amido do mesocarpo do coco babaçu apresentou bons resultados para as propriedades físico-químicas, mecânicas e térmicas, com possível potencial para aplicações diversas. Todavia, testes comparativos com diferentes proporções dos componentes, sua performance em mais ensaios mecânicos agregado a outras metodologias físico-químicas são necessários para elucidar qual melhor composição e viabilidade da blenda obtida a partir do mesocarpo do coco babaçu, sendo uma pesquisa futura do pesquisador principal.

## Referências

- Araruna F. O. S. Araruna, F. B., Pereira L. P. L. A., Brito M. C. A., Gomes P. D. B., Santos D. C. P., & Coutinho D. F. (2021). Desenvolvimento e caracterização de filmes curativos à base de mesocarpo de *Attalea speciosa* Mart. ex Spreng e extrato glicólico de *Aloe vera* (L.) Burm. f. *Research, Society and Development*, 10 (2), e30310212520-e30310212520.
- Azevedo A. P. S., Farias J. C., Costa G. C., Ferreira S. C., Aragao-Filho W. C., Sousa P. R., & Nascimento F. R. (2007). Anti-thrombotic effect of chronic oral treatment with *Orbignya phalerata* Mart. *Journal of Ethnopharmacology*, 111 (1), 155-159.
- Azevedo J. B., Viana J. D., Carvalho L. H. D., & Canedo E. L. (2016). Caracterização de compósitos obtidos a partir de polímero biodegradável e casca de arroz utilizando duas técnicas de processamento. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 21, 391-406.
- Barroqueiro E. S., Prado D. S., Barcellos P. S., Silva T. A., Pereira W. S., Silva L. A., & Guerra R. N. (2016). Immunomodulatory and antimicrobial activity of babassu mesocarp improves the survival in lethal sepsis. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, ID 2859652, 1-7.
- Bastos D. C. (2010) Estudo da redução da hidrofobicidade de filmes biodegradáveis de amido de milho termoplástico com e sem reforço de fibra de bananeira através do tratamento por plasma de SF6. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.
- Batista C. P., Torres O. J. M., Matias J. E. F., Moreira A. T. R., Colman D., Lima, J. H. F. D., & Freitas A. C. T. D. (2006). Effect of watery extract of *Orbignya phalerata* (babassu) in the gastric healing in rats: morfologic and tensiometric study. *Acta Cirurgica Brasileira*, 21, 26-32.
- Capron I., Robert P., Colonna P., Brogly M., & Planchot V. (2007). Starch in rubbery and glassy states by FTIR spectroscopy. *Carbohydrate polymers*, 68 (2), 249-259.
- Corradini E., Lotti C., Medeiros E. S. D., Carvalho A. J., Curvelo A. A., & Mattoso L. H. (2005). Estudo comparativo de amidos termoplásticos derivados do milho com diferentes teores de amilose. *Polímeros*, 15, 268-273.
- Correia Junior D. S. (2019). Produção e caracterização de microcompósito polimérico de melamina-formaldeído e caulim aplicado à produção de materiais elétricos. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Amazonas, Manaus, Brasil.
- Courson J. A., Landry P. T., Do T., Spehlmann E., Lafontant P. J., Patel N., & Burns A. R. (2021). Serial Block-Face Scanning Electron Microscopy (SBF-SEM) of biological tissue samples. *Journal of Visualized Experiments*, (169), e62045.
- Da Silva K. G. S., Melo K. C., De Carvalho Santos M. E. L., Da Silva A. T., Lima A. S. S., Pessoa N. M., & Morais T. O. (2021). Propriedades funcionais da farinha do mesocarpo do coco babaçu: uma alternativa nutricional contra a Covid-19. *Research, Society and Development*, 10 (2), e58010212851-e58010212851.
- Da Silva Magalhães R., Da Silva Behenck G., Costa L. S., Barata M. N., De Lira Freitas A., De Almeida C. A. C., & De Holanda Leite M. J. (2022). Sistemas agrossilvipastoris como alternativa para preservação do *Orbignya phalerata* em propriedades rurais de Pindaré Mirim-MA. *Research, Society and Development*, 11 (6), e51711629543-e51711629543.
- De Carvalho C. M. R. G., Castro G. C., Dos Santos G. M., Campelo J. E. G., Sarmento J. L. R., & Carvalho M. D. F. (2020). Aproveitamento integral do coco babaçu como estratégia de educação e desenvolvimento social sustentável. *Extensão em Foco*, (21).
- De Lima J. A. L., Da Silva F. H., De Oliveira Alves J. V., Martins C. C. B., De Oliveira S. D. S., Da Rocha M. L. A., & Da Silva M. V. (2020). *Attalea speciosa* Mart. ex Spreng (Arecaceae): Uma revisão integrativa quanto as principais características biotecnológicas. *Brazilian Journal of Development*, 6 (7), 48639-48661.
- De Oliveira T. C., Minelli-Oliveira C., Menezes N. C., Rodrigues S. P., da Silva J. C. I., & Oliveira L. A. (2022). Atividades amilolíticas de rizobactérias amazônicas em meios de cultura contendo amido de milho (*Zea mays* L.) ou farinha de babaçu (*Orbignya phalerata* Mart). *Research, Society and Development*, 11 (5), e4111527124-e4111527124.
- Denari G. B. & Cavalheiro É. T. G. (2012). *Princípios e aplicações de análise térmica*. São Carlos, IQSC.

Dos Santos C. A. A. S., Saldanha R. C. G., Costa W. S., Junior D. F. F., Costa J. D. R. M., Costa I. A., & De Freitas F. F. P. (2021). Proposta de modernização sustentável do modelo produtivo do farelo do coco babaçu de uma reserva agroextrativista do Maranhão, Brasil. *Research, Society and Development*, 10 (4), e6610413830-e6610413830.

Espinoza Ñaupari E. V. & Oscco Villegas C. R. (2022). Efeito da glicerina e da melamina nas propriedades físico-mecânicas do bioplástico amiláceo da semente de *Persea americana* mill "Abacate". Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Químico Farmacêutico) – Universidade Peruana Los Andes, Huancayo, Perú.

Farias G. B. D., Rodrigues J. L. D. S., Nascimento C. S. D., Gomes R. F., Ribeiro M. N. D. S., Varejão M. D. J. C., & Lima M. D. P. (2019). Avaliação de tanino, antocianina e amido em mesocarpo de babaçu (*Orbignya phalerata* Mart). *Scientia Amazonia*, 8 (2), C1-C8.

Franco F. J. P. (2010). Aproveitamento da fibra do epicarpo do coco babaçu em compósito com matriz epóxi: estudo do efeito do tratamento da fibra. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brasil.

Grossman M. V. E., Mali S., & Shimazu A. A. (2007). Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. *Semina: Ciências Agrárias*, 28 (1), 79-88.

Machado M. L. Q. (2021). Síntese e Caracterização de Biofilme à base de quitosana e glicerol para aplicação em embalagens de alimentos. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pampa, Bagé, Brasil.

Maniglia B. C. (2017). Aproveitamento de resíduos agroindustriais para elaboração de filmes biodegradáveis. 2017. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.

Martinho J. M. G. (1994). Espectroscopia de absorção no ultravioleta e visível. *Boletim da Sociedade Portuguesa de Química*, 52 (3), 44-46.

Martins N. L. P., Malafaia O., Ribas-Filho J. M., Heibel M., Baldez R. N., Vasconcelos P. R. L. D., & Wallbach T. Z. (2006). Análise comparativa da cicatrização da pele com o uso intraperitoneal de extrato aquoso de *Orbignya phalerata* (babaçu). Estudo controlado em ratos. *Acta Cirúrgica Brasileira*, 21, 66-75.

Morris V. J. (1990). Starch gelation and retrogradation. *Trends in Food Science & Technology*, 1, 2-6.

Mothé C. G. & Azevedo A. D. (2009). *Análise Térmica de Materiais*. Artliber.

Moura C. V. R. D., Sousa D. D. C., Moura E. M. D., Araújo E. C. E. D., & Sittolin I. M. (2021). New biodegradable composites from starch and fibers of the babassu coconut. *Polímeros*, 31.

Nascimento F. R., Barroqueiro E. S., Azevedo A. P. S., Lopes A. S., Ferreira S. C., Silva L. A., & Guerra R. N. (2006). Macrophage activation induced by *Orbignya phalerata* Mart. *Journal of ethnopharmacology*, 103 (1), 53-58.

Naziris N., Chountoules M., Ntountaniotis D., Mavroumoustakos T., & Demetzos C. (2021). Differential Scanning Calorimetry (DSC) on Sartan/Cyclodextrin Delivery Formulations. *Supramolecules in Drug Discovery and Drug Delivery: Methods and Protocols*, 163-174.

Nurazzi N. M., Asyraf M. R. M., Rayung M., Norrahim M. N. F., Shazleen S. S., Rani M. S. A., & Abdan K. (2021). Thermogravimetric analysis properties of cellulosic natural fiber polymer composites: a review on influence of chemical treatments. *Polymers*, 13 (16), 2710.

Queiroz L. H. S. Preparação e caracterização de um novo filme a partir do amido de babaçu usando o sorbitol como plastificante. (2018). Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal do Maranhão, Imperatriz, Brasil.

Ramos Júnior G. S. D. S. (2023). Obtenção e caracterização de amido termoplástico: um estudo da sua termodegradação e fotodegradação após exposição à radiação Ultra Violeta. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, Brasil.

Rennó M. N., Barbosa G. M., Zancan P., Veiga V. F., Alviano C. S., Sola-Penna M., & Holandino C. (2008). Crude ethanol extract from babassu (*Orbignya speciosa*): cytotoxicity on tumoral and non-tumoral cell lines. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, 80, 467-476.

Rodrigues J. F. (2021). Compreendendo o papel da melamina (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>N<sub>6</sub>) no caminho de degradação de compósitos fertilizantes contendo ureia. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Química) - Universidade Federal de São Carlos, São Paulo, Brasil.

Rodrigues P. R. B. (2019). Desempenho físico-mecânico de compósito fabricado com fibra do epicarpo do côco babaçu (*Orbignya phalerata*) e resíduos poliméricos. Dissertação (Mestrado em Agroenergia), Universidade Federal do Tocantins, Palmas, Brasil.

Santos J. D. A. (2021). Biopolímeros aplicados a sustentabilidade: uma revisão de literatura. *Revista Multidisciplinar de Educação e Meio Ambiente*, 2 (2).

Santos R. C. D., Carneiro A. D. C. O., Trugilho P. F., Mendes, L. M., & Carvalho, A. M. M. L. (2012). Análise termogravimétrica em clones de eucalipto como subsídio para a produção de carvão vegetal. *Cerne*, 18, 143-151.

Silva I. V. L., Nascimento J. A. A., De Andrade M. F., Caetano V. F., Almeida Y. M. B., & Vinhas G. M. (2022). A técnica de difração de raios X aplicada a caracterização de polímeros: uma revisão. Cap. IX, 100-110. In: Neto da Silva, M. & Brito, H. A produção do conhecimento nas engenharias: novas fronteiras, tecnologias e desafios.

Silva M. C. P. D. (2017). Micro/nanopartículas poliméricas e biodegradáveis de mesocarpo de babaçu: ação imunomoduladora na polarização de macrófagos e efeito anti-leishmania. Tese (Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde/CCBS) - Universidade Federal do Maranhão, São Luís, Brasil.

Silva M. L. T., Brinques G. B., & Gurak P. D. (2019). Utilização de farinha de subproduto de brotos para elaboração de massa alimentícia fresca. *Brazilian Journal of Food Technology*, 22.

Sousa A. K. M., Da Silva J. P. C., Lourenço J. V., & Fernandes F. P. (2019). Avaliação do fator de proteção solar (FPS) de fotoprotetores através da técnica de espectrofotometria Uv/Vis. *Journal of Applied Pharmaceutical Sciences*, (6), 114-117.

Sudre K. J. F., Santos A. M. C. M., & Moreira L. R. D. M. O. (2015). Avaliar a composição química do mesocarpo de babaçu (*Orbignya oleifera*) in natura no município Raposa-MA. *Eclética Química*, 40, 216-226.

Thiré R. M. S. M. (2003). Obtenção e caracterização de filmes biodegradáveis a base de amido de milho com reduzida sensibilidade à água. Tese (Doutorado em Engenharia), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

Vale S. R. G. A., Bonfatti R. J., Souza A. G., & Teixeira L. R. (2018). Análise ergonômica da atividade de quebra tradicional do coco babaçu no município de Itapecuru-Mirim/MA. *Revista Brasileira de Saúde Ocupacional*, 43.

Wang R. & Wang Y. (2021). Fourier transform infrared spectroscopy in oral cancer diagnosis. *International Journal of Molecular Sciences*, 22 (3), 1206.

Watson, \_ E., O'Neill, M. J., Justin, J., & Brenner, N. (1964). A differential scanning calorimeter for quantitative differential thermal analysis. *Analytical Chemistry*, 36 (7), 1233-1238.

Zhang Y., Beckstead A. A., Hu Y., Piao X., Bong D., & Kohler, B. (2016). Excited-state dynamics of melamine and its lysine derivative investigated by femtosecond transient absorption spectroscopy. *Molecules*, 21(12), 1645.

Zuniga A., Fronza P., Silveira M., Moura J., & Rojas E. (2013). Hidrólise ácida da farinha do mesocarpo do coco babaçu, visando a obtenção de bioetanol. *Enciclopédia Biosfera*, 9 (17), 3548-3555.

Zuo Y., Gu J., Tan H., & Zhang, Y. (2015). Thermoplastic starch prepared with different plasticizers: relation between degree of plasticization and properties. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 30 (2), 423-428.