

Avaliação da eficiência de nanoencapsulamento do óleo essencial de eucalipto pelo processo de gelificação iônica.

Evaluation of nanoencapsulation efficiency of eucalyptus essential oil by ionotropic gelation process.

RESUMO

A gelificação iônica é uma técnica que consiste no gotejamento de uma solução iônica em solução biopolimérica a fim de se obter nanopartículas e nanocápsulas, se destacando principalmente pela simplicidade e baixo custo de processo. O presente artigo teve como objetivo analisar a eficiência de encapsulamento do óleo essencial de eucalipto a partir da utilização de quitosana, um biopolímero degradável, não tóxico e de baixo custo, assim como avaliar a ação antimicrobiana do composto aplicado a uma amostra têxtil. Como método, foi utilizado a gelificação iônica para o nanoencapsulamento do óleo de eucalipto e posterior funcionalização em substrato têxtil pelo método pad-dry-cure. A influência dos fatores experimentais na eficiência de encapsulamento foi avaliada estatisticamente pelo Delineamento Composto Central Rotacionado (DCCR) no software Design Expert. Como resultados, o modelo confirmou a influência dos fatores no processo de nanoencapsulamento como abordado na teoria. Foram confirmadas também a ação antimicrobiana das nanocápsulas do óleo essencial de eucalipto pelo método qualitativo.

PALAVRAS-CHAVE: Nanocápsulas. Eficiência de encapsulação. Ação antimicrobiana.

Liana Narumi Nagamatsu
liana@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Mirela Marchiori Bortoli
mirela_bortoli@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Marcos Henrique de Souza Santana
marcossantana@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Fabio Alexandre Pereira Scacchetti
fabioscacchetti@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



ABSTRACT

Ionotropic Gelation is a technique that consists of dripping an ionic solution in a bio-polymer solution to obtain nanoparticles and nanocapsules, especially due to its simplicity and low process cost. The aim of this paper was to analyze encapsulation efficiency of eucalyptus essential oil from the use of chitosan, a degradable, non-toxic and low-cost biopolymer, as well as to evaluate the antimicrobial action of the compound applied to a textile sample. As a method, ionic gelation was used for eucalyptus oil nanocapsulation and functionalization in textile substrate by the pad-dry-cure method. The influence of experimental factors on encapsulation efficiency was statistically evaluated by the Central Composite Design (CCD) in the Design Expert software. As a result, the model confirmed the influence of factors on the nanocapsulation process as addressed in theory. The antimicrobial action of eucalyptus essential oil nanocapsules was also confirmed by the qualitative method.

KEYWORDS: Nanocapsules. Encapsulation efficiency. Antimicrobial action.

INTRODUÇÃO

Óleos essenciais, segundo a International Standard Organization (ISO) são substâncias voláteis, lipofílicas e geralmente odoríferas. Estes compostos, de acordo com Carvalho e Souza (2019) são extraídos de plantas aromáticas através do método de destilação por arraste com vapor d'água. A denominação como óleo essencial, óleo etéreo ou essências, como afirma Brito e Vitti (2003), é dada por conta das características físico-químicas.

As aplicações diretas dos óleos essenciais variam de fins estéticos como perfume, até conservação de alimentos e fins terapêuticos. Hoje, é muito utilizado nos setores industriais, principalmente para fins farmacêuticos, por apresentarem propriedades antimicrobiana, antissépticas e anti-inflamatórias. O óleo essencial de eucalipto, apresenta as propriedades gerais de uma essência, mas segundo De Vicenzi et al. (2002) o principal componente do óleo, o cineol, tem sido estudado para aplicações medicinais, com foco na redução do crescimento das células cancerígenas (leucemia).

Na área têxtil, a aplicação de óleos essenciais em fibras é um processo que consiste na encapsulação do óleo. Trata-se de uma técnica na qual o material é revestido por outro material ou sistema, que protege os ativos de sofrerem oxidação e volatilização. Esse método tecnológico proporciona aos tecidos novas características, como sensações e fragrâncias. As capsulas que estão aderidas ao tecido podem ser rompidas por estímulos externos como fricção, calor, suor, feridas, etc., ao serem rompidas liberam o ativo encapsulado agindo no local liberado conferindo ao tecido propriedades características como afirma Dong (et al. 2013).

Uma das técnicas de encapsulação é a de gelificação iônica, a grande vantagem do método em questão, de acordo com Pasqualim (2010), é seu baixo custo, simplicidade e a facilidade de execução, que consiste no simples gotejamento de uma solução iônica sob um polímero, em agitação constante no qual resulta na formação instantânea de estruturas esféricas de gel, como afirma Nogueira (2013). Dentre as soluções iônicas utilizadas no mecanismo, a mais viável, para Yoksan (2009) é o tripolifosfato de sódio (TPP), sendo a quitosana (QTS) um polímero que tem baixo custo, biodegradável e não tóxico, além de ser solúvel em compostos orgânicos por conta do seu grupo amino, que modifica quimicamente os biopolímeros para a formação de esferas, géis, partículas e nanocápsulas.

O projeto teve como objetivo avaliar a eficiência de encapsulamento do óleo essencial de eucalipto, a partir dos parâmetros de agitação e concentração de quitosana/TPP. Para tal, a eficiência foi avaliada estatisticamente (DCCR) no software Design Expert, amostras têxteis foram funcionalizadas com as nanocápsulas pelo método pad-dry-cure e a atividade antimicrobiana foi avaliada por método qualitativo.

METODOLOGIA

A primeira etapa consistiu na dissolução da quitosana, na proporção de 0,5% (p/v) e 1% (v/v) de ácido acético, sob constante agitação a temperatura de 50°C por 2 horas, o pH foi ajustado para 4,5. Foram preparadas soluções de 30mL de tripolifosfato de sódio de modo em que a proporção final de

Quitosana: Tripolifosfato se ajustasse em 2:1, 3:1 e 4:1. Para cada solução de quitosana (20mL) foram adicionados 0,5% (v/v) de Tween 80 e 300µL de óleo essencial de eucalipto, deixando sob agitação de 500rpm, a 40°C por 10 minutos. Procedimento padrão para as todas as proporções, em seguida gotejou-se a solução de TPP, sob as mesmas condições de agitação e temperatura por um intervalo de 50 minutos a fim de se obter o processo de nanoencapsulamento por gelificação iônica (Dong *et al.* 2013).

Segundo Souza *et al.* (2015) a eficiência do processo é determinada por meio da Equação 1 a partir da técnica de espectrofotometria.

$$EE(\%) = \frac{\text{Massa de óleo essencial incorporada}}{\text{Massa total de óleo inicial}} \cdot 100 \quad (1)$$

A eficiência foi avaliada estatisticamente (DCCR) no software Design Expert a fim de se obter um modelo de superfície de resposta. Esses experimentos são de dois níveis totais que foram aumentados com um pequeno número de tratamentos para permitir a estimativa do modelo de superfície de resposta de segunda ordem.

Funcionalização do tecido.

Segundo Yang *et al.* (2013), as nanocápsulas de quitosana foram imobilizadas em tecidos usando ácido cítrico como o reticulante. Para tal, foram aplicados 500g/L de nanocápsulas, 40g/L de hipofosfito de sódio e 80g/L de ácido cítrico. O tecido de algodão foi imerso na solução com uma relação de banho de 1:20 durante 10 minutos. O tecido passou por foulard (pick-up de 80% e 0,3 MPa) e então foi polimerizado a 160°C por 2 min.

Análise antimicrobiana.

As bactérias usadas na avaliação da atividade antimicrobiana dos materiais foram a *Escherichia coli* ATCC® 25922™ por método de difusão em agar Tripitona de soja (KASVI) adaptado da norma AATCC 147. Resumidamente, o tecido funcionalizado com as nanocápsulas foi esterilizado por ultra-violeta (UV) durante 15 minutos e inseridos no centro de uma placa contendo o meio de cultura previamente inoculado por espalhamento à superfície. As placas de bactérias foram incubadas 24h a 37°C. A atividade antimicrobiana foi definida pela zona de inibição ou de ausência de crescimento observado no tecido e à sua volta.

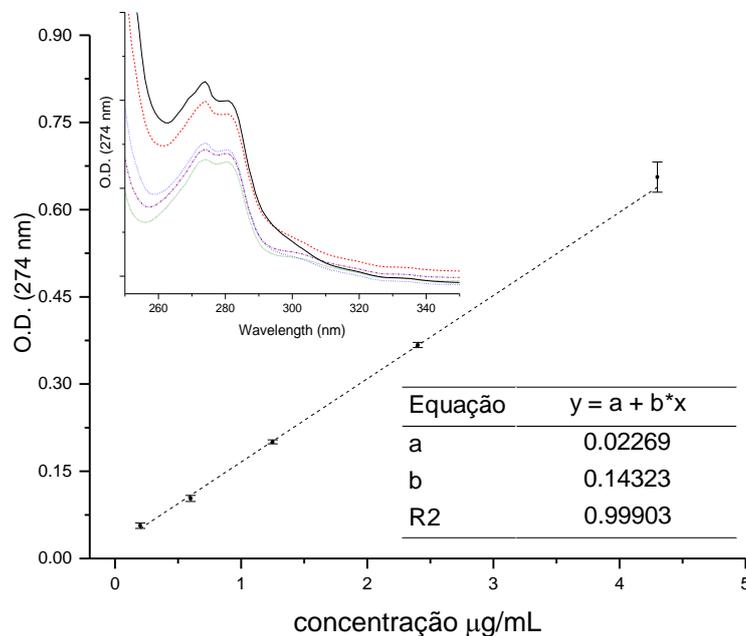
RESULTADOS

Para o cálculo da eficiência de encapsulamento, foi construído um gráfico de calibração, a fim de comparar e determinar a concentração de amostras coletadas ao final do processo de encapsulamento como apresentado na Figura 1.

Dos experimentos realizados foi verificado que se obteve uma boa eficiência de encapsulamento do óleo essencial. Quando comparado os experimentos notou-se uma pequena variação de encapsulação quando alterado os aspectos de

agitação e proporção quitosana/TPP, atingindo a maior eficiência na proporção 4:1 com agitação de 1200 rpm.

Figura 1: Curva de calibração.



Fonte: autoria própria (2019).

Segundo Gan *et al.* (2005) e Dong *et al.* (2013) a eficiência atinge melhores resultados no ponto central, 3:1 com agitação 800 rpm, divergindo deste valor experimental por prováveis erros experimentais cometidos. Tais dados são observados na tabela 1.

Tabela 1. Eficiência de Encapsulação.

Relação Qitosana:TPP	Agitação (RPM)	Eficiência de Encapsulação (valor médio)
4:1	445	95,25
4:1	1200	97,32
3:1	800	95,26
2:1	1200	95,53
2:1	445	96,89

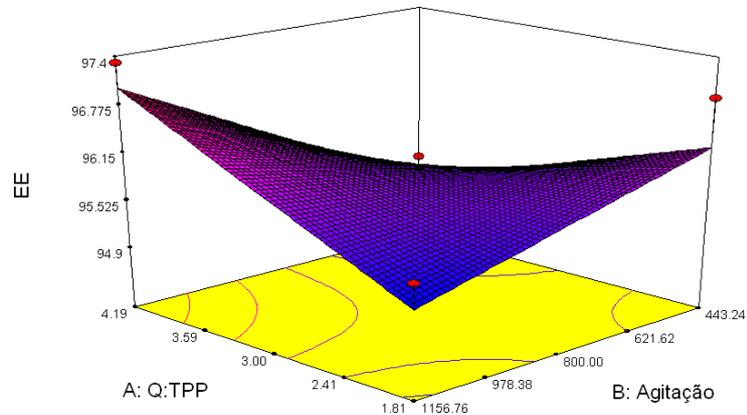
Fonte: autoria própria (2019).

Pelo Delineamento Composto Central Rotacionado (DCCR) foi possível construir o gráfico de influência das variáveis na eficiência de encapsulamento (Figura 2). Notou-se que o ponto ótimo do processo avaliado estatisticamente ocorre quando a relação Qitosana:Tripolifosfato aumenta, assim como a agitação no processo, entretanto para uma agitação menor e com relação reduzida também atinge uma eficiência próxima do ponto ótimo.

Cabe a ressalva de que para que o modelo tenha uma maior robustez é necessário um segundo planejamento fatorial com um número maior de

experimentos a fim de se estudarem outros fatores que possam influenciar no processo e então ter a possibilidade de otimização da reação.

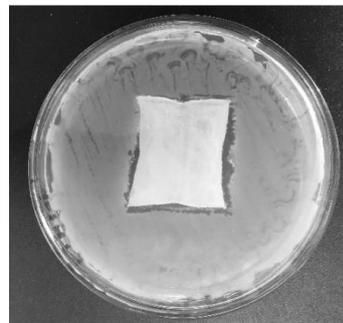
Figura 2: Representação gráfica da eficiência de encapsulação.



Fonte: Software Design Expert (2019).

Com a aplicação das nanocápsulas na amostra têxtil notou-se a inibição do crescimento bacteriano, no qual a amostra funcionalizada apresentou um pequeno halo quando em contato direto com a placa conforme a Figura 3. Comprovando a principal propriedade farmacológica do óleo de eucalipto, a ação antimicrobiana (Vicenzi *et al.* 2002).

Figura 3: Amostra têxtil da análise antimicrobiana.



Fonte: autoria própria (2019).

CONCLUSÃO

O presente estudo se propôs a estudar a influência de diferentes fatores no processo de nanoencapsulamento por gelificação iônica. Para tal foi desenvolvida uma calibração e posterior cálculo de eficiência para os experimentos, que por método estatístico foi possível entender a influência destes fatores neste processo. Também foi possível verificar a ação antimicrobiana do óleo essencial de eucalipto, involucro escolhido para o experimento. Como limitações do estudo e perspectivas futuras, propõe-se novos experimento com maior número de fatores a serem estudados para uma otimização do processo, assim como o acompanhamento da durabilidade do efeito dos materiais aplicados aos têxteis.

AGRADECIMENTOS

Os alunos participam do PROGRAMA INSTITUCIONAL DE VOLUNTARIADO EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA – PVICT 2018/2019 e PROGRAMA DE BOLSAS DE INICIAÇÃO EM DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO E INOVAÇÃO – PIBITI 2018/2019 com apoio da Universidade Tecnológica Federal do Paraná e Fundação Araucária, Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico do Paraná.

REFERÊNCIAS

BRITO, J., O. e VITTI, A., M., S., **Óleo Essencial de Eucalipto. Documento florestal.** nº 17. 2003. ISSN 0103-4715.

CARVALHO.A.P.O.;SOUZA.K.C.R,Extração do Óleo Essencial de Eucalyptus Globulus Utilizando Material Alternativo no Ensino de Química. Disponível em: [http://laszlo.ind.br/admin/artigos/arquivos/extracao_oleo_essencial__de_eucalipto\[1\].pdf](http://laszlo.ind.br/admin/artigos/arquivos/extracao_oleo_essencial__de_eucalipto[1].pdf). Acesso em 9 de ago. 2019.

DE VICENZI, M., SILANO, M., DE VICENZI, A., MAIALETTI, F., SCAZZOCCHIO, B. Constituent of Aromatic Plants: eucalyptol. **Science Direct:** Fitoterapia. 37, 269-275.

DONG, Y., NG, W., K., SHEN, S., KIM, S., TAN, R., B., H., Scalable Ionic Gelation Synthesis of Chitosan Nanoparticles for Drug Delivery in Static Mixers. **Science Direct:** Carbohydrate Polymers. 94, 940-945.

GAN, Q. et al. **Modulation of surface charge, particle size and morphological properties of chitosan-TPP nanoparticles intended for gene delivery.** Colloid and Surfaces B: Biointerfaces. , v.44, p. 65-73, Elsevier, Junho, 2005.

PEREIRA, J., L., **Composição Química dos Óleos Essenciais de Espécies de Eucalyptus L’Herit (MIRTACEAE).** Pós-Graduação em Agroquímica. Viçosa, 2010.

PASQUALIM, P. et al. **Microcápsulas de alginato de cálcio e óleo vegetal pela técnica de gelificação iônica:** Um estudo da capacidade de encapsulamento e aplicação dermatológica. Visão acadêmica, Curitiba, v. 11, n.1, jan./jun.2010.

YANG, Z., ZENG, A., XIAO, Z., JI, H., Preparation and controllable release of chitosan/vanillin microcapsules and their application to cotton fabric. **Flavor and Fragrance Journal:** Controllable release of vanillin. 29, 114- 120.

YOKSAN, Rangrong. JIRAWUTTHIWONGCHAI, Jatesuda. ARPO, Kridsada. Encapsulation of ascorbyl palmitate in chitosa nanoparticles by oil-in-water emulsion and ionic gelation processes. Colloids and Sufaces B: Biointerfaces. Elsevier, Nov., 2009.