

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO  
MESTRADO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO**

**MARCELO NATAN MARTINS**

**APRIMORAMENTO DA METODOLOGIA DE ENCAPSULAMENTO  
COM POLIESTIRENO VISANDO A ESCALA INDUSTRIAL**

**DISSERTAÇÃO**

**PONTA GROSSA  
2015**

**MARCELO NATAN MARTINS**

**APRIMORAMENTO DA METODOLOGIA DE ENCAPSULAMENTO  
COM POLIESTIRENO VISANDO A ESCALA INDUSTRIAL**

Dissertação apresentada como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia da Produção, do Programa de Mestrado em Engenharia de Produção da Universidade Tecnológica Federal do Paraná-Campus Ponta Grossa. Área de concentração: Nano Inova.

Orientador: Sergio Mazurek Tebcherani

**PONTA GROSSA**

**2015**

Ficha catalográfica elaborada pelo Departamento de Biblioteca  
da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa  
n.31/15

M386 Martins, Marcelo Natan

Aprimoramento da metodologia de encapsulamento com poliestireno  
visando a escala industrial. / Marcelo Natan Martins. -- Ponta Grossa, 2015.  
44 f. : il. ; 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Sergio Mazurek Tebcherani

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) - Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia de Produção. Universidade Tecnológica Federal do  
Paraná. Ponta Grossa, 2015.

1. Poliestireno. 2. Morfologia. 3. Solventes. 4. Engenharia de produção. I.  
Tebcherani, Sergio Mazurek. II. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. III.  
Título.

CDD 670.42



**Universidade Tecnológica Federal do Paraná**  
**Campus de Ponta Grossa**  
Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENSINO**  
**DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA**



## **FOLHA DE APROVAÇÃO**

Título da Dissertação Nº 273/2015

**APRIMORAMENTO DA METODOLOGIA DE ENCAPSULAMENTO COMO POLIESTIRENO  
VISANDO A ESCALA INDUSTRIAL**

por

Marcelo Natan Martins

Esta dissertação foi apresentada às 16 horas de 25 de março como requisito parcial para a obtenção do título de MESTRE EM ENSINO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA, com área de concentração em Ciência, Tecnologia e Ensino, linha de pesquisa em (linha de pesquisa), Programa de Pós-Graduação em Ensino de Ciência e Tecnologia. O candidato foi argüido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo citados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof. Dr. Evaldo Toniolo Kubaski (UEPG)

Prof. Dr. Thiago Sequinel (UTFPR)

Prof. Dr. Aldo Braghini Junior (UTFPR)

Prof. Dr. Sérgio Mazurek Tebcherani(UTFPR) -  
*Orientador*

Prof. Dr. Aldo Braghini Junior (UTFPR)  
Coordenador do PPGCT

**A FOLHA DE APROVAÇÃO ASSINADA ENCONTRA-SE NO DEPARTAMENTO DE  
REGISTROS ACADÊMICOS DA UTFPR – CÂMPUS PONTA GROSSA**

## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de agradecer a meus familiares, minha mãe Paulina e meu pai Leovanir, e meu irmão Marcos, por permitirem contruir a base necessária para que hoje estivesse aqui. Agradeço também a minha namorada Vanessa, pelo apoio e paciência que teve comigo durante estes dois anos.

Agradeço ao meu orientador Sérgio, pela amizade e também pelo profissionalismo no auxilio prestado tanto na área acadêmica, profissional e pessoal. Aos meus colegas de trabalho da AP Winner, pelo apoio no desenvolvimento do projeto.

Agradeço aos professores do mestrado em engenharia de produção, por todo o conhecimento que me foi passado nestes dois anos de atividades.

## RESUMO

MARTINS, Marcelo Natan. **Aprimoramento Da Metodologia De Encapsulamento Com Poliestireno Visando A Escala Industrial**. 2015. 44 f.. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2015.

A técnica de microencapsulamento consiste em englobar um núcleo com o material que se deseja proteger com uma casca sólida que tem a finalidade de proteger o núcleo. A técnica de evaporação de solvente consiste em realizar duas emulsões, contendo o núcleo que se deseja encapsular, o polímero que formará a cápsula dissolvido em solvente e um meio de dispersão. Para o processo, a modificação de parâmetros e condições de processo são capazes de aumentar a eficiência do microencapsulamento. Foram produzidas microcápsulas de poliestireno contendo água deionizada com o objetivo de analisar o efeito da relação núcleo cápsula, temperatura de evaporação, presença de cloreto de sódio e surfactante na eficiência do processo de microencapsulamento, quando comparados a uma amostra padrão. Adicionalmente, as amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise termogravimétrica (TG). Foi encontrado que a relação núcleo:cápsula ideal para a produção de microcápsulas é de 2:1, com eficiência de 61,47 %. A análise termogravimétrica indicou também que a relação 2:1 apresentava melhor eficiência pois continha uma maior quantidade de material do núcleo. As imagens de MEV mostraram que a microcápsula formada possui superfície lisa. A adição de tensoativo e a redução da temperatura de evaporação aumentaram a eficiência para 76,83 % e 79,25 % respectivamente.

**Palavras-chave:** Microencapsulamento. Poliestireno. Morfologia. Eficiência. Evaporação de Solvente.

## ABSTRACT

MARTINS, Marcelo Natan. **Improvement of Microencapsulation Methodology for Industrial Scale**. 2015. 44 f.. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2015.

The microencapsulation technic consist in envelop a core with the material to protect by a solid shell that protects the core for the external environment. The solvent evaporation technic consist into two emulsion, the core that wants to be encapsulated, the polymers for the shell solved into a organic solvent and a dispersion media. For the process, the modification of process parameters are able to improve the yield of the microencapsulation. It was produced polystyrene microcapsules with deionized water to evaluate the effect of core:shell ratio, evaporation temperature, the presence of sodium chloride and the surfactant in the efficiency microencapsulation process, when compared to a standard sample. Additionally, samples were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and thermal gravimetric analysis (TG). It was found that the ideal core:shell ratio for the production of microcapsules is 2: 1, with 61.47% of yielding. Thermogravimetric analysis also indicated that the 2:1 ratio had better efficiency since it contained a larger amount of the core material. The SEM images showed that the formed microcapsule has smooth surface. The addition of surfactant and reducing the evaporation temperature increased the efficiency of 76.83% and 79.25% respectively.

**Keywords:** Microencapsulation. Polystyrene. Morphology. Yielding. Solvent Evaporation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Tipos de morfologia de microcápsula.....	14
Figura 2. Representação da técnica de evaporação de solvente.....	17
Figura 3. Efeito da relação núcleo: cápsula no microencapsulamento.....	21
Figura 4. Influencia da concentração de NaCl na eficiencia do micorencapsulamento. ....	22
Figura 5. Pressão de saturação de vapor em função da temperatura para encapsulamento com .....	24
Figura 6. Efeito da temperatura na morfologia da microcápsula. ....	25
Figura 7. Microscopia da superfície de microcápsula com relação núcleo cápsula 1:1.....	35
Figura 8. Secção transversal de microcapsulas com relação núcleo cápsula 2:1(A) e 3:1(B).....	36

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>10</b>
1.1 OBJETIVO/PROBLEMA.....	11
1.1.1 Problema.....	11
1.1.2 Objetivos .....	11
1.1.2.1 Objetivo Geral .....	11
1.1.2.2 Objetivos específicos.....	11
1.2 JUSTIFICATIVA .....	12
<b>2 REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>13</b>
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>26</b>
3.1 MATERIAIS .....	26
3.2 MÉTODOS .....	26
3.2.1 Produção das Microcápsulas .....	26
3.2.2 Percentual de massa recuperada.....	27
3.2.3 Análise Termogravimétrica.....	28
3.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura .....	28
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>29</b>
4.1 Percentual de massa recuperada.....	29
4.2 Análise termogravimétrica .....	34
4.3 Microscopia eletrônica de varredura. ....	35
<b>5 CONCLUSÃO .....</b>	<b>38</b>
<b>6 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>39</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>40</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O processo de microencapsulamento consiste em revestir um núcleo contendo um composto ativo de interesse com um polímero fino, visando à proteção do material encapsulado do ambiente externo para preservar as propriedades do composto até o momento da aplicação.

O desenvolvimento do microencapsulamento teve grande destaque no desenvolvimento de papéis de cópia sem carbono, na possibilidade de administração de fármacos de maneira controlada, no mascaramento de nutrientes adicionados a alimentos, entre outras aplicações, sejam na área de farmácia, da química ou têxtil.

Existem várias técnicas para a produção de microencapsulamentos, podendo-se citar a técnica de *spray drier*, coacervação simples e coacervação complexa, leito fluidizado e evaporação do solvente.

O método de evaporação do solvente utiliza princípios físicos e mecânicos de fácil reprodução e os parâmetros de processo permitem alterar as propriedades finais das microcápsulas. O encapsulamento de compostos ativos hidrofílicos é facilmente encontrado em fármacos ativos, porém poucos são os registros encontrados para substâncias químicas com propriedades reativas, como compostos ácidos.

Para este trabalho, utilizou-se o método de evaporação do solvente para criar microcápsulas de poliestireno com núcleo de água deionizada, um solvente comum para compostos químicos hidrossolúveis. Foi criada uma amostra padrão onde foi utilizada a relação de núcleo cápsula 1:1, temperatura de evaporação de 36 °C em um processo de secagem de 8 horas. Esta amostra foi comparada com amostras de processos modificados na relação núcleo:cápsula, temperatura de evaporação e a presença de surfactante ou aditivo de processo no meio de evaporação, determinando o impacto de cada variável para o rendimento do processo de encapsulamento.

## 1.1 OBJETIVO/PROBLEMA

### 1.1.1 Problema

O uso de microcápsulas para armazenamento de compostos químicos necessita de características únicas para garantir as propriedades do composto encapsulado durante o seu armazenamento. Como é possível controlar estas propriedades no encapsulamento de compostos para o armazenamento, mantendo uma alta eficiência de processamento?

### 1.1.2 Objetivos

#### 1.1.2.1 Objetivo Geral

Aprimorar uma metodologia de encapsulamento com poliestireno de soluções aquosas apto a escala industrial, visando a proteção do composto encapsulado em um processo eficiente.

#### 1.1.2.2 Objetivos específicos

- Produzir microcápsulas estáveis com compostos aquosos como núcleo.
- Avaliar rendimento de produção através de análises laboratoriais.
- Investigar o impacto das modificações dos parâmetros de processo na qualidade das microcápsulas.
- Determinar os parâmetros de processo para melhor eficiência.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

A maioria dos relatos sobre o processo de microencapsulamento é referente à escala laboratorial, cujo processo é destinado ao encapsulamento de fármacos. Por outro lado, o encapsulamento de compostos, destinados ao armazenamento de substâncias para futuras reações químicas é muito pouco relatado na literatura científica.

A possibilidade de encapsular produtos químicos em termoplásticos, como por exemplo, o poliestireno, torna propício o uso de um polímero barato para o armazenamento temporário, de compostos ácidos, e de maneira segura. Para que isso seja possível, os parâmetros encontrados para o processo de evaporação do solvente devem permitir um controle de propriedades de maneira segura e com resultados interessantes na morfologia das microcápsulas para que se possa atingir as propriedades finais desejadas do produto.

Existem várias técnicas para a produção de microencapsulamentos, podendo-se citar a técnica de spray-drier, coacervação simples e coacervação complexa, leito fluidizado e evaporação do solvente. O encapsulamento por evaporação de solvente é uma metodologia simplificada de processamento, e que permite o encapsulamento de soluções aquosas. Isto ocorre porque a evaporação do solvente se dá em temperaturas mais baixas que a evaporação da água, diferentemente das tecnologias de *spray drying* e leito fluidizado.

Outra vantagem da metodologia de encapsulamento por evaporação do solvente é que esse método não possui etapas de reações químicas como os processos de polimerização interfacial, o que reduz a interferência de compostos reativos durante o encapsulamento.

O controle de parâmetros como a taxa de evaporação, a temperatura de processamento e a relação núcleo:cápsula permite a obtenção de microcápsulas com morfologia lisa, diferente do processo de *spray congeling*, técnica variante do *spray drying* que apresenta superfícies porosas na superfície das cápsulas.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

O microencapsulamento é uma técnica onde material ativo, que pode ser sólido, líquido ou gasoso; é revestido com um material de cobertura a fim de proteger o núcleo do ambiente externo. O material que é revestido é chamado de núcleo e o composto que envolve este núcleo é chamado de cápsula. Na literatura, tem-se dado grande destaque ao processo de microencapsulamento que faz referência ao tamanho das cápsulas obtidas, embora os mesmos processos possam ser utilizados para obter cápsulas em escala macrométrica e nanométrica. (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010)

A técnica de microencapsulamento é utilizada em diversas áreas de aplicação, como na área farmacêutica, alimentícia, química, entre outras. Das várias utilizações dos microencapsulados, pode-se destacar a separação de componentes incompatíveis, a conversão de compostos líquidos em sólidos, o aumento da estabilidade de um composto, a inibição de odor e de sabor de componentes encapsulados, a proteção do ambiente e a liberação de compostos ativos. (BORDES et al, 2010) (BROSSE, C. 1995) (GUPTA, C., et al 2014) (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008)

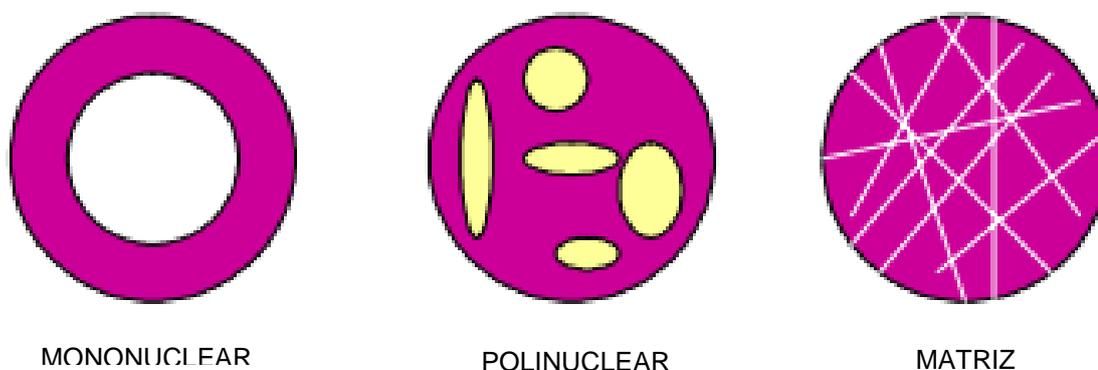
O uso de microencapsulamento na indústria é relatado na criação de papel de cópia sem carbono (*carbonless copy paper*). Neste produto, uma tinta de caráter ácido e transparente é microencapsulada e depositada no papel de cópia. Quando pressionada a ponta de uma caneta sobre o documento, ocorre a fratura na cápsula que libera a substância em um papel de deposição sensível ao pH, criando uma cópia dos dados inseridos no documento original. (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009)

Na área farmacêutica, diversos trabalhos apresentam o processo de microencapsulamento no uso de fármacos com liberação controlada. A microcápsula é lentamente degradada e assim libera lentamente o fármaco em seu núcleo, reduzindo assim a frequência de dosagem e permitindo uma liberação localizada do medicamento. (DELLA PORTA, et al, 1992) (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (PARK, J.; Y E PARK, K. 2005)

Na indústria têxtil, microcápsulas são carregadas com parafinas para a criação de materiais com mudança de fase. As microcápsulas são embebidas no tecido, e o corpo fornece calor para provocar a mudança de fase da parafina dentro

da microcápsula, absorvendo o calor gerado pelo corpo. Com o resfriamento do corpo ocorre a solidificação da parafina, liberando calor latente para o usuário. (SÁNCHEZ, L., et al. 2008) (JAMEKHORSHID, SADRAMELI, FARI, 2014)

As microcápsulas podem ser classificadas de três maneiras. Uma microcápsula com núcleo único apresenta uma única câmara oca dentro da cápsula. As microcápsulas com múltiplos núcleos são chamadas de polinuclear e apresentam mais de um núcleo com diferentes tamanhos dentro da cápsula. As microcápsulas tipo matriz possuem o núcleo integrado a cápsula sem apresentar uma cavidade onde o composto ativo esteja concentrado. A figura 1 representa os tipos de cápsulas existentes. (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009)



**Figura 1. Tipos de morfologia de microcápsula.**  
**Fonte: Adaptado de DUBEY; SHAMI; RAO, 2009.**

Diversas técnicas são utilizadas para produção de microcápsulas, e sua seleção depende das características dos componentes que se deseja encapsular como também das qualidades finais do produto que deseja-se obter. As técnicas dividem-se entre processos químicos, físico-químicos e processos físicos mecânicos. (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010)

Uma técnica de microencapsulamento que é realizada através de método químico é a da polimerização interfacial. Nesta técnica, a cápsula é formada na superfície de uma gota ou partícula por polimerização de seus monômeros. Esta polimerização pode ser por emulsão, onde o material a ser encapsulado é adicionado juntamente com o monômero ao meio emulsificante. Com o início da polimerização, ocorre a deposição do polímero na interface das fases emulsionadas, e, conforme vai ocorrendo a polimerização, vai ocorrendo a formação de uma parede na superfície do núcleo, criando as microcapsulas. Esta técnica é compatível com núcleos lipofílicos. (HIRECH, K. et al, 2003) (SALAÖN, F. 2013)

Semelhante a técnica da polimerização interfacial, existe a técnica de policondensação interfacial, onde a existência de dois monômeros reativos depositam-se na interface do núcleo onde ocorre a reação de policondensação para a geração das microcápsulas. (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010)

Como aplicação da polimerização interfacial, tem-se o trabalho de Salaün et. al. (2011), onde a técnica de polimerização interfacial foi a utilizada na produção de microcápsulas de xilitol, utilizando o poliuretano como parede das microcápsulas.

Como método físico-químico de microencapsulação, existem a coacervação simples e complexa. A coacervação utiliza uma fase rica em polímero chamada coacervato e uma fase pobre em polímero chamada de meio de coarcevação. A coacervação pode ser do tipo simples ou do tipo complexa. Na coacervação simples é utilizado um dissolvente que provocará a separação de fase, e na coacervação complexa utiliza uma complexação entre polímeros de cargas opostas. (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010) A coacervação complexa foi utilizada por Rocha-Selmi et. al. (2013) para o encapsulamento de sucralose em gelatina bovina e goma arábica, obtendo resultados que tornaram válido o processamento das microcápsulas por esta técnica.

Como método físico-mecânico, merece destaque o processo de *spray drying*, muito utilizado no encapsulamento de fragrâncias, óleos e essências, o qual apresenta um baixo custo de processo. Neste processo uma emulsão é criada e o núcleo, geralmente um óleo ou um ativo hidrofóbico, é disperso em solvente juntamente com uma alta concentração de polímero. Esta emulsão é atomizada através de um disco rotativo em uma câmara de ar aquecida. Com o calor, o solvente é evaporado, criando uma cápsula sólida com o núcleo encapsulado. Como característica, esta técnica forma microcápsulas do tipo polinuclear ou tipo matriz. Esta técnica foi utilizada por Quispe-Condori, Saldaña e Temelli (2011) na criação de microcápsulas de óleo de linho. Como desvantagem desta técnica é a temperatura envolvida no processo que limita o uso em compostos voláteis ou aquosos. (GHARSALLAOUI, A., et al 2007) (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008)

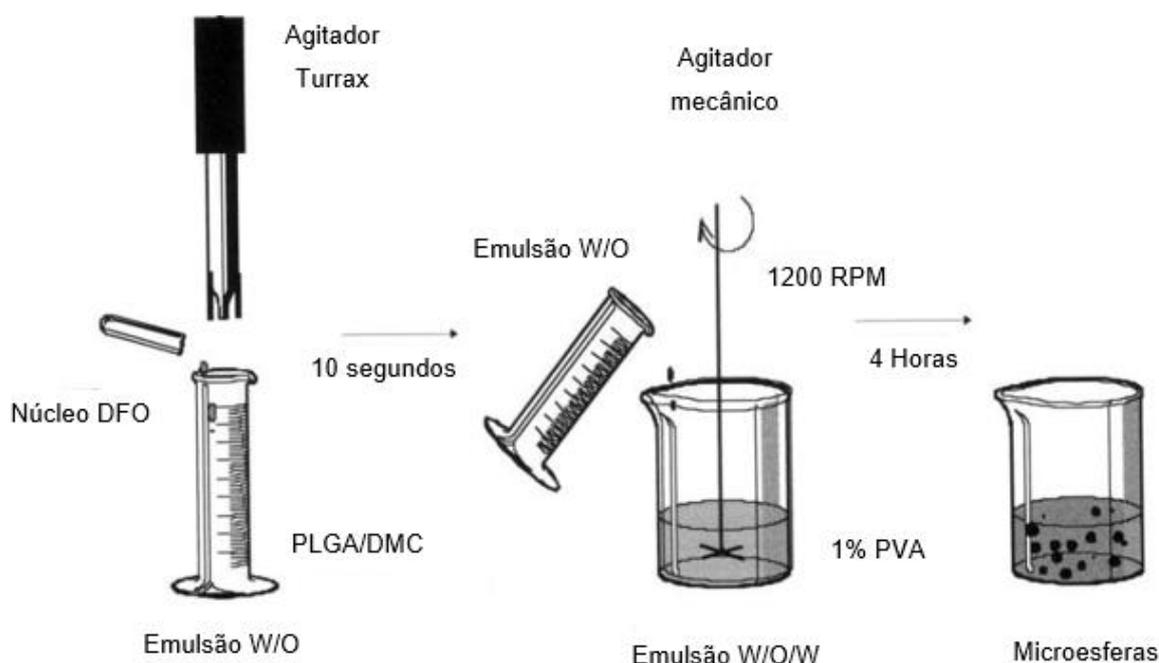
Uma variação deste método é a técnica de *spray congeling* ou *spray chilling*, onde o polímero encapsulante é fundido e misturado com o núcleo que se deseja encapsular. Este processo ocorre através da atomização em uma câmara fria. (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009) (ALVIM, I. D. et al, 2013) O resfriamento provoca o

encapsulamento do material em cápsulas polinucleares. Como desvantagem, esta técnica cria cápsulas com baixa qualidade do acabamento superficial, onde poros que são formados são permeáveis a migração de material o que dificulta o armazenamento dos microencapsulados. Chambi et. al. (2008) utilizaram a técnica para encapsular composto hidrossolúveis em cápsulas de glucose e caseína. O processo com maior eficiência utilizou caseína, obtendo microcápsulas com morfologia esférica e superfície enrugada.

Outro método físico mecânico é o leito fluidizado, onde o material de cobertura líquido é atomizado sobre o material que se deseja encapsular e a evaporação rápida converte este material nas paredes das microcápsulas. Esta técnica foi utilizada por Nienaltowska et. al. no uso de derivados de metilcelulose para o encapsulamento de cápsulas de vidro. (NIENALTOWALSKA, K, *et al*, 2009) (GOUIN, S. 2005.)

A técnica que despertou atenção neste estudo, foi a da evaporação de solvente.

A evaporação de solvente é classificada também como um método físico mecânico. Nesta técnica o núcleo da microcápsula é emulsionado em uma solução do polímero encapsulante, chamado de fase dispersa. Após a estabilização da emulsão, esta fase é dispersa em um meio contínuo, onde ocorre a evaporação do solvente do polímero sob agitação contínua, solidificando as paredes da cápsula e encapsulando o núcleo. A figura 2 ilustra a técnica. (ANDRE-ABRANT, TAVERDET, JAY, 2001)(JYOTHI, N. V. N. et al., 2010) (SCHLICHER, E. J. A. M.; et al. 1997).



**Figura 2. Representação da técnica de evaporação de solvente.**

Fonte: adaptado de SCHLICHER et. al.1997.

A Figura 2 representa a técnica de evaporação do solvente. Nesta técnica são necessárias três fases distintas para que ocorra o encapsulamento. O núcleo compõe a primeira fase, e consiste no agente ou composto químico ativo que se deseja encapsular, sendo ele hidrofílico ou hidrofóbico. A natureza do núcleo definirá qual técnica de evaporação de solvente poderá ser utilizada. (FREITAS, MERKLE, GANDER, 2005) (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009) (UDDIN, HAWLADER E ZHU, 2001)

Caso o núcleo seja hidrofóbico, uma emulsão de óleo em água (*oil-in-water*, O/W) pode ser utilizada. O material com baixa solubilidade em água é dissolvido em solvente orgânico juntamente com o polímero, criando uma fase dispersa. Esta mistura é dispersa em um meio contínuo hidrofílico sob agitação. Devido à natureza hidrofóbica dos componentes, a agitação cria pequenas gotas da fase oleosa, que durante a extração do solvente promovem a solidificação do polímero em cápsulas micrométricas contendo o composto ativo encapsulado. (ELKHARRAZ, K. et al, 2011) (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010)

O núcleo ainda pode ter comportamento hidrofílico. Neste caso, o método óleo em água não pode ser utilizado eficientemente. O comportamento hidrofóbico

não permitirá a solubilização do núcleo na fase dispersa e também permitirá ao núcleo migrar para a fase contínua, reduzindo assim a eficiência do processo durante a etapa de evaporação. Uma modificação ao método anterior seria a emulsificação do núcleo hidrofílico na fase dispersa contendo o polímero disperso em um solvente apropriado, criando uma emulsão água-em-óleo (*water-in-oil*,  $W_1/O$ ). Esta emulsão é dispersa em uma fase contínua composta por uma fase aquosa com presença de um tensoativo ou emulsificante sob agitação mecânica. O processo de agitação manterá a emulsão  $W_1/O$  dispersa em pequenas gotículas, criando uma mistura tipo água em óleo em água, chamada em inglês de *water-oil-water*,  $W_1/O/W_2$ , nome mais comum para a técnica. Sob agitação contínua, ocorre a evaporação do solvente e a solidificação do polímero criando assim a microcápsula. (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010)

A seleção do polímero depende do núcleo utilizado e da aplicação que se deseja. Técnicas de produção de medicamentos microencapsulados utilizam polímeros de origem natural, como utilizado por Schlicher et. al. (1997). Schlicher encapsulou a desferrioxamina, um medicamento ativo antimalária, em poli (d, l-ácido láctico-co-glicólico) (PLGA) como material de cobertura. O PLGA é selecionado neste caso devido a sua biodegradabilidade e biocompatibilidade. Sánchez et. al. (2008) utilizaram Poliestireno para o encapsulamento de parafina na criação de materiais com mudança de fase (mais conhecido como *phase change materials*, ou PCM). (ENGELMANN, G. et al 2004)(ESLAMI, A. et al, 2011) (LI, J., et al, 2011)

Li et. al. (2013) utilizam poli (metil metacrilato) PMMA para o encapsulamento de Poli(éter amina), que atua como um agente de cura para resinas tipo epóxi. O PMMA foi selecionado devido a sua boa estabilidade química em relação ao agente de cura, e também por apresentar compatibilidade com epoxy.

A seleção do solvente depende do polímero que será utilizado para o processo de encapsulamento. Muitos processos utilizam solventes clorados, pois estes apresentam um grande poder de solubilidade para diversos tipos de polímeros, tanto orgânicos como sintéticos. Um solvente bastante utilizado é o cloreto de metileno, que é volátil e possui ponto de ebulição próximo a 40°C. Estas características permitem uma alta taxa de evaporação do solvente, permitindo sua completa remoção das microcápsulas. Apesar de tóxico, o cloreto de metileno é utilizado inclusive na produção de fármacos, como utilizado por Schlicher et. al. (1997) no encapsulamento de desoxiferroamina, e também nos trabalhos de UDDIN,

HAWLADER e ZHU, no encapsulamento de ácido ascórbico, uma vitamina hidrossolúvel. O cloreto de metileno também foi utilizado por Li et. al. (2013) no desenvolvimento de microcápsulas de agentes de cura para epóxi em PMMA. Outros solventes como acetato de etila e isopropil formato podem ser utilizados para o microencapsulamento, em substituição do cloreto de metileno e outros solventes tóxicos. (JANG E SAH, 2011) (MOLDENHAUER, NAIRN, 1994)

O meio contínuo é estabilizado pelo uso de álcool polivinílico (PVA). Ele evita a coalescência e a aglomeração das partículas durante a evaporação do solvente, além de estabilizar a emulsão.

Quando se trata de processos de encapsulamento, alguns fatores podem alterar as características do produto final encapsulado por evaporação de solvente. Estes fatores podem ser divididos em duas categorias, que são os parâmetros de processo e as condições de operação. Estas modificações refletem principalmente na eficiência de encapsulamento, reduzindo ou aumentando a perda de material; ou alteram a morfologia da microcápsula, criando cápsulas porosas e com perfil de liberação ou microcápsulas sólidas indicadas para armazenamento. (JONES, PEARCE, 1995) (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009)

Para controlar o produto final encapsulado, um fator que pode ser alterado durante o processamento é a viscosidade do sistema de encapsulamento. O aumento da viscosidade da fase dispersa resulta no aumento do diâmetro da microcápsula e permite uma maior eficiência no processo de encapsulamento. O aumento da viscosidade da fase dispersa dificulta a migração do núcleo da microcápsula para a fase contínua, aumenta a velocidade de solidificação da parede e contribui para a redução da porosidade nas paredes da microcápsula, aumentando a eficiência do microencapsulamento e permitindo a criação de uma morfologia mais estável para a microcápsula. (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010) (MURTAZA, G., et al 2009) (SCHLICHER, E. J. A. M.; et al. 1997) É possível também modificar a viscosidade da fase contínua, com adição de uma porcentagem maior de PVA. Esta modificação é pouco utilizada, pois um aumento da viscosidade da fase contínua aumentaria o tempo do processo de lavagem e remoção do PVA da superfície das microcápsulas, dificultando a recuperação das cápsulas após o término da evaporação. (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009)

A relação entre núcleo/cápsula é geralmente expressa em relação á massa de ambos, sendo relatada por vários autores como um fator que altera a eficiência

de encapsulamento. No trabalho de Li et. al., ocorreu a ruptura da cápsula quando foi utilizada uma proporção de 6:1 de núcleo/cápsula no seu processo de microencapsulamento, devido apresentarem paredes muito finas da cápsula formada. (LI et al., 2013) Schlicher et. al. (1997) observaram uma redução na eficiência de encapsulamento e também um menor volume de núcleo carregado em suas microcápsulas com o aumento da relação de núcleo e polímero.

Foi observado que o aumento da relação núcleo/cápsula provocou a criação de poros na superfície das microcápsulas, permitindo assim a migração e a perda de material do núcleo. Durante a etapa de evaporação de solvente, a quantidade de solvente na fase dispersa diminui, e o núcleo tende a ser expelido para o meio contínuo, reduzindo a eficiência do encapsulamento. No mesmo trabalho, Schlicher (1997) fixou a quantidade de núcleo que seria utilizada e aumentou a concentração de polímero e foi observado que a eficiência de encapsulamento atingiu um máximo de 80% com uso de 10% de PLGA para microencapsulamento.

Conforme já citado, o aumento da concentração de polímero resulta no aumento da viscosidade da fase dispersa, criando assim uma maior barreira para a migração durante o processo de evaporação do solvente, o que permite uma maior eficiência de encapsulamento. Li et. al. (2013) variaram a quantidade de agente de cura em suas microcápsulas de poliestireno, de proporções núcleo/cápsula de 1:1, 2:1, 4:1 e 6:1. A figura 3 apresenta os resultados obtidos pelos autores, onde o aumento da concentração aumentou o conteúdo do núcleo, porém na proporção 6:1 ocorreu uma drástica redução.

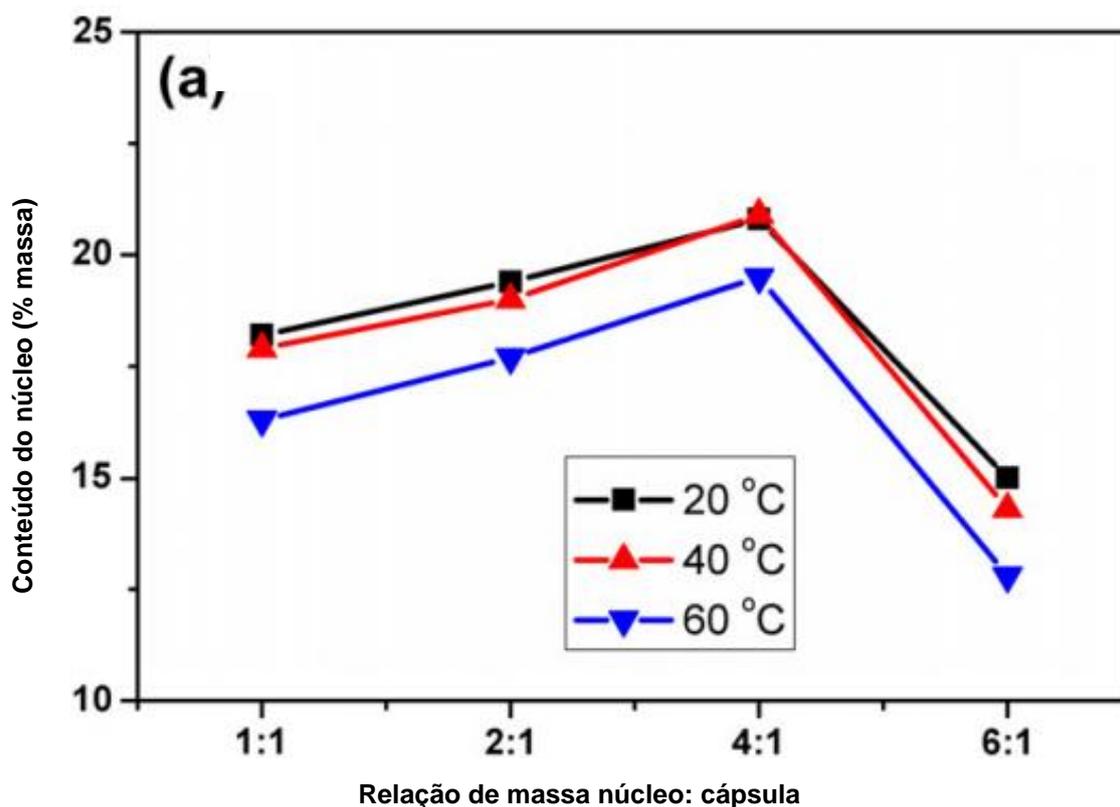


Figura 3. Efeito da relação núcleo: cápsula no microencapsulamento.

Fonte: Adaptado de LI, *et al.* 2013

O aumento da relação núcleo:cápsula provocou um aumento do conteúdo do núcleo. Na proporção 6:1, a quantidade de polímero utilizada não era suficiente para cobrir o núcleo de maneira eficiente, resultando em perda de material durante o processo. O limite de 4:1 utilizado no trabalho de LI, Q. *et al* mostrou-se independente da temperatura de processamento utilizada.

Os surfactantes, ou também chamados de tensoativos são adicionados em soluções de dois compostos imiscíveis para promover a mistura entre eles. O surfactante é composto de uma parte da molécula lipofílico, compatível com compostos orgânicos; e uma parte hidrofílica, compatível com compostos polares hidrossolúveis.

Benítez *et. al.* (2014) adicionaram sorbitan monooleato e sorbitan monolaureato, comercialmente conhecidos como SPAN 20 e TWEEN 20 respectivamente; na produção de microcápsulas de monoclórato de naloxone em PLGA. Benítez não encontrou variações na morfologia ou na distribuição do diâmetro das microcápsulas. Obteve uma maior quantidade de fármaco encapsulado quando utilizou SPAN 20, que possui um valor de balanço hidrofílico-lipofílico (HLB)

de 4,3, sendo mais suscetível a estabilizar a emulsão  $W_1/O$  do sistema utilizado, permitindo um maior carregamento de naloxane na microcápsula.

É possível também modificar o processo alterando a pressão osmótica da fase contínua. Com a adição de um eletrólito solúvel cria-se um gradiente de concentração que não favorece a migração da fase hidrofílica do núcleo para a fase dispersa. Um composto utilizado é o cloreto de sódio disperso no meio contínuo, como realizado por Pistel e Kissel (2000).

Os autores realizaram a adição de cloreto de sódio no núcleo e também no meio contínuo de microencapsulamento. A adição de cloreto de sódio no núcleo não resultou em aumento da eficiência. A adição de cloreto de sódio na fase contínua aumentou a eficiência de microencapsulamento, já que a pressão osmótica reduziu a migração do núcleo para a fase contínua, para concentrações acima de 2,5 % de cloreto de sódio. A figura 4 ilustra os resultados obtidos nesse trabalho. (PATEL, et al. 2012)

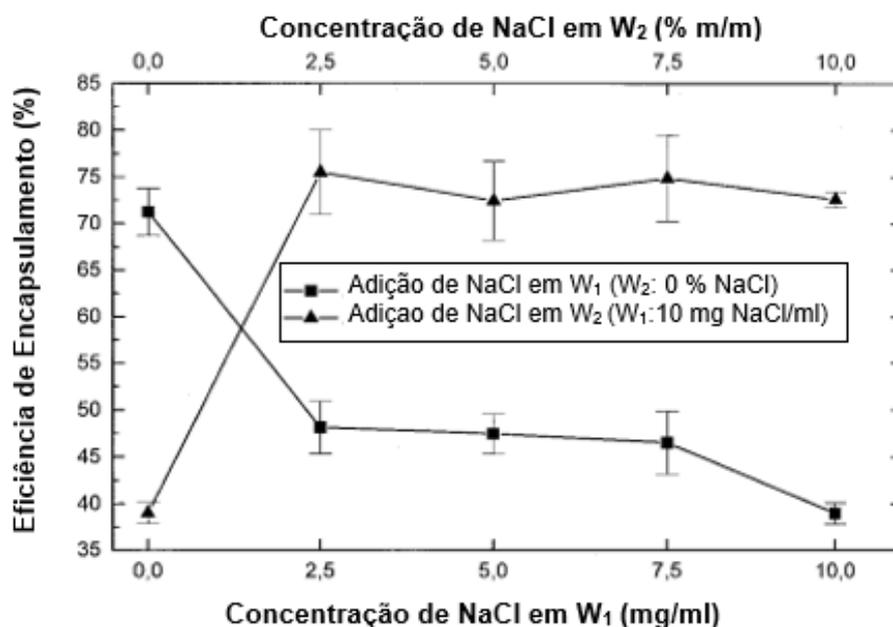


Figura 4. Influencia da concentração de NaCl na eficiencia do microencapsulamento.

Fonte: Adaptado de PISTEL; KISSEL. 2000

Pistel e Kissel (2000) ainda testaram o uso do cloreto de sódio durante o início da evaporação e também após o processo de evaporação já ter iniciado, e comprovaram que o efeito provocado pela pressão osmótica interfere na migração durante o início da solidificação, período de maior migração de núcleo para a fase

dispersa, já que a adição após 3 e 15 minutos de evaporação não aumentou a eficiência de microencapsulamento.

A geometria e condições de agitação, como a velocidade, também refletem sobre o processo de microencapsulamento. A taxa de agitação altera o equilíbrio entre forças de cisalhamento e tensão interfacial. O aumento da taxa de agitação reduz a distribuição de tamanho de partícula (DUBEY, SHAMI E RAO, 2009). Li et. al. alteraram a agitação do sistema de encapsulamento de 200 rpm para 500 rpm. Como resultado, o diâmetro médio das microcápsulas foi reduzido e a distribuição tornou-se estreita. (LI et al., 2013)

Para o processo de microencapsulamento, a taxa de evaporação determina a velocidade com que as paredes da microcápsula se solidificam. Uma taxa de evaporação maior é indicada para o aumento da eficiência. Esta taxa de evaporação pode ser aumentada com um incremento na temperatura de evaporação ou com a redução de pressão. Apesar de possuir um fácil controle, a temperatura do processo de evaporação não deve ser alta a ponto de atingir a temperatura de ebulição do solvente. Durante a ebulição do solvente, ocorre a formação de bolhas que desestabiliza a fase dispersa. (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008) (JYOTHI, N. V. N. et al., 2010)

Analogamente ao aumento de temperatura, é possível provocar o aumento da taxa de evaporação pela redução da pressão no processo. O aumento da taxa de evaporação pela redução da pressão cria microcápsulas com uma superfície mais lisa, e traz uma redução para o tempo de processamento. Esta redução no processamento diminui a migração de material do núcleo e permite maior eficiência de encapsulamento. A redução da pressão, assim como a temperatura, não deve exceder a pressão de saturação de vapor, onde ocorreria a ebulição do solvente pela redução da temperatura. Uma correta seleção deve avaliar como a temperatura e a pressão selecionada irá influenciar na evaporação do solvente. A revisão publicada por Li e seus colaboradores está esquematizado no gráfico da figura 5, onde é possível relacionar estas duas variáveis para obter condições ideais para encapsulamento utilizando o cloreto de metileno. (LI, ROUAUD, PONCELET, 2008)

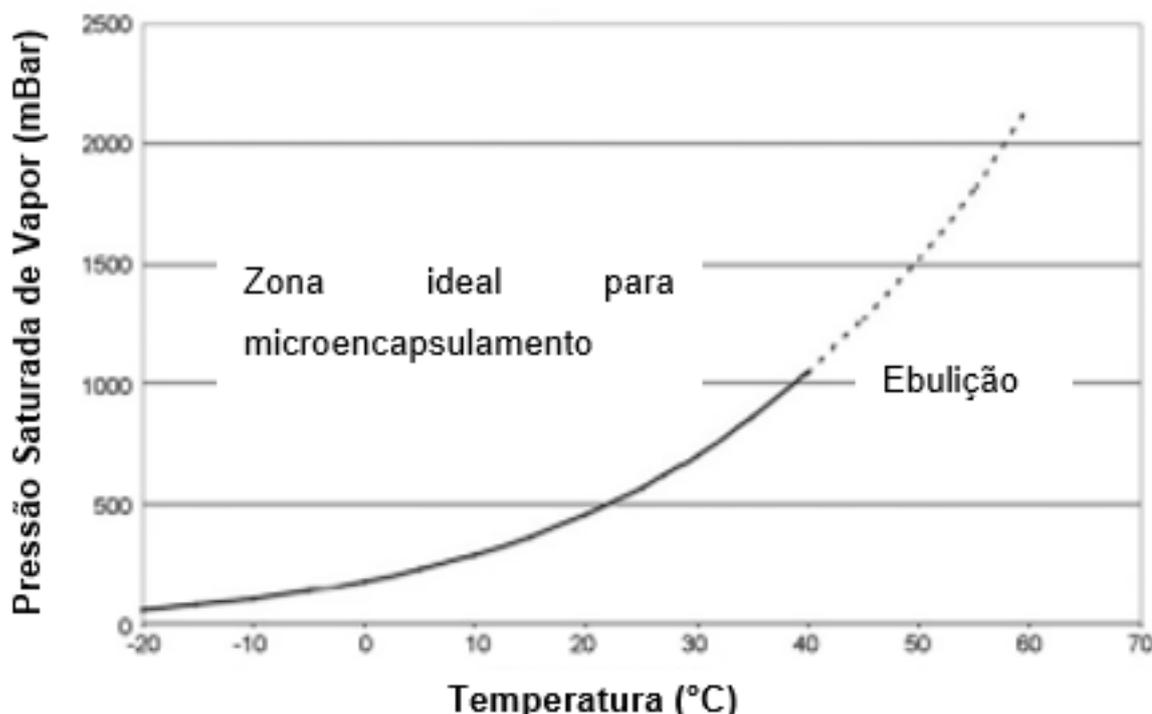


Figura 5. Pressão de saturação de vapor em função da temperatura para encapsulamento com cloreto de metileno.

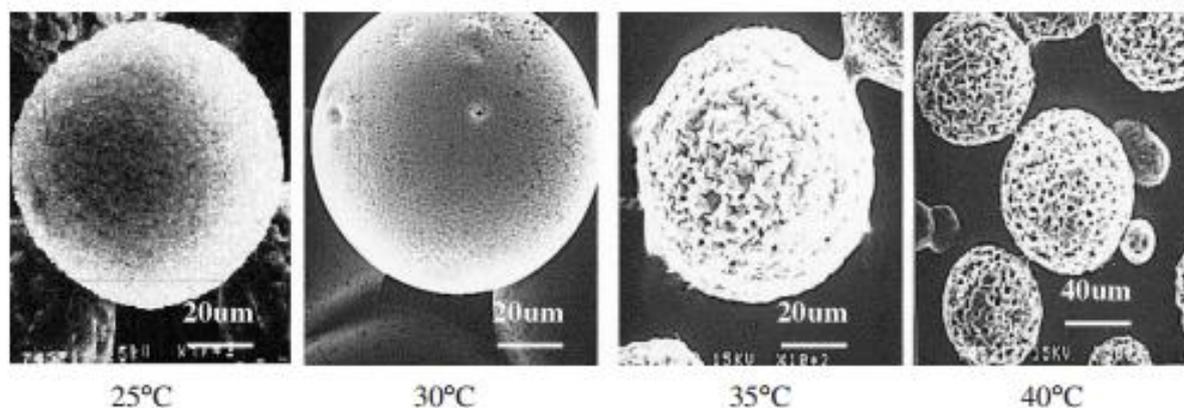
Fonte: Adaptado de LI; ROUAUD; PONCELET, 2008.

Para o processo de microencapsulamento, as melhores condições ocorrem em temperaturas e pressão localizadas na região acima da curva da figura 05. Neste ponto o solvente cloreto de metileno não entrara em ebulição, perdendo massa de maneira contínua e uniforme, permitindo a deposição do polímero em solução na superfície do núcleo. Durante a ebulição, o solvente aumenta de volume, criando bolhas de vapor de cloreto de metileno, o qual não permite a deposição uniforme do polímero na superfície do núcleo.

Meng et. al. (2004) utilizaram o método de evaporação de solvente comparando diferentes formas de remoção para o encapsulamento de hemoglobina bovina em monometoxi-polietilenoglicol- $\beta$ -polilactídeo. Quando comparado os processos de evaporação a pressão ambiente e pressão reduzida de 30 kPa, foi obtido uma redução de 240 minutos para 40 minutos no tempo de evaporação do solvente. O resultado apresentou um aumento na eficiência de encapsulamento de 25,6 % para 30,1 %.

No trabalho de Fu, Ping e Gao (2006), onde utilizou PLGA para encapsulamento de *huperzine*, um medicamento para terapia contra Alzheimer; os

autores realizaram a variação da temperatura de evaporação do solvente nos valores de 25 °C, 30 °C, 35 °C e 40 °C. Foi observado que a eficiência de encapsulamento foi baixa para a temperatura de 40 °C, com valor de 59,27 %, enquanto as outras três temperaturas apresentaram rendimento superior a 70 %. A figura 6 apresenta a morfologia de superfície obtida de acordo com a temperatura de ebulição utilizada.



**Figura 6. Efeito da temperatura na morfologia da microcápsula.**

**Fonte: FU; PING; GAO. 2005.**

Na figura 6, é possível observar a redução da eficiência causada pelo aumento dos poros de pequenos diâmetros. Quando comparado aos processos de baixa temperatura, o aumento rápido de volume provocado pela ebulição cria microporos que permitem a migração do núcleo para a fase dispersa. Em temperaturas menores, apesar de possírem taxa de remoção do solvente menor, não desestabilizam a interface entre núcleo e cápsula, diminuindo a migração do material do núcleo.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

Cloreto de metileno (DCM) fornecido pela Química Araguaya Ltda (pureza 99,7%), Nonil Fenol etoxilado 9,5 (teor de água 0,03%) fornecido pela Brenntag America Latina. O poliestireno cristal foi cedido por Brisco do Brasil. O álcool polivinílico (PVA) utilizado foi cedido pela Proquimil produtos químicos LTDA, com 88,59% em mol de teor de hidrólise. Todos os reagentes foram utilizados como recebidos. Em todo o processo foi utilizado água desmineralizada.

#### 3.2 MÉTODOS

##### 3.2.1 Produção das Microcápsulas

O núcleo composto de 3 ml de água foi disperso lentamente com auxílio de agitador magnético em 27 ml de uma solução de 10 % em peso de poliestireno em cloreto de metileno, formando uma emulsão tipo W1/O, e mantida sobre agitação constante a 700 rpm durante 30 minutos. Com auxílio de um agitador mecânico, foi realizada a dispersão da fase W1/O em um meio contínuo (W2) composto de 150 ml de uma solução aquosa de PVA 1 % em peso. A mistura W1/O/W2 foi mantida em agitação constante em 450 rpm durante duas horas à temperatura de 36 °C para permitir a evaporação completa do solvente. Após o processo, as amostras foram filtradas e lavadas em água corrente por quinze minutos para remoção de PVA da superfície das amostras, e secas em estufa microprocessada a 40 °C por 8 horas. Esta foi a condição padrão das amostras utilizadas como comparativo nos resultados das modificações do processo.

A tabela 1 apresenta as massas dos respectivos componentes utilizados na produção das microcápsulas do padrão de referência:

Tabela 1. Relação de massa dos componentes do encapsulamento.

Composto	Núcleo		Fase dispersa		Fase contínua	
	Água	DCM	PS	Água	PVA	
Padrão	3 ml	27 g	3 g	149,5 g	1,5 g	

Fonte: O autor.

Para avaliar a influência da relação núcleo:cápsula, duas amostras foram produzidas e comparadas com a amostra padrão. Para isso foram utilizados 6 ml e 9 ml de água no núcleo, e mantido a temperatura do processo de evaporação em 36 °C, durante o período de 2 horas para a evaporação do solvente. Estas amostras apresentavam relação núcleo:cápsula de 2:1 e 3:1 respectivamente.

Para avaliar o efeito da temperatura de evaporação, duas amostras foram produzidas utilizando a temperatura de 30 °C e 25 °C para a evaporação, e comparadas com a amostra padrão. Neste processamento, a relação núcleo:cápsula foi de 1:1, e com tempo de evaporação de 2 horas.

Para avaliar o efeito do cloreto de sódio na fase externa ( $W_2$ ), três amostras foram produzidas adicionando 1 %, 5 % e 10 % em massa da solução aquosa de PVA, para comparação com a amostra padrão. Neste processamento, a relação núcleo:cápsula utilizada foi de 1:1, e o tempo de evaporação foi de 2 horas.

Para avaliar o efeito de tensoativo auxiliar de processo para estilização da emulsão, duas amostras foram criadas para comparação com a amostra padrão. A primeira delas, utilizada 1 % em massa em relação ao núcleo de nonil fenol etoxilado 9,5, adicionado juntamente com a massa do núcleo para formar a emulsão W1/O, sendo nomeada como amostra interna. O mesmo percentual de nonil fenol etoxilado 9,5, mas foi adicionado a fase externa ( $W_2$ ) no início do processo de evaporação, sendo nomeada como amostra externa. Neste processamento, a relação núcleo:cápsula utilizada foi de 1:1, e o tempo de evaporação foi de 2 horas.

### 3.2.2 Percentual de massa recuperada

Após a secagem a 40 °C durante 8 horas, as amostras foram pesadas em balança analítica. O cálculo da massa percentual recuperada no processo ( $r_0\%$ ) é expresso pela equação:

$$r_{\%} = \frac{m_f}{m_s + m_i + m_a} \times 100$$

onde ( $m_f$ ) corresponde a massa final após a secagem, e ( $m_s$ ), ( $m_i$ ) e ( $m_a$ ) correspondem respectivamente a massa de poliestireno, massa do núcleo e massa do aditivo adicionado à fase interna.

### 3.2.3 Análise Termogravimétrica

As análises termogravimétricas foram realizadas com gás de purga N<sub>2</sub> com taxa de aquecimento de 2 °C/min até a temperatura de 200 °C, onde foi avaliado o percentual de massa de água perdido nas microcápsulas da amostra padrão e aquelas produzidas para avaliar o efeito da relação núcleo:cápsula.

### 3.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

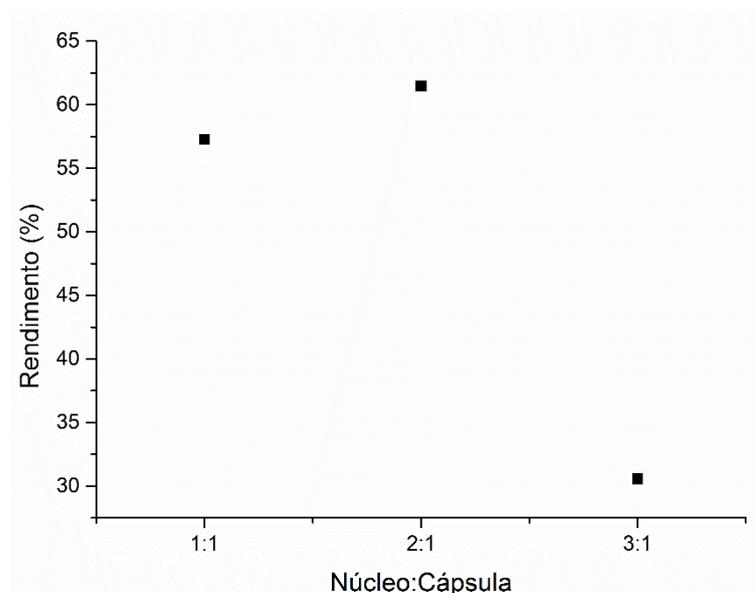
As amostras de microcápsula analisadas foram embutidas em resina acrílica e secadas por 24 horas. A resina sólida foi fraturada de maneira criogênica para observar a superfície interna da cápsula assim como a espessura da parede da microcápsula. Via computador, foi calculado o diâmetro das microcápsulas assim como a espessura da parede resultante do processo. Para esta análise, foi selecionada a amostra padrão e aquelas produzidas para avaliar o efeito da relação núcleo:cápsula.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com a metodologia para a geração de microcápsulas de poliestireno a partir de um núcleo de água deionizada, um solvente comum para compostos químicos hidrossolúveis. Foi criada uma amostra padrão onde foi utilizada a relação de núcleo cápsula 1:1, temperatura de evaporação de 36 °C em um processo de secagem de 8 horas. A amostra padrão foi comparada com amostras de processos modificados na relação núcleo:cápsula, temperatura de evaporação e a presença de surfactante ou aditivo de processo no meio de evaporação, determinando o impacto de cada variável para o rendimento do processo de encapsulamento. Os resultados desse trabalho são apresentados a seguir:

### 4.1 Percentual de massa recuperada

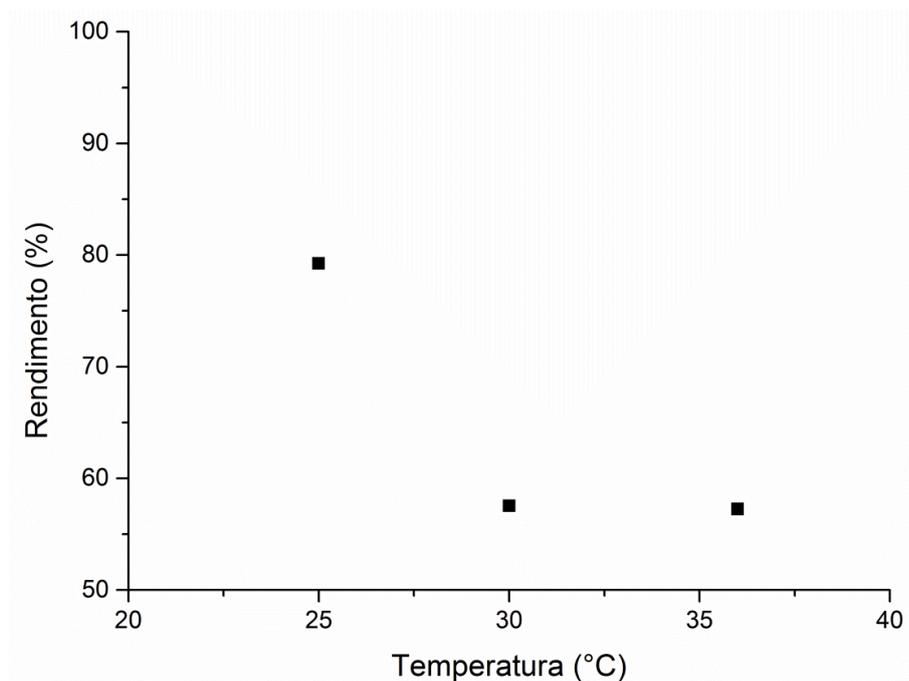
Após a síntese das microcápsulas através da evaporação de solvente, elas foram filtradas, secas em estufa a 40 °C e pesadas em balança analítica. Com o aumento da relação núcleo: cápsula foi possível obter um percentual de recuperação com máximo de 61,47 % para relações núcleo cápsula de 2:1, conforme mostra o gráfico 1.



**Gráfico 1. Efeito da relação núcleo: cápsula com a massa recuperada no processo (%) em comparação com a amostra padrão (relação núcleo:cápsula 1:1)**  
Fonte: O autor.

No gráfico 1, é possível observar um aumento da quantidade de material recuperado quando ocorre o aumento da relação núcleo cápsula. Durante a evaporação de solvente a migração de água do núcleo para o meio contínuo foi constante, e, portanto o uso de uma maior relação núcleo: cápsula resultou em maior quantidade de material recuperado, com a relação máxima de 2:1. Na relação 3:1, as paredes formadas pelas microcápsulas tornam-se finas e isto reduz a barreira que o polímero impõe para a migração das cápsulas, resultando em uma redução no percentual de massa recuperada.

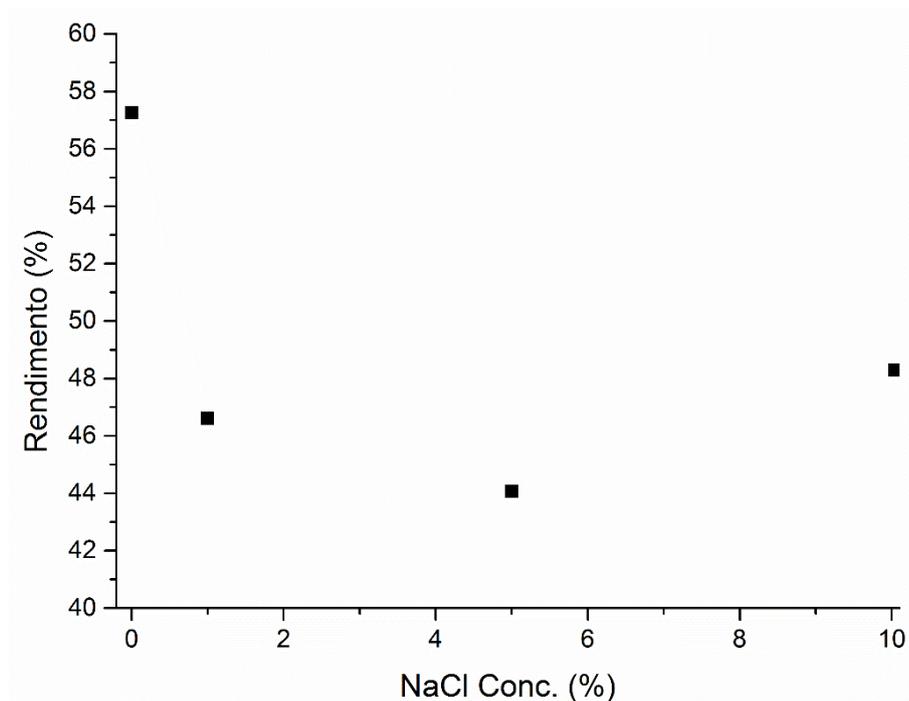
Com a variação da temperatura, pode-se obter maior rendimento de microcápsula quando as temperaturas foram mais baixas de acordo com a faixa estudada. Conforme apresentado por Li, Rouaud e Poncelet, (2008) apesar de uma maior temperatura de evaporação permitir taxas de evaporação de solvente maiores, isto dificulta a formação de uma parede uniforme. Com a redução da temperatura de 36°C para 25°C, foi possível aumentar o percentual de material recuperado de 57,24 % para 79,25 % em massa, como mostra a gráfico 2.



**Gráfico 2. Efeito da temperatura sobre a massa recuperada no processo em comparação com a amostra padrão (Temperatura de 36°C)**

**Fonte: O Autor.**

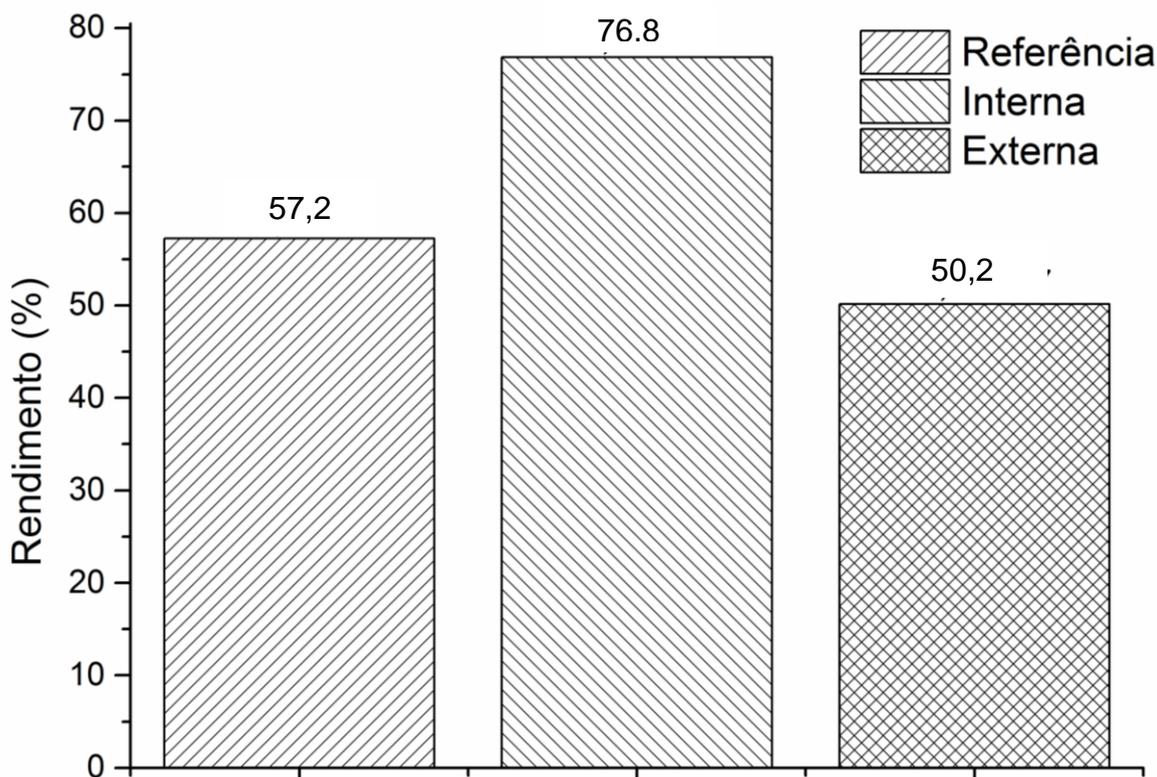
A adição de cloreto de sódio para promover pressão osmótica no processo não reverteu em resultados favoráveis como os apresentados por Pistel e Kissel (2000). Ocorreu uma redução no percentual de material recuperado ao final do processo com o aumento no teor de cloreto de sódio utilizado. Para o teor de 10 % em peso de NaCl, foi observado um aumento no percentual de material recuperado. Durante a lavagem das microcápsulas foi observado a formação de aglomerados de difícil separação formados pelo PVA, que foram provocados pelo aumento da viscosidade da solução de PVA em contato com NaCl. Os dados obtidos encontram-se no gráfico 3. A diferença nos resultados é devido à presença de NaCl no núcleo da cápsula que Pistel e Kissel (2000) utilizaram, que não foi utilizado neste trabalho para poder analisar unicamente o efeito do NaCl na solução dispersante.



**Gráfico 3. Efeito da concentração de NaCl na massa recuperada no processo (%) em comparação com a amostra padrão (0 % de NaCl)**

**Fonte: O autor.**

O gráfico 4 apresenta os efeitos da adição de 1 % (m/m) de nonil fenol etoxilado 9,5 em duas amostras: a amostra denominada interna teve a adição do tensoativo para estabilizar a emulsão do núcleo o com a cápsula na primeira etapa do encapsulamento; e a amostra externa teve a adição do tensoativo para estabilizar o processo de evaporação. Ambas as amostras utilizaram temperatura de evaporação de 36° C e relação núcleo:cápsula de 1:1



**Gráfico 4. Efeito da adição de Nonil Fenol Etoxilado na massa recuperada do processo em comparação com a amostra padrão.**

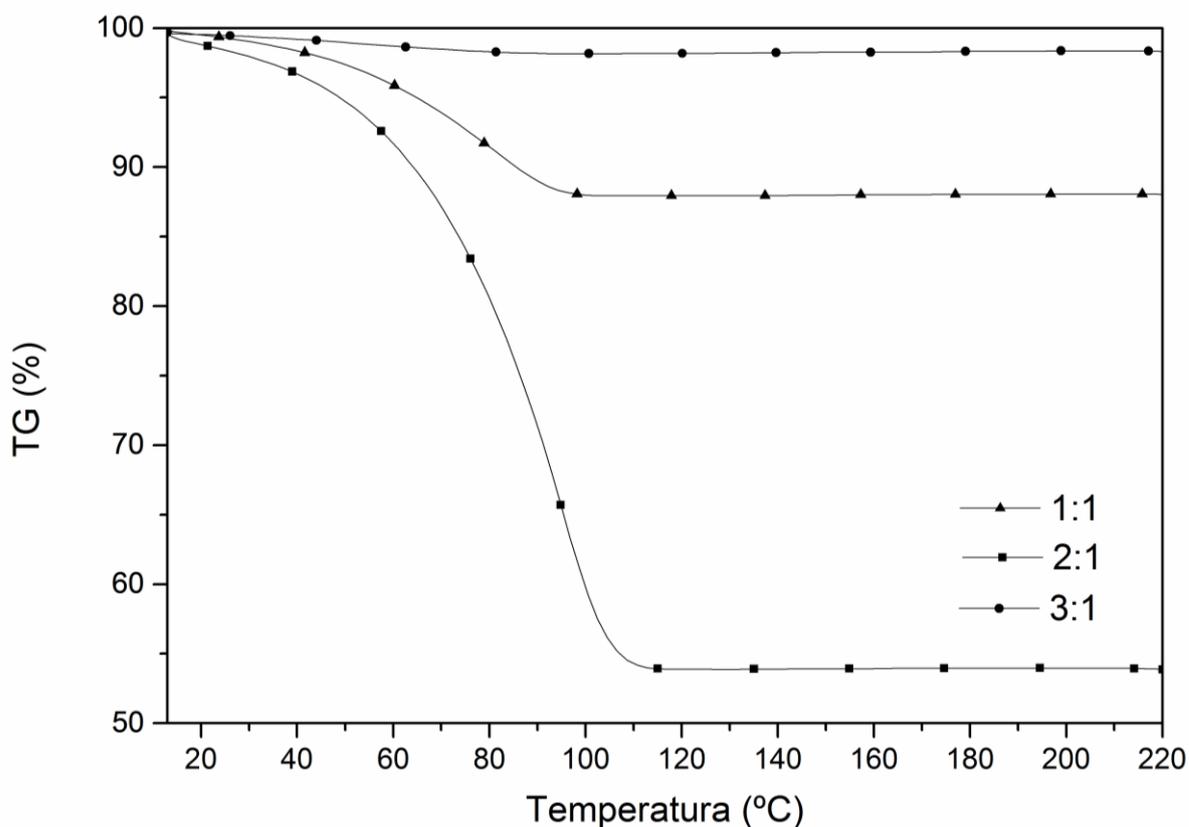
**Fonte: O Autor.**

O gráfico 4 apresenta um aumento de massa de material recuperado de 57,24 % para 76,83 % adicionando 1 % em massa de tensoativo na fase interna, mostrando que o tensoativo foi eficiente em criar uma emulsão água em óleo estável. A adição de tensoativo na fase externa reduz estes valores para 50,94 %. Estes resultados mostram que não é eficiente para o processo de evaporação de solvente modificar as propriedades com tensoativos.

O balanço hidrofílico – lipofílico (HLB) do nonil fenol etoxilado 9,5 é de 13,0, sendo caracterizado como um bom emulgente para misturas óleo em água. O nonil fenol etoxilado 9,5 foi capaz de criar uma emulsão água em óleo estável e eficiente para o processo de microencapsulamento. O resultado inferior apresentado pela adição de tensoativo na amostra externa indica que uma modificação durante o processo de evaporação não possui efeitos positivos no processo de microencapsulamento.

## 4.2 Análise termogravimétrica

O gráfico 5 apresenta os resultados obtidos na análise termogravimétrica da amostra padrão com as amostras de relação núcleo:cápsula de 2:1 e 3:1.



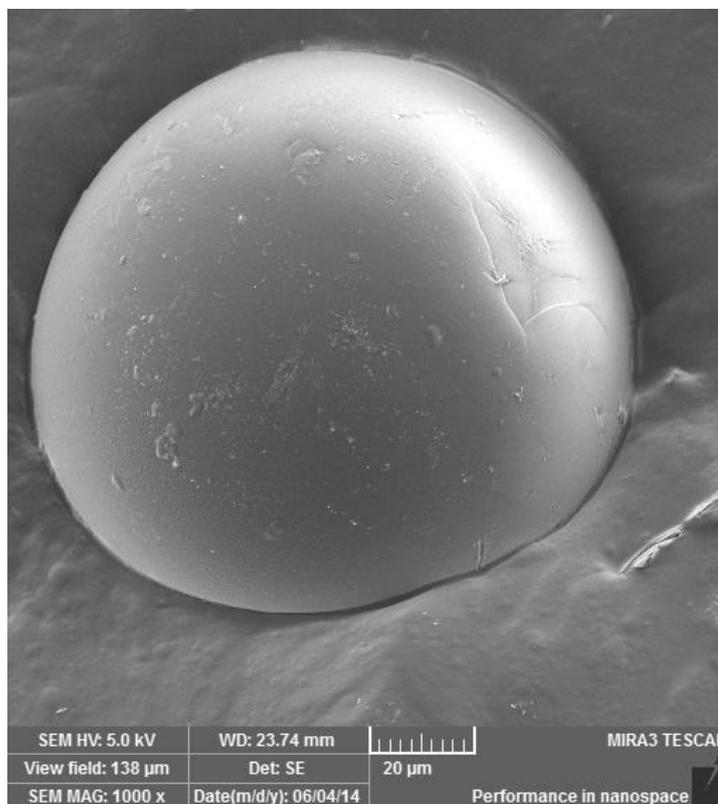
**Gráfico 5. Análise termogravimétrica das amostras com variação na relação núcleo:cápsula em comparação com a amostra padrão.**

Fonte: O autor.

Os resultados da análise termogravimétrica da Figura 11 condizem com os dados de massa recuperada do produto ao final do processo de evaporação, trazendo a relação de 2:1 como a mais efetiva no processo. Durante a análise termogravimétrica, o aumento de temperatura provoca a evaporação da água presente no núcleo da cápsula, sendo observada como uma redução de massa até a temperatura de 100 °C, o ponto de ebulição da água. Portanto quanto maior a perda de material até esta temperatura, mais eficiente é o encapsulamento.

#### 4.3 Microscopia eletrônica de varredura.

A figura 7 apresenta a superfície da microcápsula com proporção núcleo: cápsula de 1:1,



**Figura 7. Microscopia da superfície de microcápsula com relação núcleo cápsula 1:1.**

**Fonte: O autor**

Na figura 7, é possível observar que a superfície da microcápsula não apresenta porosidades, sendo lisa e uniforme. A microcápsula apresenta uma morfologia ideal para armazenamento de compostos, pois não apresenta poros que permitam a migração de material para o meio externo.

A figura 13 apresenta as microscopias da seção transversa das microcapsulas com proporção 2:1 e 3:1.

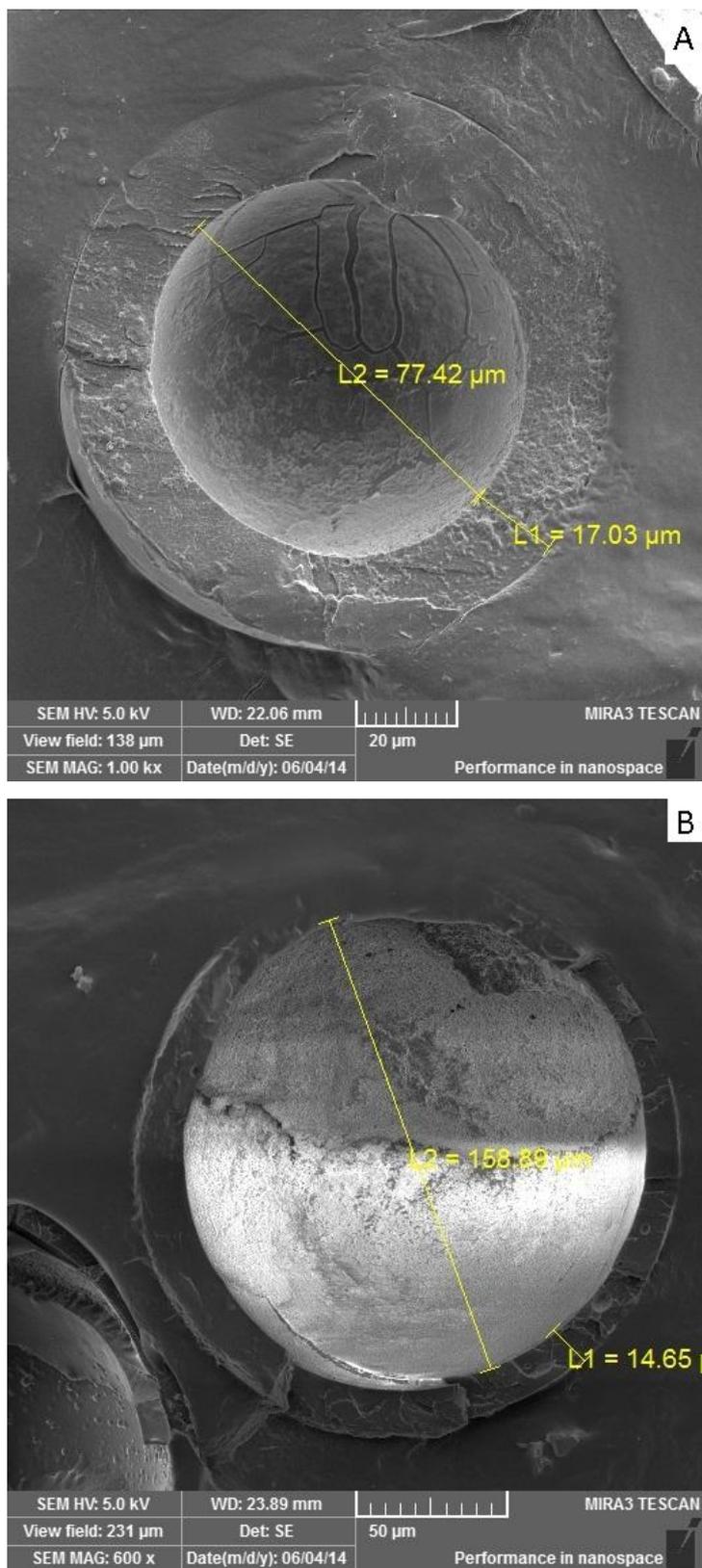


Figura 8. Secção transversal de microcapsulas com relação núcleo cápsula 2:1(A) e 3:1(B).

Fonte: O autor.

Em ambas as amostras da figura 13, um único núcleo é formado, classificando as microcapsulas deste processo como do tipo mononuclear. A amostra com relação núcleo:cápsula 2:1 possui parede mais espessa em relação ao núcleo quando comparado com a amostra de relação núcleo cápsula 3:1. O aumento da relação núcleo cápsula provoca uma redução na espessura da parede em relação ao diâmetro do núcleo, facilitando a migração do núcleo para a fase contínua durante a evaporação do solvente.

## 5 CONCLUSÃO

O processamento utilizado foi capaz de realizar um encapsulamento com 57,25% de eficiência. As modificações utilizadas no processamento foram capazes de aumentar a eficiência do processamento. Foi possível realizar o aumento da massa recuperada aumentando a relação núcleo: cápsula de 1:1 para 2:1 chegando a valores de 61,47 %. Com a adição de tensoativo, foi possível aumentar o rendimento do processo para 76,83 % de aproveitamento utilizando nonil fenol etoxilado 9,5 para estabilizar a emulsão de água em óleo. Com a redução de temperatura foi possível obter o melhor aproveitamento do processo, recuperando 79,25 % da massa esperada para o processo de encapsulamento. Não foi possível obter um aumento na eficiência do processo com a adição de cloreto de sódio na fase externa. A provável causa é a ausência de sal no núcleo da microcápsula, não ocorrendo a formação de um gradiente de concentração

As análises termogravimétricas e microscopias eletrônicas de varredura apontam resultados condizentes com o observado no percentual de massa recuperada, tendo a relação núcleo:cápsula de 2:1 como a relação mais efetiva para o processo de microencapsulamento com poliestireno.

## 6 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Comparar os resultados obtidos para o processo de microencapsulamento por evaporação de solvente a 20°C com o processo utilizando um sistema de baixa pressão, a fim de encontrar diferença na eficiência de material recuperado ao final do processo.

Outro polímero de caráter amorfo é o polimetilmetacrilado (PMMA), que também é solúvel em cloreto de metileno. Comparar os resultados de massa recuperada e acabamento superficial da amostra padrão de poliestireno com o mesmo processo para o PMMA.

Deve-se buscar estudar como será o efeito da temperatura e da adição de tensoativo utilizando como amostra padrão a relação núcleo:capícula 2:1.

Não foi abordado no trabalho o uso de algum outro solvente volátil. Como sugestão para trabalho futuro, verificar a possibilidade de uso de acetato de etila, que é um solvente para poliestireno, porém menos agressivo a saúde quando comparado ao cloreto de metileno. Ao utilizar este solvente, verificar principalmente aspectos morfológicos da microcapícula, devido a diferente taxa de evaporação do mesmo.

## REFERÊNCIAS

ANDRE-ABRANT, A. TAVERDET, J. L. JAY, J. Microencapsulation by solvent evaporation. **European Polymer Journal**, v. 37, n. 5, p 955-963.

ALVIM, I. D. SOUZA, F. S. KOURY, I. P. JURT, T. DANTAS, F. B. H. Use of the spray chilling method to deliver hydrophobic components: Physical characterization of microparticles. **Ciencia e Tecnologia de Alimentos**. V. 33, p. 34-39. Fev 2013.

BENÉITEZ, M.C., ESPADA, J.I., FERNANDES, D., DE LA OSSA, D.H.P., GIL-ALEGRE, M.E. Influence of Surfactant on the Characteristics of W1/O/W2-Microparticles. **Journal of Surfactants and Detergents**, v.17, n.1, p.11-18, jan 2014. .

BORDES, C.FREVILLE, V. RUFFIN, E. MAROTE, P. GAUVRIT, J. Y. BRIANCON, S. LANTERI, P. Determination of poly(epsilon-caprolactone) solubility parameters: Application to solvent substitution in a microencapsulation process. **International Journal of Pharmaceutics**. v. 383, n.1, p.236-243, jan 2010.

BROSSE, C. FONTAINE, L. SOUTIF, J. C. BROSSE, J. C. Synthèse de polyuréthanes utilisables pour des techniques de microencapsulation—II. Synthèse de polyuréthanes linéaires. **European Polymer Journal**. V.31, n. 10, p. 931-936, out 1995.

CHAMBI, H.N.M., ALVIM, I.D., BARRERA-ARELLANO, D., GROSSO, C.R.F. Solid lipid microparticles containing water-soluble compounds of different molecular mass: Production, characterisation and release profiles. **Food Research International**, v.41, n.3, p.229-236, 2008.

DELLA PORTA, G. CASTALDO, F. SCOGNAMIGLIO, M. PACIELLO, L. PARASCANDOLA, P. REVERCHON, E. Bacteria microencapsulation in PLGA microdevices by supercritical emulsion extraction. **The Journal of Supercritical Fluids**. V.63, p. 1-7. Mar 2012.

DUBEY, R.; SHAMI, T. C.; RAO, K. U. B. Microencapsulation Technology and Applications. **Defence Science Journal**, v.59, n.1, p.82-95, Jan 2009.

ELKHARRAZ, K., AHMED, A. R., DASHEVSKY, A., BODMEIER, R. Encapsulation of water-soluble drugs by an o/o/o-solvent extraction microencapsulation method. **International Journal of Pharmaceutics**. V. 409, n. 1, p 89-95. 16 mai 2011

ENGELMANN, G. JOBMANN, M. RAFLER, G. Dextran carbamates—materials for microencapsulation. **Industrial Crops and Products**. V. 20, n. 1, p 37-48. Jul 2004.

ESLAMI, A. HOSSEINI, S. G. SHARIATY, S. H. M. Stabilization of ammonium azide particles through its microencapsulation with some organic coating agents. **Powder Technology**. V. 208, n. 1, p 137-143. 10 mar 2011.

FREITAS, S., MERKLE, H. P., GANDER, B. Microencapsulation by solvent extraction/evaporation: reviewing the state of the art of microsphere preparation process technology. **Journal of Controlled Release**. V. 102, n. 2, p 313-332. 02 fev 2005.

FU, X.; PING, Q.; GAO, Y. Effects of formulation factors on encapsulation efficiency and release behaviour in vitro of huperzine A-PLGA microspheres. **Journal of Microencapsulation**, v.22, n.7, p.705-714, Nov 2005.

GHARSALLAOUI, A., ROUDAUT, G., CHAMBIN, O., VOILLEY, A., SAUREL, R., Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**. V. 40, n. 9, 1107-1121. Nov 2007.

GOUIN, S. Fluidized bed microencapsulation: Thermodynamics of aqueous and ethanolic coating processes. **Journal of Microencapsulation**. V. 22, n. 8, p. 829-839. 8 dez 2005.

GUPTA, C., CHAWLA, P., ARORA, S., TOMAR, S. K., SINGH, A. K. Iron microencapsulation with blend of gum arabic, maltodextrin and modified starch using modified solvent evaporation method – Milk fortification. **Food Hydrocolloids**. V. 43, p. 622-628. Jan 2014.

HIRECH, K. PAYAN, S. CARNELLE, G. BRUJES, L. LEGRAND, J. Microencapsulation of an insecticide by interfacial polymerisation. **Powder Technology**. V. 130, p 324-330. 19 fev 2003.

JAMEKHORSHID, A. SADRAMELI, S. M. FARID, M. A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. V. 31, p 531-542. Mar 2014

JANG, J.; SAH, H. Nonhalogenated solvent-based solvent evaporation process useful in preparation of PLGA microspheres. **Journal of Microencapsulation**, v.28, n.6, p.490-498, 2011.

JONES, D. S., PEARCE, K. J. An investigation of the effects of some process variables on the microencapsulation of propranolol hydrochloride by the solvent evaporation method. **International Journal of Pharmaceutics**. V. 118, n. 2, p 199-205. 16 mai 1995.

JYOTHI, N.V.N., PRASANNA, P.M., SAKARKAR, S.N., PRABHA, K.S., RAMAIAH, P.S., SRAWAN, G.Y. Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. **Journal of Microencapsulation**, v.27, n.3, p.187-197, 2010.

LI, J., WANG, S., LIU, H., WANG, S., YOU, L., Preparation and characterization of polystyrene/polycarbonate composite hollow microspheres by microencapsulation method. **Journal of Materials Science**. V. 46, n. 10, p. 3604-3610. 01 mai 2011.

LI, Q., MISHRA, A.K., KIM, N.H., KUILA, T., LAU, K.-T., LEE, J.H. Effects of processing conditions of poly(methylmethacrylate) encapsulated liquid curing agent on the properties of self-healing composites. **Composites Part B: Engineering**, v.49, n.0, p.6-15, jun 2013.

MA, G. Microencapsulation of protein drugs for drug delivery: Strategy, preparation, and applications. **Journal of Controlled Release**. V. 193, p. 324-340. 10 nov 2014.

MENG, F.T., MA, G.H., LIU, Y.D., QIU, W., SU, Z.G. Microencapsulation of bovine hemoglobin with high bio-activity and high entrapment efficiency using a W/O/W double emulsion technique. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v.33, n.3-4, p.177-183, jan 2004.

MOLDENHAUER, M. G., NAIRN, J. G. The control of ethylcellulose microencapsulation using solubility parameters. **Journal of Controlled Release**. V. 22, n. 3, p 205-218. Nov 1992.

MOLDENHAUER, M. G. NAIRN, J. G. Solubility parameter effects on microencapsulation in the presence of polyisobutylene. **Journal of Controlled Release**. V. 31, n. 2, p. 151-162. Set 1994.

MURTAZA, G., AHAMD, M., AKHTAR, N., RASOOL, F. A Comparative Study Of Various Microencapsulation Techniques: Effect Of Polymer Viscosity On Microcapsule Characteristics. **Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences**. V. 22, n. 3, p 291- 300. Jul 2009.

PARK, J.; YE, M.; PARK, K. Biodegradable Polymers for Microencapsulation of Drugs. **Molecules**, v.10, n.1, p.146-161, 2005.

PATEL, R. S.; et al. E. Doxycycline delivery from PLGA microspheres prepared by a modified solvent removal method. **Journal of Microencapsulation**, v.29, n.4, p.344-352, 2012.

PISTEL, K. F.; KISSEL, T. Effects of salt addition on the microencapsulation of proteins using W/O/W double emulsion technique. **Journal of Microencapsulation**, v.17, n.4, p.467-483, Aug 2000.

QUISPE-CONDORI, S.; SALDAÑA, M. D. A.; TEMELLI, F. Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. **LWT - Food Science and Technology**, v.44, n.9, p.1880-1887, nov 2011.

ROCHA-SELMÍ, G.A., THEODORO, A.C., THOMAZINI, M., BOLINI, H.M.A., FAVARO-TRINDADE, C.S. Double emulsion stage prior to complex coacervation process for microencapsulation of sweetener sucralose. **Journal of Food Engineering**, v.119, n.1, p.28-32, Nov 2013.

SALAÜN, F., BEDEK, G., DEVAUX, E., DUPONT, D. Influence of the washings on the thermal properties of polyurea-urethane microcapsules containing xylitol to provide a cooling effect. **Materials Letters**, v.65, n.2, p.381-384, 31 jan 2011.

SALAÜN, F. Microencapsulation by Interfacial Polymerization. **Encapsulation Nanotechnologies**. P. 137 – 173. 28 mai 2013.

SÁNCHEZ, L., SÁNCHEZ, P., CARMONA, M., DE LUCAS, A., RODRÍGUEZ, J.F. Influence of operation conditions on the microencapsulation of PCMs by means of suspension-like polymerization. **Colloid and Polymer Science**, v.286, n.8-9, p.1019-1027, 08 jan 2008.

SCHLICHER, E.J.A.M., POSTMA, N.S., ZUIDEMA, J., TALSMA, H., HENNINK, W.E. E. Preparation and characterisation of Poly (d,l-lactic-co-glycolic acid) microspheres containing desferrioxamine. **International Journal of Pharmaceutics**, v.153, n.2, p.235-245, 30 jul 1997.

UDDIN, M. S.; HAWLADER, M. N.; ZHU, H. J. Microencapsulation of ascorbic acid: effect of process variables on product characteristics. **Journal Of Microencapsulation**, v.18, n.2, p.199-209, 2001.