

CÁPSULAS DE ÓLEO ESSENCIAL DE EUCALIPTO-LIMÃO ENRIQUECIDO RETICULADAS POR COACERVAÇÃO COMPLEXA PARA A FUNCIONALIZAÇÃO DE ARTIGOS TÊXTEIS COM PROPRIEDADES REPELENTES DE PERNILONGOS

Caetano S. dos Reis[1]; Maria Angélica Thiele Fracassi[1]; Paola del Vecchio[1].
[1]*Fundação Escola Técnica Liberato Salzano Vieira da Cunha*

[1]22000012@liberato.com.br

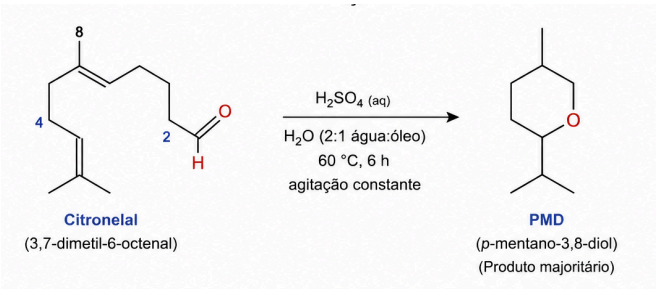
Palavras-chave: Microencapsulação, impregnação, repelência.

Introdução

A impregnação de ativos repelentes de mosquitos em artigos têxteis tem como princípio proporcionar uma barreira física e química contra estes vetores transmissores de graves doenças como a dengue, a malária e a febre amarela. A barreira física é o próprio artigo, que cobre boa parte da pele. Por outro lado, as barreiras químicas englobam os repelentes, já estabelecidos no mercado, em forma de loção, spray ou aerossol, cuja aplicação deve ser feita, idealmente, ao menos 3 vezes por dia, conforme os próprios fornecedores indicam (Cleveland Clinic, 2020). Além disso, este método de aplicação é problemático, uma vez que apresenta riscos de exposição dos olhos e vias respiratórias. São, ainda, contraindicados para menores de 2 anos (BASTOS, 2024). Dessa forma, vestuários funcionais de caráter repelente facilitam a proteção e podem, por sistemas de liberação controlada, aumentar o tempo de ação destes compostos, possibilitando maior conforto no uso destes bioativos, fundamentais no combate de doenças transmitidas por picadas de mosquitos.

Este projeto investiga a aplicação em peças de vestuário de um sistema de microcápsulas contendo óleo essencial de eucalipto-limão modificado por reação de Prins, uma ciclização ácido-catalisada, que promove a conversão de citronelal em citriodiol, ou para-mentano-3,8-diol (PMD), cuja atividade repelente é superior à do citronelal (DRAPEAU *et al.*, 2010).

Figura 1: Reação de Prins



Fonte: elaboração do autor com auxílio do programa ChatGPT (2026).

Como estrutura encapsulante, é empregada a gelificação iônica do alginato de sódio seguida por coacervação complexa do polieletrólito com quitosana, formando ligações iônicas em pH entre 4 e 6, condição que favorece a interação eletrostática entre os biopolímeros, seguindo a metodologia de Martins (2024). Como agente reticulante, a fim de proporcionar resistência à variação de pH do meio (como lavagens alcalinas, exposição ao suor, entre outros) ao estabilizar o invólucro mesmo sob condições que favoreçam a desprotonação dos polieletrólitos, emprega-se genipina, que forma ligações covalentes com a quitosana, impedindo a dissolução do invólucro da cápsula em pH alcalino, que favorece a desprotonação do biopolímero, enquanto mantém o controle de liberação do composto repelente encapsulado (LAI *et al*., 2022).

O sistema microencapsulado é posteriormente liofilizado, como indica Passaglia (2019), promovendo estabilidade e facilitando o manuseio e dosagem, e testado quanto ao perfil de liberação do ativo, resistência à variação de pH, além da verificação de diâmetro e esfericidade das cápsulas, buscando estabelecer parâmetros para a otimização da impregnação na matriz têxtil. Esta é realizada por esgotamento em meio aquoso, com adição de um agente ligante (ROSSI, 2012). As condições para tal são feitas simulando o ambiente de ciclos de lavagem de máquinas, almejando entender o comportamento do sistema em ambientes de lavagem residencial. Finalmente, as matrizes impregnadas são testadas quanto às taxas de liberação e atividade repelente de mosquitos. Ao final, busca-se um conteúdo microencapsulado contendo ativos repelentes pré-dosados, destinado à aplicação e reaplicação residencial em vestuários via ciclos de lavagens domésticas, capaz de criar uma proteção física e química prolongada contra os vetores de grandes doenças endêmicas em países tropicais.

Materiais e métodos

Após pesquisa bibliográfica iniciada em 2025, iniciou-se a fase experimental, abrangendo desde a obtenção de um óleo com atividade repelente ampliada até a curva de liberação controlada e os ensaios de repelência dos têxteis funcionalizados.

O óleo essencial de *Corymbia citriodora*, adquirido da Harmonie Aromaterapia, foi submetido à reação de Prins, uma ciclização ácido-catalisada. Preparou-se solução de ácido sulfúrico 0,75% (v/v), utilizando razão água:óleo de 2:1. A reação ocorreu a 60 °C por 6 horas, sob agitação magnética constante. Inicialmente, foram utilizados 5mL de óleo. Contudo, o pequeno volume reacional resultou em agitação insuficiente, reduzindo o contato entre os reagentes e a conversão de citronelal em PMD. A análise por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (CG-EM) apresentou resultados insatisfatórios, tornando necessária nova síntese.

No segundo ensaio, empregou-se maior volume, mantendo as mesmas proporções. Um balão de três bocas permitiu maior controle térmico e adição do reagente por gotejamento durante 10 minutos. Após 6 horas, o produto foi neutralizado e desidratado seguindo a mesma metodologia. O método cromatográfico também foi ajustado para identificar os compostos descritos na literatura. Entretanto, os resultados obtidos pelo Instituto Brasileiro de Tecnologia do Couro, Calçado e Artefatos (IBTeC) permaneceram inconclusivos.

Em sequência, o óleo modificado foi microencapsulado por extrusão. Após diversas adaptações metodológicas, foram adquiridas ponteiras de seringa 32G, com diâmetro externo de 0,45mm, visando obter microcápsulas menores. Preparou-se solução de alginato de sódio 15g/L, emulsificada com óleo não modificado e Tween 80 em Ultra-Turrax (IKA T-10 basic). A emulsão foi gotejada em $CaCl_2$ 11g/L, formando as microcápsulas, posteriormente imersas em quitosana 10g/L para coacervação complexa. Três grupos foram reticulados com genipina, cedida pela startup BioAddera, em diferentes concentrações (1,0; 1,5 e 2,5g/L) por 24 horas. Para avaliar o equilíbrio entre liberação controlada e resistência à lavagem, estes foram avaliados quanto à perda de massa por 2 semanas.

Uma alíquota de 2 g de cada amostra foi liofilizada no Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos (ICTA) por 48 horas. Foram analisados quanto à massa úmida, taxa de reidratação e redução do diâmetro. Por fim, as amostras foram submetidas a meio de lavagem contendo SDS (dodecil sulfato de sódio), simulando condições de lavagem doméstica.

O sistema com melhores resultados será impregnado em matrizes de algodão (3 × 3 cm), com e sem resina acrílica, por esgotamento aquoso. Os tecidos serão imersos em meio contendo o ativo encapsulado. As amostras serão comparadas quanto ao perfil de liberação do ativo, atividade repelente em ensaios de gaiola com mosquitos, em parceria com o Instituto de Ciências Básicas da Saúde (ICBS). De forma complementar, será feita Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

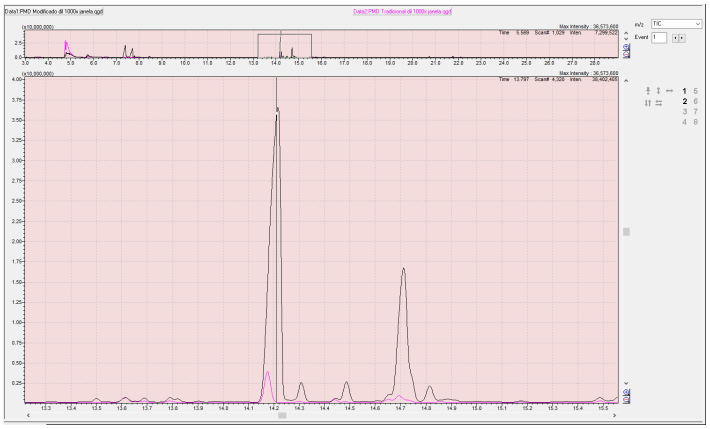
Resultados parciais e discussão

No período que antecedeu a fase experimental da pesquisa em laboratório, a revisão bibliográfica permitiu estabelecer as condições experimentais para a síntese do

para-mentano-3,8-diol (PMD) e para a microencapsulação por coacervação complexa, servindo de base para a definição das concentrações dos reagentes, condições de reação e metodologia de encapsulação empregadas neste trabalho.

No entanto, já na etapa de modificação do óleo essencial de eucalipto-limão (*Corymbia citriodora*), a primeira síntese foi conduzida em pequeno volume reacional, com adaptações metodológicas que causaram uma diferença significativa na eficiência de conversão frente aos números encontrados na bibliografia. Embora todas as etapas descritas na literatura tenham sido executadas, incluindo neutralização e remoção da água residual, a análise por Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (CG-EM) apontou picos muito menores do que o esperado. Além de aparentar baixa conversão do citronelal, a ausência de padrões cromatográficos também dificultou a identificação dos compostos formados, impossibilitando uma avaliação quantitativa da eficiência da reação, sendo insuficiente para determinar o sucesso da síntese.

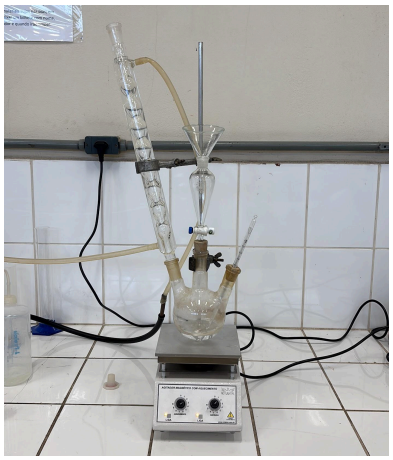
Figura 2: Cromatograma comparativo da primeira conversão



Fonte: IBTeC, encaminhado por e-mail ao autor (2026).

Ainda assim, com base nessas limitações, realizou-se uma segunda síntese utilizando maior volume de reagentes, permitindo melhor controle experimental. A utilização de um balão de três bocas possibilitou maior estabilidade térmica durante as seis horas de reação e a adição controlada da solução ácida por gotejamento. Também foram aprimoradas as etapas de neutralização e desidratação do produto, visando minimizar perdas durante o processamento.

Figura 3: Segunda tentativa da reação de prins



Fonte: do próprio autor (2026).

Paralelamente, a metodologia cromatográfica foi revisada em parceria com o Instituto Brasileiro de Tecnologia do Couro, Calçado e Artefatos (IBTeC), buscando maior resolução entre os picos cromatográficos e melhor identificação dos isômeros do PMD descritos na literatura. No presente momento, embora a reação tenha sido visualmente mais eficaz, com alteração na coloração e viscosidade do produto, os ensaios cromatográficos não tiveram melhora se comparado aos anteriores, com um crescimento um pouco maior no pico de PMD da amostra modificada, mas ainda inconclusivo para uma leitura aprofundada. Será necessário um novo ensaio, com novas alterações metodológicas, como a necessidade de um padrão interno. Ainda assim, é importante ressaltar que mesmo com uma conversão não tão alta, espera-se atividade repelente do conteúdo modificado, devido a presença de PMD junto de outros ativos presentes no óleo.

Figura 4: Cromatograma comparativo da segunda conversão



Fonte: IBTeC, encaminhado por e-mail ao autor (2026).

Após a etapa de síntese foram realizados diversos testes pilotos para validar o mecanismo de microencapsulação. Com os testes foi possível confirmar a formação de uma microcápsula por gelificação iônica seguida por coacervação complexa com os materiais disponíveis na Fundação Liberato. Além disso, foi decidido realizar a extrusão da emulsão a ser gelificada com uma seringa de 32G (0,45mm de diâmetro externo), devido ao diâmetro dos corpos formados. Enquanto o gotejamento com pipeta pasteur e micropipeta geraram cápsulas com mais de 1mm de diâmetro, as agulhas adquiridas obtiveram valores abaixo desta marca. Serão feitas novas cápsulas com agulhas 34G, ainda mais finas, com 0,18mm de diâmetro externo. Com a metodologia validada, iniciou-se a produção das amostras. As cápsulas obtidas apresentaram formato predominantemente esférico em uma análise subjetiva baseada em observações, coloração branca homogênea e diâmetro aproximado entre 0,8 e 1mm. Medições mais precisas serão feitas por MEV. Observou-se, ainda, rápida sedimentação após a formação dos géis, indicando eficiente reticulação pelo cálcio e formação de um hidrogel mecanicamente estável. Apesar da presença de algumas partículas irregulares, a maior parte das cápsulas apresentou boa uniformidade visual, sugerindo que as condições empregadas são adequadas para as próximas etapas do trabalho. O banho de quitosana ocorreu conforme esperado, embora sem grandes alterações estruturais aparentes nas cápsulas.

Figura 5: Microcápsulas úmidas



Fonte: do próprio autor (2026).

Visando analisar a concentração ideal do banho de genipina, as amostras: controle, 1,0g/L, 1,5g/L e 2,5g/L foram preparadas em banhos de 24 horas de duração. Em sequência, expostas ao teste de perda de massa durante 2 semanas. A massa foi pesada em intervalos de

7 dias (ao todo, 3 pesagens) devido à inacessibilidade do laboratório em intervalos regulares de menor duração. Em paralelo, as parte de cada amostra foram liofilizadas e expostas à testes de reidratação, além de pesagens para estudar a variação de massa antes e depois do processo. A variação de massa pesada em cada amostra apontou os seguintes resultados, respectivos à cada amostra (em teor de umidade removido [%]): 93,99%; 95,65%; 95,50%; e 95,68%. Já o teste de reidratação, reforçado por mudanças visuais significativas nas amostras ao longo das duas semanas, pode ser expresso em:

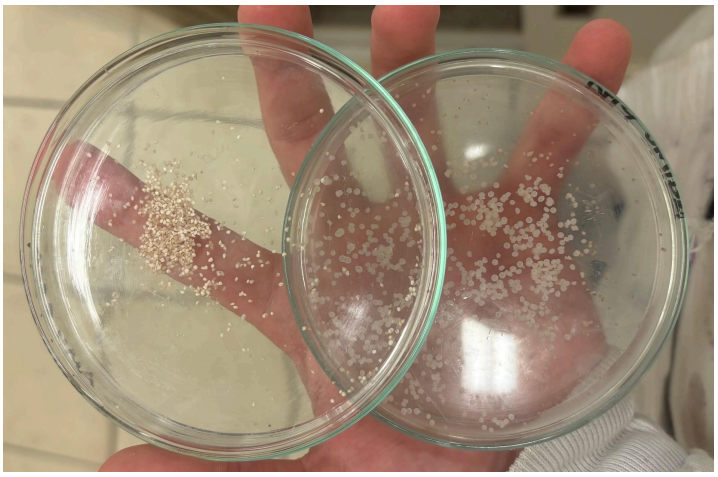
tabela 1: Massa remanescente (%)

Semana	controle	1,0g/L	1,5g/L	2,5g/L
0	100,00	100,00	100,00	100,00
1	28,04	52,24	55,13	63,08
2	7,88	26,80	23,22	45,72

Fonte: do próprio autor (2026).

Dessa forma, é evidente a participação da genipina como reticulante do sistema e seus efeitos na difusão da massa úmida retida no gel. Além disso, estes resultados possibilitaram reduzir o número de exposições ao meio de lavagem a serem feitas, já que é evidente a necessidade de concentração alta de genipina. Com isso, os testes de reidratação e resistência ao meio de lavagem foram feitos apenas com a amostra controle e a amostra 4. Os resultados, porém indicaram pouca diferença entre ambas as amostras de forma visual, mas as microcápsulas reticuladas só tiveram seu gel enfraquecido de forma perceptível com mais de uma hora de imersão em meio com SDS. Quanto ao diâmetro após reidratação, se observou pouca mudança, sendo que as amostras desidratadas puderam ser classificadas como intermediárias às liofilizadas (de menor diâmetro) e às úmidas.

Figura 6: Amostras úmidas após 2 semanas de teste de difusão de massa úmida



Fonte: do próprio autor (2026).

Conclusões

A reação de conversão do óleo, mesmo que ainda não devidamente quantificada por cromatografia gasosa, apresenta evidências de mudanças na composição, indicando aumento na concentração de ativos repelentes de pernilongos. Uma nova modificação será analisada novamente, a fim de se quantificar a conversão do citronelal em PMD.

Já nos ensaios complementares à microencapsulação, foi possível identificar a melhor concentração de genipina no banho de reticulação sendo 2,5g/L, devido à rápida perda de massa nas demais amostras, indicando liberação rápida do ativo. Além disso, as amostras liofilizadas tiveram diminuição significativa no diâmetro, mas apresentaram perda de esfericidade. Quanto ao à microencapsulação por extrusão, apenas os testes de impregnação indicarão se o sistema obtido é capaz de ser impregnado de forma fácil entre as fibras de algodão. No entanto, a bibliografia indica adaptações do processo visando redução do diâmetro das cápsulas, como a microencapsulação por extrusão centrífuga, que foram na presente pesquisa consideradas inviáveis quanto ao custo.

As próximas etapas envolvem a produção de mais microcápsulas seguindo a metodologia ótima identificada com as novas agulhas 34G, que serão então impregnadas em matrizes têxteis e levadas à ensaios de liberação controlada e atividade repelente, em parceria com o ICBS. Em suma, os resultados parciais indicam potencial inovador e tecnológico da presente pesquisa para a obtenção de um sistema repelente reaplicável em artigos vestuários.

Agradecimentos

Agradeço ao Curso Técnico de Química e aos professores pela disponibilidade e incentivo à pesquisa. Também agradeço à BioAddera (ICTA-UFRGS) que gentilmente cedeu a genipina utilizada nesta pesquisa.



Referências

BASTOS, Fernanda. Qual o melhor repelente contra dengue? Anvisa e dermatologistas explicam. 2024. Distriro Federal. Disponível em:<https://g1.globo.com/df/distrito-federal/noticia/2024/02/03/qual-o-melhor-repelente-contra-dengue-anvisa-e-dermatologista-explicam.ghtml>.Último acesso em: 08/10/2025

Do bug sprays actually work?. Cleveland clinic, healthessentials. Disponível em: <https://health.clevelandclinic.org/do-bug-sprays-actually-work>. Último acesso em: 19/02/2026

DRAPEAU, Jeremy; *et al*. Green synthesis of para-Menthane-3,8-diol from Eucalyptus citriodora: Application for repellent products. 2011. Universidade de Regensburg, Alemanha. 2010. Disponível em: <https://comptes-rendus.academie-sciences.fr/chimie/item/10.1016/j.crci.2011.02.008.pdf>. Último acesso em: 22/11/2025

LAI, Wensheng, et. al. Application of Sodium Alginate and Chitosan for Compound Volatile Oils From Rimulus cinnamon and Angelica sinensis: Microcapsules Preparation, Evaluation, Characterization, and in vitro Release Study. Pharmacognosy magazine, v. 18, p. 1045, 2022. Disponível em:<https://phcog.com/article/sites/default/files/PhcogMag-18-80-1045.pdf>. Último acesso em: 10/04/2026.

MARTINS, Quesli. funcionalização de tecidos com nanocápsulas e recobrimentos poliméricos visando proteção contra mosquitos. 2024. Universidade Federal de Santa Catarina. Disponível em:<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/260884/PTEX0038-D.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. Último acesso em: 28/05/2026

PASSAGLIA, Nicole Figueredo. Microencapsulação por liofilização do extrato de compostos fenólicos da torta de girassol. 2019. Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Trabalho de diplomação em Engenharia Química. Disponível em:<https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/200413/001101627.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Último acesso em: 20/06/2026.

ROSSI, Wagner Soares. Estudo de aplicações e testes de durabilidade de microcápsulas em tecidos. 2012. Escola de Engenharia, Faculdade de Arquitetura, Programa de Pós-Graduação em Design. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/76173/000882990.pdf?sequence=1&locale-attribute=pt_BR>. Último acesso em: 25/04/2026.

LE, Xuan-Tien; *et al*. A study on synthesis of para-menthane-3,8-diol (PMD) – A safe mosquito repellent active ingredient. IOP Conference Series: Materials Science and

Engineering, v. 736, n. 1, p. 012029, 2024. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1755-1315/1340/1/012029/pdf>. Último acesso em: 22/06/2026.