



ESTABILIDADE TÉRMICA E MORFOLOGIA DE BIOMATRIZES SUSTENTÁVEIS INCORPORADAS COM ÓLEOS DE COPAÍBA E LIMÃO SICILIANO

Clara A. C. B. Costa¹; João G. Costa²; Thayslanny Santos¹; Lorena Makela Ferreira de Freitas¹; Rosanny C. Silva¹; Alan John D. Freitas¹; Danielle C. M. N. Silva¹; Johnnatan D. Freitas¹

¹ Instituto Federal de Alagoas - IFAL Campus Maceió, Laboratório de Tecnologias Ambientais.

² Embrapa Alimentos e Territórios.

E-mail: dra.clarapesquisa@gmail.com

Palavras-Chave: Encapsulamento, Método de *casting*, Nanotecnologia.

Introdução

Nas últimas décadas, o cenário agrícola mundial foi marcado pelo uso intensivo de inseticidas sintéticos, um fenômeno impulsionado pelas demandas das grandes guerras do século XX e pela consolidação da "Revolução Verde". Esse modelo de produção priorizou a utilização de moléculas químicas, como os organofosforados e organoclorados, sob a justificativa de erradicar pragas e combater a fome global (Lignani; Brandão, 2022; Vasconcelos *et al.*, 2023).

Apesar da eficiência imediata no controle de pragas, o uso exacerbado dessas moléculas químicas resultou em danos irreparáveis à saúde humana e ao meio ambiente. A toxicidade desses compostos, aliada à sua persistência nos ecossistemas, tem provocado a contaminação de lençóis freáticos, a perda de biodiversidade e o surgimento de populações de insetos resistentes. Diante da projeção da Organização das Nações Unidas (ONU) para o crescimento populacional até 2050, que demandará maior produção de alimentos, torna-se urgente a transição para modelos agrícolas sustentáveis que mitiguem a degradação ambiental acelerada (ONU, 2019; Vasconcelos *et al.*, 2023).

Nesse contexto, a busca por alternativas viáveis como os óleos essenciais (OEs), destacam-se como defensivos biológicos estratégicos. Derivados do metabolismo secundário vegetal, esses compostos possuem complexidade química sinérgica, dificultando a evolução de resistência por parte das pragas. Entre as opções promissoras, os óleos de copaíba, *Copaifera Langsdorffii*, e limão siciliano, *Citrus Limon*, apresentam propriedades inseticidas e repelentes potentes, oferecendo baixa toxicidade para mamíferos e ausência de resíduos químicos nos alimentos (Nogueira *et al.*, 2022).

Entretanto, a volatilidade e a sensibilidade dos óleos essenciais às condições ambientais limitam sua aplicação direta no campo. Para contornar essas barreiras, a nanotecnologia surge como uma ciência interdisciplinar capaz de desenvolver sistemas de liberação controlada. O



uso de biopolímeros, como o alginato de sódio, permite o encapsulamento dessas substâncias em biomatrizes produzidas por métodos acessíveis, como o *casting*. Tais sistemas inteligentes protegem os princípios ativos e garantem uma entrega eficiente no alvo biológico, alinhando-se aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da Agenda 2030 (Nogueira *et al.*, 2022). Diante do exposto, o objetivo desse trabalho foi estudar a estabilidade térmica e a morfologia de biomatrizes sustentáveis incorporadas com óleos de copaíba e limão siciliano.

Material e Métodos

Produção das biomatrizes

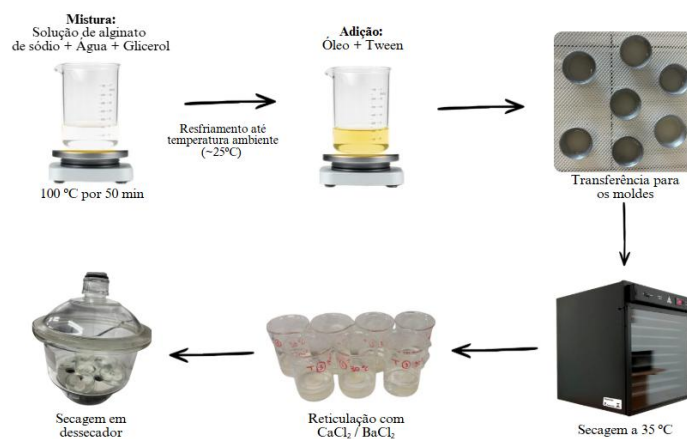
A produção das biomatrizes foi realizada através do método de *casting* (evaporação do solvente) adaptado de Messtermann *et al.* (2018), conforme o diagrama de produção apresentado na (Figura 1).

O experimento instalado seguiu um delineamento inteiramente casualizado (DIC) simples com os fatores óleo de copaíba e óleo de limão siciliano em diferentes níveis de concentração (0, 100, 150 e 250 μL), sob condições controladas de laboratório. O desenho experimental foi composto por 5 tratamentos com 5 repetições, totalizando 25 parcelas experimentais. A composição detalhada de cada tratamento consistiu em:

- Tratamento 1 (T1): Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 250 μL de óleo de limão siciliano;
- Tratamento 2 (T2): Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 100 μL de óleo de copaíba + 150 μL de óleo de limão siciliano;
- Tratamento 3 (T3): Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 150 μL de óleo de copaíba + 100 μL de óleo de limão siciliano;
- Tratamento 4 (T4): Alginato de sódio + Glicerol + Tween + 250 μL de óleo de copaíba;
- Tratamento 5 (T5 - Branco): Biomatriz controle de alginato de sódio + Glicerol + Tween (sem adição de óleos).

Para a preparação, utilizou-se uma solução base de 50 mL composta por alginato de sódio, glicerol e água destilada. Após a homogeneização em temperatura ambiente, adicionou-se lentamente 0,5 g de tween junto às respectivas doses de óleos estipuladas para cada tratamento. O processo de incorporação durou entre 30 e 40 minutos. Posteriormente, alíquotas de 5 mL da mistura de cada tratamento foram vertidas em moldes individuais de alumínio para a formação e secagem das biomatrizes. Desse modo, para cada repetição dos tratamentos contendo os óleos, obteve-se uma distribuição homogênea proporcional à concentração adicionada na solução inicial (Figura 1). Em seguida, as matrizes foram reticuladas com 30 mL de uma solução de cloreto de bário a 0,5 % por 20 minutos e submetidas à secagem em temperatura ambiente dentro de dessecadores por 48 horas.

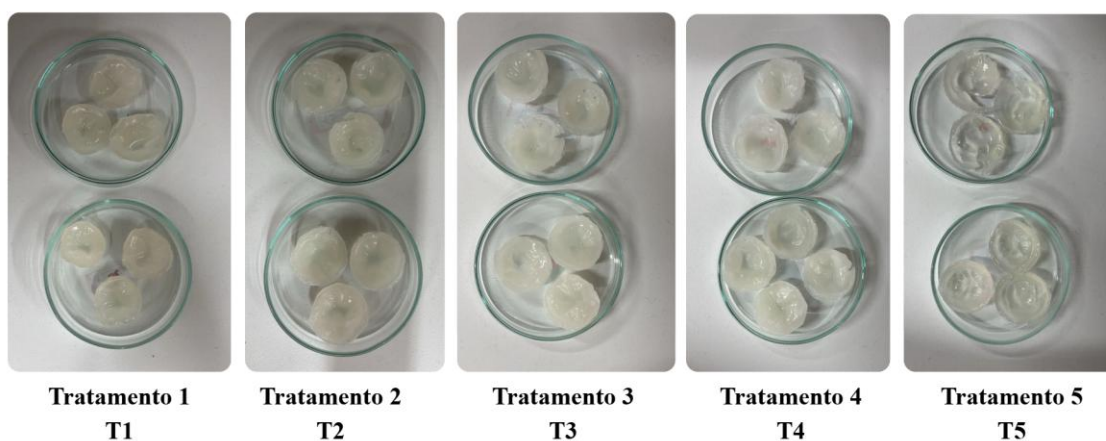
Figura 1. Diagrama de produção das biomatrizes incorporadas com os óleos de copaíba e limão siciliano.



Fonte: Costa, 2026.

Na Figura 2, observam-se as biomatrizes reticuladas de cada tratamento em placas de Petri.

Figura 2. Sistemas liberadores após o procedimento de reticulação.



Fonte:

Costa, 2026.

Caracterização das biomatrizes incorporadas com os óleos

TGA

As curvas termogravimétricas foram obtidas através da termobalança modelo TGA-50 da marca *Shimadzu*. As condições experimentais empregadas foram: razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, partindo da temperatura $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, utilizando atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL min^{-1} , cadinho de platina e massa de amostra em torno de 7,000 a 10,000 mg (Costa, 2023).

DSC



As curvas calorimétricas foram obtidas através da termobalança modelo DSC-60 da marca *Shimadzu*. As condições experimentais empregadas foram: razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, partindo da temperatura $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, utilizando atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL min^{-1} , cadinho de alumínio e massa de amostra em torno de 2,000 a 3,000 mg (Costa, 2023).

MEV

O estudo da formação e morfologia das biomatrizes foi realizado em microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo *Vega3* da marca *Tescan*. Foi utilizado campo de visão entre 100 a $650\text{ }\mu\text{m}$ e distâncias de trabalho entre 14 a 15 mm. A varredura das biomatrizes, deu-se em diferentes pontos (Costa, 2023).

Resultados e Discussão

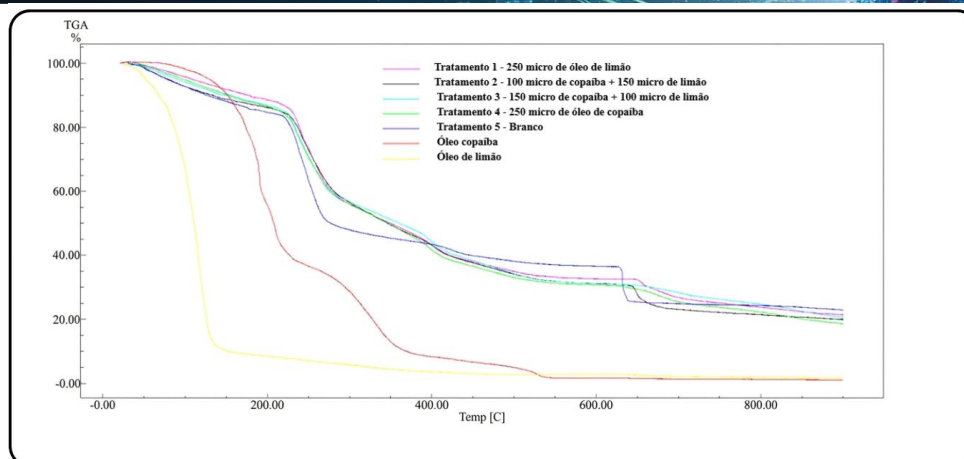
TGA

As curvas da TGA (Figura 3) revelam o perfil de degradação e a estabilidade térmica dos componentes puros, da biomatriz controle (branco) e dos tratamentos contendo os óleos essenciais. Quando aquecidos isoladamente, os óleos puros apresentaram perda de massa abrupta e precoce devido à alta volatilidade de seus constituintes. O óleo de limão (curva amarela) sofreu volatilização quase total antes dos $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, enquanto o óleo de copaíba (curva vermelha) demonstrou decomposição em múltiplos estágios que se estendeu até aproximadamente $550\text{ }^{\circ}\text{C}$, consumindo praticamente todo o material volátil e carbonáceo.

Por outro lado, a matriz pura (curva azul) e os tratamentos (1 a 4) exibiram um comportamento térmico semelhante e drasticamente diferente dos óleos isolados, característico da decomposição estruturada da blenda de alginato de sódio, glicerol e tween. Esse perfil apresentou eventos sequenciais bem definidos: inicialmente, ocorreu a perda de água de hidratação do alginato e a evaporação do glicerol; em seguida, observou-se uma perda acentuada de massa entre $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, associada à despolimerização do alginato de sódio e à degradação do tween. Por fim, um degrau vertical abrupto por volta de $630\text{ }^{\circ}\text{C}$ indicou a decomposição secundária de resíduos carbonáceos e a conversão do carbonato de sódio (gerado a partir do alginato) em óxido de sódio, com liberação de CO_2 .

A sobreposição entre as curvas dos tratamentos e dos óleos indica a viabilidade e eficácia do sistema de encapsulamento. A rede polimérica de alginato de sódio, plastificada por glicerol e estabilizada por tween, reteve os óleos de limão siciliano e copaíba, impedindo a volatilização precoce. Ao interagirem com a biomatriz, os compostos bioativos passaram a ser liberados ou degradados apenas conforme a própria estrutura do filme se decompunha.

Figura 3. Curvas TGA dos óleos e dos tratamentos T1 a T5.



Fonte: Costa, 2026.

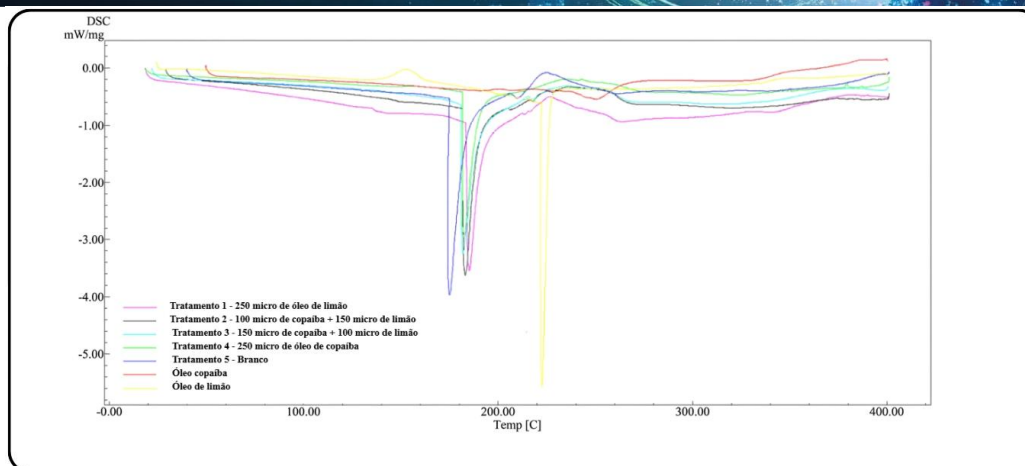
De acordo com Nogueira *et al.* (2022), o óleo de copaíba incorporado em matrizes de Hidróxidos Duplos Lamelares (HDL) apresenta perda de massa deslocada para temperaturas mais altas, indicando que a matriz inorgânica confere proteção térmica ao óleo. Resultados semelhantes foram observados na biomatriz de alginato de sódio, que retarda a volatilização dos constituintes do óleo, sugerindo que o material resinoso foi efetivamente incorporado.

DSC

As curvas da DSC (Figura 4) revelam o comportamento térmico e as interações moleculares entre os óleos essenciais e a biomatriz de alginato de sódio, glicerol e tween. Para os componentes puros, o óleo de limão siciliano (curva amarela) apresenta um pico endotérmico agudo e estreito próximo a 225 °C, associado à rápida ebulição e volatilização. Já o óleo de copaíba (curva vermelha) exibe bandas endotérmicas largas e sutis a partir de 240 °C, refletindo a evaporação gradual dos constituintes sesquiterpênicos e resinosos.

Observa-se um indicativo de deslocamento térmico das formulações (tratamentos 1 a 4) em relação à biomatriz pura (branco, curva azul). O branco exibe um pico endotérmico intenso a 175 °C (com início em 170 °C), associado à fusão e decomposição inicial da blenda estrutural hidrofílica. Com a incorporação dos óleos de limão siciliano e copaíba, esse pico principal desloca-se para a faixa entre 180 °C e 185 °C. Esse aumento na temperatura de transição sugere a existência de interações físico-químicas fortes ou um efeito de plastificação mútua entre os óleos e a biomatriz, resultando em maior estabilidade térmica para os tratamentos.

Figura 4. Curvas DSC dos óleos e dos tratamentos T1 a T5.



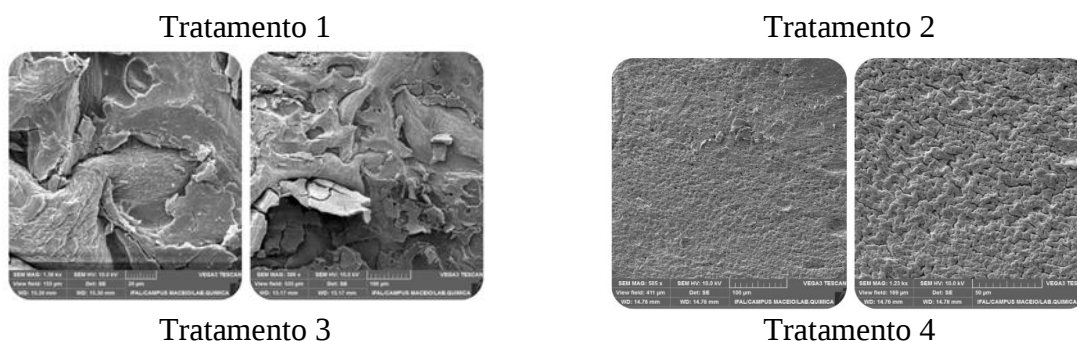
Fonte: Costa, 2026.

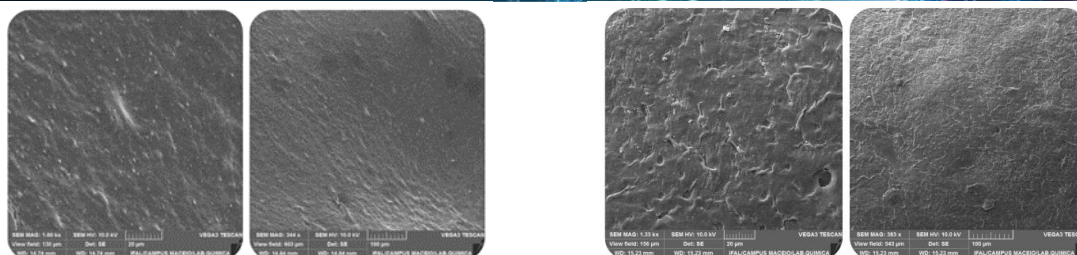
Embora Nogueira *et al.* (2022) utilizem Hidróxidos Duplos Lamelares (HDL), o comportamento observado nas curvas de DSC é análogo ao sistema de alginato de sódio, uma vez que o óleo incorporado à matriz não exhibe o perfil de evaporação rápida característico do óleo livre.

MEV

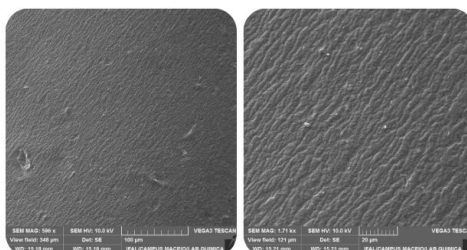
As micrografias de MEV revelam que a biomatriz pura (T5) possui superfície contínua e homogênea. A incorporação de óleos altera drasticamente essa morfologia: T1 exibe uma estrutura fraturada e com cavidades devido à saturação pelo óleo de limão, enquanto T2 apresenta alta rugosidade granular. Em contrapartida, os tratamentos T3 e T4 mostram superfícies lisas, compactas e altamente uniformes. Essa organização estrutural em T3 e T4 sugere uma adequada compatibilização e dispersão dos óleos na blenda biopolimérica. Essa integridade estrutural justifica a maior eficiência de encapsulamento e a proteção térmica observadas nos ensaios anteriores.

Figura 5. Micrografias de MEV dos tratamentos T1 a T5.





Tratamento 5



Fonte: Costa, 2026.

As micrografias obtidas revelaram superfícies com aspecto irregular, apresentando fissuras e porosidade, características que, de acordo com Martins (2018), evidenciam o sucesso no encapsulamento dos óleos na biomatriz.

Segundo Daniel *et al.* (2015), o estudo da morfologia cristalina é fundamental, visto que a forma dos materiais exerce influência direta sobre propriedades físicas determinantes, tais como a capacidade de compactação e compressão, a cinética de dissolução, a orientação das partículas e o comportamento de fluxo do material sólido.

Conclusões

As curvas TGA revelaram que o encapsulamento em biomatriz de alginato conferiu maior estabilidade aos óleos essenciais, retardando a volatilização. Enquanto os óleos puros, degradaram-se em temperaturas mais baixas.

As curvas DSC confirmaram a complexidade dos sistemas, evidenciando picos endotérmicos associados ao rompimento das zonas juncionais da rede de alginato e à volatilização simultânea dos óleos.

As micrografias de MEV revelaram biomatrizes com morfologias compacta e lisa, rugosa e não uniforme, características de materiais formados pela interação entre alginato e agentes reticulantes. Essa porosidade e textura superficial são fundamentais para os mecanismos de liberação e interação com o meio.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Instituto Federal de Alagoas - IFAL *Campus* Maceió por todo apoio e incentivo a pesquisa e a inovação.

Referências



COSTA, C. A. C. B. Desenvolvimento de microesferas do feromônio rincoforol para estudo de liberação controlada. Dissertação de Mestrado, Instituto Federal de Alagoas, Marechal Deodoro, Brasil, 2023.

DANIEL, J. P.; *et al.* Caracterização no estado sólido e compatibilidade farmacêutica de cloridrato de ziprasidona. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*, 36(4), 497-502, 2015.

LIGNANI, L. B.; BRANDÃO, J. L. G. A ditadura dos agrotóxicos: o Programa Nacional de Defensivos Agrícolas e as mudanças na produção e no consumo de pesticidas no Brasil, 1975-1985. *História, Ciências, Saúde – Manguinhos*, 29(2), 337–359, 2022.

MARTINS, W. S. Óleo *Cymbopogon citratus* (DC) Stapf. microencapsulado: obtenção e caracterização. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Campina Grande, Pombal, Brasil, 2018.

MESSTERMANN, A.; *et al.* Desenvolvimento e caracterização de membranas poliméricas incorporando óleo de sucupira (*Pterodon emarginatus* Vog.). *Revista Cadernos de Graduação*, 1980–1769, 2018.

NOGUEIRA, D. A. R.; *et al.* Liberação lenta do óleo de copaíba adsolubilizado em hidróxidos duplos lamelares: um material promissor para pomadas cutâneas. *Química Nova*, 45(8), 921–928, 2022.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. Relatório de Desenvolvimento Humano 2019. Disponível em: <https://acervo.enap.gov.br/cgi-bin/koha/opac-detail.pl?biblionumber=25145>. Acesso em: 23 jan. 2023.

VASCONCELLOS, M. C.; *et al.* Estratégias de controle de pragas em soja e suas implicações na comunidade de artrópodes e na rentabilidade da cultura. *Nativa*, 11(1), 28–43, 2023.