



Microencapsulação de salicilato de metila via polimerização *in situ* para aplicação em tecido de poliéster

Microencapsulation of methyl salicylate via *in situ* polymerization for polyester fabric

Emilly Karoline Tonini Silva¹, Daniel de Freitas Silva², Fabricio Maestá Bezerra³

RESUMO

O setor do acabamento têxtil destaca-se pela funcionalização de substratos têxteis, proporcionando novas propriedades. Todavia, algumas substâncias não podem ser aplicadas diretamente nos substratos devido à alta volatilidade e necessidade de controle de sua liberação, como é o caso do salicilato de metila, que auxilia no tratamento de dores musculares. Como solução, utiliza-se a microencapsulação que protege o princípio ativo e promove uma liberação controlada. Desta forma, desenvolveu-se a funcionalização de tecido 100% poliéster, utilizando microcápsulas de salicilato de metila sintetizadas via polimerização *in situ*, com resina melamina-formaldeído como material de parede. Para a avaliação, foram utilizadas as técnicas de eficiência de encapsulação por UV-VIS que obteve resultado de 98,77% e estimativa do diâmetro por espalhamento dinâmico de luz (DLS) constatando um diâmetro médio de 733,99 nm. A aplicação foi realizada utilizando a técnica *pad-dry-cure*. Foram exploradas as técnicas de *grafiting*, que constatou 5% o.w.f., e por fim, microscopia eletrônica de varredura (MEV), avaliando a morfologia e dispersão das microcápsulas. Ao final, tomou-se como comprovado a possibilidade de funcionalizar o tecido 100% poliéster partir de microcápsulas obtidas via polimerização *in situ*, ainda, sendo considerado uma possibilidade promissora para o desenvolvimento de artigos têxteis esportivos funcionais.

PALAVRAS-CHAVE: Acabamentos têxteis; Óleo de bétula. *Pad-dry-cure*; Vestuário esportivo.

ABSTRACT

The textile finishing sector stands out for the functionalization of textile substrates, providing new properties. However, some substances cannot be applied directly to substrates due to their high volatility and the need to control their release, such as methyl salicylate, which helps in the treatment of muscle pain. As a solution, microencapsulation is used, which protects the active ingredient and promotes controlled release. In this way, the functionalisation of 100% polyester fabric was developed using methyl salicylate microcapsules synthesised by *in situ* polymerisation, with melamine-formaldehyde resin as the wall material. To evaluate the microcapsules, we used the techniques of encapsulation efficiency by UV-VIS, which gave a result of 98.77%, and diameter estimation by dynamic light scattering (DLS), which gave an average diameter of 733.99 nm. The application was carried out using the *pad-dry-cure* technique. We also studied the techniques of graphitisation, which found 5% w/w, and finally, scanning electron microscopy (SEM), to analyse the morphology and dispersion of the microcapsules. Finally, the possibility of functionalizing 100% polyester fabric from microcapsules obtained by *in situ* polymerization was demonstrated and is still considered a promising possibility for the development of functional sports textiles.

KEYWORDS: Birch oil; Textile finishes; *Pad-dry-cure*; Sportswear.

INTRODUÇÃO

Na área têxtil, o enobrecimento dos artigos tem grande importância para a sua comercialização, porém, muitos acabamentos aplicados para esta finalidade podem ter suas funcionalidades alteradas pela ação do ambiente (LIMA, 2017). Em vista disso, a

¹ Bolsista do PIBIT, fundação Araucária. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil. E-mail: emilly.karoline.tonini@gmail.com. ID Lattes: 4460784538711008.

² Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Município, Apucarana, Paraná, Brasil. E-mail: danielfreitas12@hotmail.com. ID Lattes: 6489111749700047.

³ Docente de Engenharia Têxtil/COENT/PPGCEM. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil. E-mail: fabriciom@utfpr.edu.br. ID Lattes: 3677722947241175.



microencapsulação pode ser considerada uma solução para esta problemática, visto que esta proporciona o aumento da vida útil do acabamento (BEZERRA et al., 2016). Além da durabilidade, a aplicação das microcápsulas como acabamentos têxteis apresentam outras vantagens, como a liberação controlada da substância encapsulada; proteção do princípio ativo à intempéries e, a prevenção das alterações sensoriais causadas pela reação com outros compostos (VANISKI et al., 2017).

As microcápsulas têm o tamanho compreendido entre 1 e 1000 μm , e são constituídas por princípio ativo revestido por uma barreira polimérica natural ou sintética (PIMENTA, 2014). O material dentro da microcápsula é denominado núcleo ou princípio ativo, enquanto a parte exterior é chamada de parede, revestimento ou membrana (CHENG et al., 2008). Para a liberação do material de núcleo, podem ser destacadas diferentes formas, como: a liberação feita por meio de estímulos químicos, físicos e, ainda, por estímulos biológicos (LIMA, 2017; CHENG et al., 2008).

Várias técnicas têm sido empregadas e testadas para o desenvolvimento de microcápsulas (NAVEENA; NAGARAJU, 2020). Dentre elas, a polimerização *in situ* toma um papel de importância para a aplicação têxtil, já que resulta em microcápsulas com alta estabilidade térmica, alta resistência à químicos agressivos, alto rendimento de microencapsulação e bom armazenamento do princípio ativo (PODGORNIK; ŠUMIGA, 2013). O processo de formação das microcápsulas pela polimerização *in situ* consiste na formação da emulsão óleo-água preparada com um emulsionante, posteriormente a agitação por meio de um agitador ultrassônico e por fim, após formada a emulsão, a adição de um pré-polímero que resulta na formação da microcápsula.

Neste estudo, o princípio ativo é o salicilato de metila (SM), também conhecido como óleo de bétula. Este tem sido usado por seus efeitos bactericidas e anti-inflamatórios (WEI et al., 2021), pertencente a uma categoria de analgésicos conhecidos como salicilatos (REENTS, 2015). A utilização tópica promove efeitos analgésicos, anti-inflamatórios e pela produção de vasodilatação, aumenta o fluxo sanguíneo localizado e temperatura da pele (O'MALLEY, 2008). A maioria desses produtos são direcionados para pessoas com dores e artrites leves, bem como para tensão muscular aguda, torções ou lesões atléticas (MENDES et al., 2021).

Desta forma, este projeto tem como objetivo desenvolver um novo acabamento possibilitando maior deposição e aderência do ativo nas fibras têxteis; e, aumentar a vida útil do agente ativo em questão. Em suma, a microencapsulação desta substância é uma alternativa para a entrega do medicamento em sua alta eficácia.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados para a produção das microcápsulas foram: melamina, formaldeído (37% de pureza), salicilato de metila (óleo de bétula), goma arábica (GA), monoleato, cloreto de amônio e resorcinol. Já para aplicação no tecido 100% PES, utilizou-se: BTCA e hipofosfito de sódio.

A produção das microcápsulas pode ser realizada dividindo em etapas. Sendo, a primeira etapa é a preparação da solução contendo 3,62 g de melamina, 7 mL de formaldeído e 10 mL de água, que foi colocada sob agitação de 300 rpm, a 70 °C, durante 1 h com ajuste de pH entre 8-9. A segunda solução foi formada por 20 mL de salicilato de metila, 1 g de monoleato (solubilizado em 10 mL de água), 1g de GA (solubilizada em 10 mL de água) e 40 mL de água, com agitação de 12.000 rpm durante 15 min, com ajuste



de pH para o intervalo de 8-9. Para a terceira solução, foram dissolvidos 0,7 g de cloreto de amônio e 0,36 g de resorcinol em 20 mL de água, sob agitação de 300 rpm durante 15 min, a 60 °C. A primeira e a segunda solução foram misturadas para formar um sistema de emulsão coloidal juntamente com o princípio ativo, sob agitação de 600 rpm durante 15 min, a 60 °C. Após o preparo, esta solução foi misturada com a terceira solução. Então, após a formação da solução final, o pH foi alterado para 4 pela adição de ácido acético e foi colocada sob agitação de 600 rpm por 4 h, a 60 °C. Posteriormente, as microcápsulas foram lavadas com solução de cloreto de amônio para retirar o formaldeído residual e, posteriormente, foram secas em estufa.

A funcionalização do artigo foi feita por meio de foudardagem pela técnica *pad-dry-cure*. O tecido 100% PES foi imerso durante 1 min em solução com microcápsulas (40 g/L), BTCA (20 g/L) e hipofosfito de sódio (20 g/L), a temperatura ambiente e pH entre 7-8. Os tecidos impregnados foram pré-secos a 150 °C por 1,5 min e polimerizados a 160 °C durante 2,5 min, em seguida, resfriados até a temperatura ambiente. Os tecidos tratados foram pesados antes da impregnação e após a impregnação. O *grafting* foi calculado levando em consideração as massas referidas.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para avaliar a eficiência de encapsulação realizou-se varredura utilizando UV-VIS no salicilato de metila no intervalo de comprimento de onda de 250 a 500 nm. A equação da reta foi obtida com $R^2 = 0,99860$, Equação 1:

$$Abs_{306} = 0,08334 * C_{\acute{o}leo} - 0,01881 \quad (1)$$

Sendo, $C_{\acute{o}leo}$ a concentração de óleo (SM), em mg/L;
 Abs_{306} a absorbância em comprimento de onda de 306 nm, em %.

Utilizando a Equação 1, foi possível calcular a eficiência de microencapsulação do processo, Tabela 1.

Tabela 1 – Eficiência de microencapsulação

Processo	Concentração inicial de SM (g/mL)	Concentração final de SM (g/mL)	Eficiência (%)
1	0,2006838	0,1976256	98,48%
2	0,2006838	0,1984601	98,89%
3	0,2006838	0,1985682	98,95%
		Média	98,77±0,26%

Fonte: Autores (2023).

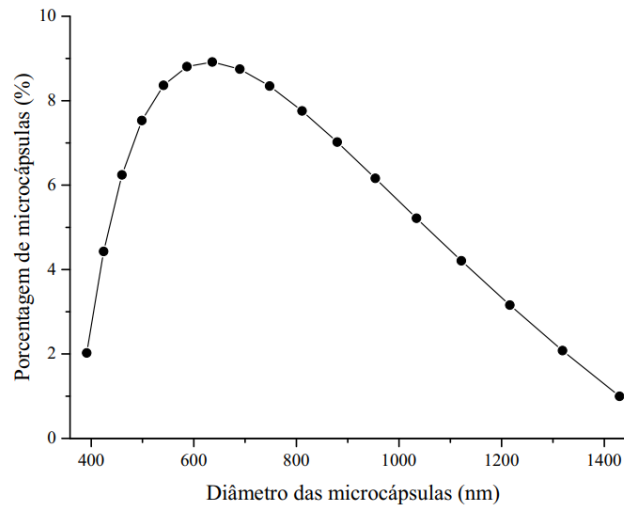
O alto valor da eficiência é justificado pelo alto rendimento conseguido com a técnica de polimerização *in situ*, que pode chegar até 99%. Assim, pode-se afirmar que o processo de microencapsulação do salicilato de metila para aplicação têxtil.

A distribuição de tamanho das microcápsulas, assim como o tamanho médio, possui grande influência na liberação do composto ativo, além de auxiliar no entendimento da



deposição das microcápsulas no substrato têxtil. Na Figura 1 podem-se observar a distribuição de tamanho das microcápsulas e a porcentagem associada aos valores.

Figura 1 – Curva de distribuição do tamanho das microcápsulas de salicilato de metila

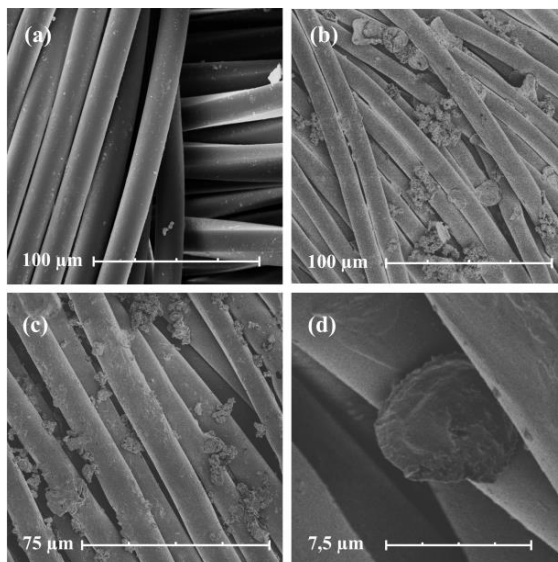


Fonte: Autores (2023).

Os resultados descritos na Figura 1 demonstram que as microcápsulas tem uma distribuição de diâmetro na faixa de 391,28 - 1429,89 nm, sendo a maior distribuição representada entre 498,90 - 879,52 nm. O diâmetro médio das microcápsulas calculado foi de 733,99 nm. As microcápsulas pequenas tem a vantagem com relação à liberação controlada e aumento da durabilidade do acabamento têxtil devido à sua melhor penetração na matriz (BEZERRA et al., 2016). A Figura 2 mostra as micrografias do tecido com o acabamento.

É possível observar que ocorreu a deposição das microcápsulas nas fibras de poliéster, quando compara a micrografia do tecido sem tratamento - Figura 2 (a) – o qual não apresenta deposição do material, com as micrografias mostradas nas Figura 3 (b) e (c), que fica evidente a presença de microcápsulas. Deste modo, confirma a ideia anteriormente abordada que o tamanho das microcápsulas facilita a absorção e penetração delas no tecido de poliéster (BEZERRA et al., 2019; BEZERRA et al., 2016).

Figura 2 – Microscopia eletrônica de varredura do tecido 100% poliéster: (a) sem tratamento; (b) com tratamento de microcápsulas ampliação de 1.500x; (c) ampliação de 2.000x; (d) com ampliação de 8.000x.



Fonte: Autores (2023).

As microcápsulas depositadas como acabamento têxtil foram aplicadas por meio de foudardagem pela técnica *pad-dry-cure*. Foram constatados aproximadamente $5\pm 0,09\%$ de microcápsulas em relação à massa inicial do substrato têxtil, evidenciando a presença do material disposto sob o artigo. Com relação a quantidade de microcápsulas retidas na matriz têxtil, pode-se afirmar que o valor de absorção é relativamente alto para tecidos de poliéster, aproximando-se a um tecido de algodão, o que também pode ser confirmado pelas micrografias que apresentaram grande quantidade de microcápsulas depositadas. Deste modo, pode-se considerar a possibilidade da utilização das microcápsulas como acabamento para tecido 100% poliéster, cumprindo o propósito do trabalho.

CONCLUSÃO

Os resultados analisados evidenciaram que as microcápsulas de SM via polimerização *in situ* puderam ser obtidas por meio da metodologia proposta. Os resultados do estudo indicam que as microcápsulas de SM, obtidas por meio da técnica polimerização *in situ*, foram altamente eficazes, com uma eficiência de encapsulação de 98,77%. O tamanho médio das microcápsulas (733,99 nm) favoreceu a penetração e distribuição uniforme no tecido de poliéster. A análise de *grafiting* demonstrou que aproximadamente $5\pm 0,09\%$ das microcápsulas foram depositadas na superfície do tecido, indicando a viabilidade do acabamento em tecido de poliéster. Diante de tais resultados, pode-se concluir que microcápsulas desenvolvidas e aplicadas como acabamento em tecido de poliéster podem ser consideradas uma possibilidade promissora para o desenvolvimento de artigos têxteis esportivos funcionais.

Agradecimentos

Agradecimento à fundação Araucária pelos recursos e a UTFPR – câmpus Apucarana por todo o suporte e disposição dos laboratórios, em especial ao LAMAP.



Conflito de interesse

Não há conflito de interesse.

REFERÊNCIAS

- BEZERRA, Fabricio Maestá; CARMONA, Oscar Garcia; CARMONA, Carlos Garcia; LIS, Manuel José; MORAES, Flavio Faria de. Controlled release of microencapsulated citronella essential oil on cotton and polyester matrices. **Cellulose, Springer**, v. 23, n. 2, p. 1459–1470, 2016.
- CHENG, SY; YUEN, CWM; KAN, CW; CHEUK, KKL. Development of cosmetic textiles using microencapsulation technology. **Research Journal of Textile and Apparel**, v. 12, n. 4, p. 41, 2008.
- LIMA, Caroline Santos Alves de. Estudo do desenvolvimento de microcápsulas de polímeros naturais para aplicação em têxteis médicos. 2017. **Tese (Doutorado)** — Universidade de São Paulo, 2017.
- MENDES, Samira; CATARINO, André; ZILLE, Andréa; FERNANDES, Nádia; BEZERRA, Fabricio Maestá. Vehiculation of methyl salicylate from microcapsules supported on textile matrix. **Materials, Multidisciplinary Digital Publishing Institute**, v. 14, n. 5, p. 1087, 2021.
- NAVEENA, Byreddy; NAGARAJU, M. Microencapsulation techniques and its application in food industry. **IJCS**, v. 8, n. 1, p. 2560–2563, 2020.
- O'MALLEY, PATRICIA. Sports cream and arthritic rubs: the hidden dangers of unrecognized salicylate toxicity. **Clinical Nurse Specialist**, v. 22, n. 1, p. 6–8, 2008.
- PIMENTA, Joana Mafalda de Sousa. Desenvolvimento de têxteis com capacidade de remoção ou liberação de odores/fragrâncias. 2014.
- PODGORNIK, Bojana Boh; ŠUMIGA, Boštjan. In situ polymerisation microcapsules. 2013. **Tese (Doutorado)** — Univerza v Ljubljani, Naravoslovnotehniška fakulteta, 2013.
- REENTS, Stan. Analyzing sports creams. *Training & Conditioning*, 2015. Disponível em: <https://training-conditioning.com/article/analyzing-sports-creams/>.
- VANISKI, Rosane; CORTI, Daiane; DRUNKLER, Deisy Alessandra. Técnicas e materiais empregados na microencapsulação de probióticos. **Brazilian Journal of Food Research**, 2017.
- WEI, Yusen; MAO, Jiangdi; LIU, Jingliang; ZHANG, Yu; DENG, Zhaoxi; LV, Jiaqi; HE, Maolong; LIU, Jianxin; WANG, Haifeng. Encapsulated mixture of methyl salicylate and tributyrin modulates intestinal microbiota and improves growth performance of weaned piglets. **Microorganisms, Multidisciplinary Digital Publishing Institute**, v. 9, n. 6, p. 1342, 2021.