

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CÁPSULAS POLIMÉRICAS CONTENDO ÁCIDO ASCÓRBICO PARA APLICAÇÃO EM PRODUTOS COSMÉTICOS

DE BORBA, Anna Paula ¹
DE SOUZA, Luiz Felipe ²
ARAÚJO, Rogério ³

RESUMO

O ácido ascórbico tem grande importância para a indústria cosmética na prevenção do envelhecimento cutâneo e no tratamento de manchas causadas pelo acúmulo de melanina. Com o aumento do interesse público pelos cuidados com a pele, o ácido ascórbico, conhecido como vitamina C, tornou-se um dos ativos mais utilizados no ramo, porém um problema que impede ampliar sua utilização é a sua instabilidade físico-química. Como solução para este problema, o objetivo do trabalho foi desenvolver cápsulas de ácido ascórbico envolto de um polímero natural, buscando sintetizar uma forma estabilizada do ácido ascórbico através da técnica de encapsulação à base de polímeros naturais. As cápsulas foram sintetizadas em escala laboratorial pelo método de coacervação simples utilizando a quitosana e o alginato de sódio como agentes encapsulantes. Deste modo, as cápsulas de alginato de sódio apresentaram resultados mais satisfatórios para atingir os objetivos deste projeto de pesquisa.

Palavras-chave: Ácido ascórbico; Polímero Natural; Encapsulação; Alginato de Sódio; Quitosana.

1 INTRODUÇÃO

O legado da pandemia de COVID-19 sob os hábitos de consumo de produtos de beleza estimulou a preocupação com os cuidados da pele, resultando em uma expansão do público consumidor, sendo refletida em um aumento de 66% na busca pelo tópico no google entre os meses de fevereiro e abril de 2020.

¹Graduanda do Curso de Engenharia Química do Centro Universitário UNISOCIESC, annapdeborba@gmail.com; ²Graduando do Curso de Engenharia Química do Centro Universitário UNISOCIESC, luizf7774@gmail.com; ³Professor orientador: Rogério Araújo; Centro Universitário UNISOCIESC,araujo@unisociesc.com.br.

Como um importante agente antioxidante e eliminador de radicais livres, o uso do ácido ascórbico, também conhecido como vitamina C, pode ajudar na melhora da qualidade da pele, estimulando a formação de colágeno e a decomposição da melanina na mesma. Contudo, a utilização da vitamina C torna-se limitada devido a sua instabilidade físico-química, tal como ao ar, luz, umidade e temperatura (WANG *et al.*, 2011).

O calor, a exposição ao ar e o meio alcalino aceleram a oxidação desta vitamina, principalmente quando está em contato com o cobre, ferro ou enzimas oxidativas, tornando-se ineficiente em um curto espaço de tempo (GUILLAND; LEQUEU, 1995, p. 375). Para minimizar a problemática da oxidação pode-se utilizar métodos de encapsulação.

A encapsulação é um processo que surgiu a muitas décadas, mas ainda apresenta grande aplicação nas áreas farmacêuticas, alimentar, cosmética e dos agroquímicos (SUAVE *et al.*, 2006). Compreende um conjunto de diversas técnicas que permitem proteger um ativo controlando sua liberação em uma velocidade específica por um determinado período de tempo. Neste processo, um bioativo é incorporado em um sistema de revestimento com um diâmetro que pode variar entre 1 a 1000µm (OBEIDAT, 2009).

Por serem considerados ótimos agente encapsulante, a quitosana e o alginato são polímeros naturais e abundantes na natureza, e se mostram como um potencial material encapsulante do ácido ascórbico por conta de suas características biológicas e físico-químicas, tais como: biocompatibilidade, biodegradabilidade, distintas atividades biológicas e suas propriedades de formação de fibras e filmes.

Segundo Vila Jato (1999), os diversos métodos de encapsulação superam as centenas, sendo separados em químicos, físicos e físico-químicos. Dentre esses, o método físico-químico de coacervação simples se mostra mais adequado para a realização da microencapsulação por ser um método relativamente simples.

Tendo em vista todas as questões apresentadas, neste projeto busca-se desenvolver uma forma estabilizada do ácido ascórbico através da técnica de encapsulamento por coacervação simples à base da quitosana e alginato para fins cosméticos e uso tópico.

Durante o transcorrer deste projeto de pesquisa, evidencia-se o estudo da da compatibilidade e reação química entre o ácido ascórbico, a quitosana e o alginato, a

encapsulação do material ativo e análise das características físico-químicas das cápsulas sintetizadas.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

A vitamina C ou ácido ascórbico provém da ingestão de vários nutrientes, principalmente de frutas cítricas, morangos, vegetais verdes, tomates e batatas. É uma vitamina hidrossolúvel e termolábil, na qual os seres humanos são incapazes de sintetizá-la. Isto ocorre devido a deficiência geneticamente determinada que faz com que não haja conversão da glicose em ácido ascórbico via gulonolactona oxidase, pois carecem dessa enzima que catalisa a L-gulonolactona em ácido L-ascórbico (MANELA-AZULAY *et al.*, 2003; MANNMACHER, L., 2006).

Como afirma Manela-Azulay *et al.* (2003), “a vitamina C encontra-se na natureza sob duas formas: reduzida ou oxidada (ácido deidroascórbico); ambas são igualmente ativas, porém a forma oxidada está muito menos difundida nas substâncias naturais.” Ela pode exercer efeitos importantes no antienvhecimento, corrigindo perdas estruturais e funcionais da pele, pois ela está relacionada a regeneração da epiderme, tendo um efeito fotoprotetor na pele (BARROS; BOCK, 2012).

Sob o ponto de vista da cosmetologia, o uso do ácido ascórbico apresenta diversas finalidades de tratamento, principalmente o combate ao envelhecimento cutâneo e tornou-se um dos grandes alvos da indústria cosmética devido às suas aplicações e resultados satisfatórios contra o envelhecimento epidérmico (VIDAL; FREITAS, 2015).

A aplicação tópica de ácido ascórbico restaura a estrutura anatômica da junção dermoepidérmica na pele jovem, além de aumentar o número de anéis capilares nutritivos na derme papilar, na pele envelhecida de mulheres pós menopausa (SANDOVAL; CAIXETA; RIBEIRO, 2015).

É constantemente estudada pelo seu grande potencial antioxidante, auxiliando principalmente no retardamento do envelhecimento extrínseco. E por ser composta por um material branco, cristalino, inodoro, estável na forma seca e solúvel em água, características que faz com que combata os radicais livres que se encontram no meio aquoso e auxilie na proteção dos antioxidantes (PEREIRA; VIDAL; CONSTANT, 2009, p. 231-247). O ácido ascórbico doa dois elétrons, tornando-se oxidado, o que faz diminuir o processo de peroxidação lipídica, ou seja, fazer com que se constitua uma reação em

cadeia dos ácidos polinsaturados das membranas celulares, gerando radicais livres que alteram a permeabilidade, fluidez e integridade das mesmas.

Segundo Maia (2001 *apud* Krambeck 2009), os radicais livres são compostos altamente reativos e instáveis, por conter um número ímpar de elétrons na sua órbita mais externa, que são gerados a partir da exposição a radiação solar, fumo e poluição.

À medida que a pele envelhece, a derme torna-se fina, e seu conteúdo de colágeno diminui. Essas alterações são aceleradas pela exposição aos raios UV, de forma crônica. A radiação UV gera a formação de radicais livres. Por sua ação na biossíntese de colágeno e por seu efeito redutor de radicais livres, a possibilidade de liberar doses farmacológicas de ácido L-ascórbico via percutânea apresenta-se como uma interessante e importante terapêutica (MANELA-AZULAY *et al.*, 2003).

A vitamina C em solução aquosa sofre oxidação e é degradada reversivelmente em ácido deidro-L-ascórbico. Este ácido formado pode ser oxidado irreversivelmente para ácido 2,3-dicetogulônico que perde sua atividade. O ácido 2,3-dicetogulônico pode ser quebrado em ácido oxálico e L-treônico, obtendo uma coloração castanha Fox (1998, *apud* Krambeck, 2009).

2.1 ENCAPSULAÇÃO E MÉTODOS DE ENCAPSULAMENTO

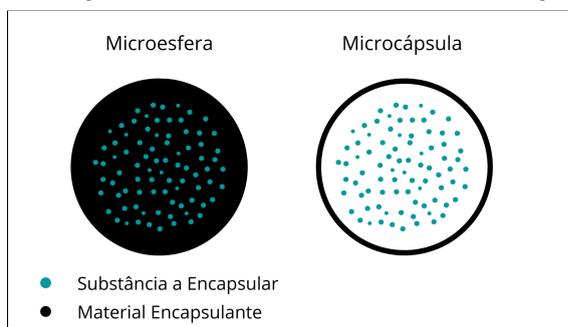
O conceito de encapsulação surgiu da idealização do modelo celular onde um material interno, determinado núcleo, é recoberto por um material de cobertura. O núcleo pode ser uma partícula sólida ou uma gota de um líquido, dispersão ou emulsão. Essa membrana se desfaz sob estímulo específico, liberando a substância de forma controlada (CHAN; LIM; HENG, 2000; JYOTHI *et al.*, 2010 *apud* PASQUALIM, 2015).

A tecnologia da microencapsulação pode ser usada para proteção de fotossensibilidade e oxidação, diminuição da degradação, aumento de estabilidade, redução das propriedades de volatilidade e inflamabilidade, entre outras. Na mesma linha, Bansode *et al.* (2010) afirma que as micropartículas podem ser usadas em compostos bioativos como fármacos, aromatizantes, óleos essenciais, nutrientes e pesticidas.

Segundo Vyas e Khar (2006), as micropartículas são do tamanho variável de 1 a 1000 μm , podendo ser divididas entre microesferas e microcápsulas dependendo de sua estrutura. As microesferas (Figura 1) são partículas compactas do tipo matricial no qual a substância ativa é adsorvida no estado sólido ou moléculas à superfície da partícula. Segundo BOURY *et al.* (2006, *apud* Matté *et al.*, 2013), as microesferas têm como principal matéria prima polímeros biodegradáveis e biocompatíveis. Já as microcápsulas

(Figura 1) são um sistema de reservatório, onde um núcleo contendo o agente ativo é recoberto por uma camada de espessura variável do material encapsulante.

Figura 1 - Representação da estrutura das micropartículas



Fonte: Adaptado de Pasqualim (2015).

Alguns fatores como propriedades do material encapsulante e técnica de encapsulação têm influência nas características da microcápsula tais como morfologia, tamanho, porosidade, solubilidade, entre outros (BUDINCIC *et al.*, 2020), por conta disto a escolha do material encapsulante é importante para suas aplicações, estabilidade e eficiência de encapsulação.

As opções de métodos de encapsulação chegam a centenas, sendo diferentes no tipo de envolvimento ou aprisionamento do ativo pelo material encapsulante, podendo ser de natureza físico-química, física ou química.

Nos processos físico-químicos se destacam coacervação ou separação de fases, emulsificação, pulverização em agente formador de reticulação e envolvimento lipossômico. Nos processos físicos se destacam o spray drying, spray cooling, pulverização em banho térmico, liofilização, co-cristalização e leite fluidizado.

De modo geral, o processo de microencapsulação se inicia com a dispersão do ativo em uma solução polimérica seguido pela indução de coacervação, por algum dos métodos físicos, químicos ou físico-químicos, onde irá ocorrer a formação e deposição do coacervado em torno do agente ativo. Na próxima etapa uma camada polimérica é formada pela coalescência do coacervado e depois endurecida através da mudança de temperatura, adição de uma agente reticulante ou difusão do solvente (SUAVE *et al.*, 2006).

Por conta da diversidade do processo de microencapsulação, Silva *et al.* (2003) afirma que o método escolhido deve ser simples, reprodutível, rápido e fácil de transpor em escala industrial, sendo a grande limitação na escolha o custo elevado do processo de encapsulação e a escassez de certos materiais encapsulantes.

Brasileiro (2011) ainda afirma que a seleção do método de microencapsulação depende de alguns aspectos, tais como, propriedades físico-químicas, tanto do material a encapsular quanto do agente encapsulante (principalmente, a solubilidade), a aplicação ou finalidade da micropartículas; o tamanho, textura e forma da micropartícula e o mecanismo de liberação do material encapsulado.

O agente encapsulador também tem grande importância para o resultado final da microcápsula, impactando nas propriedades físicas e químicas. Segundo Santos *et al.* (2000) uma baixa viscosidade em concentrações elevadas e a fácil manipulação durante o processo são essenciais para um bom agente encapsulante.

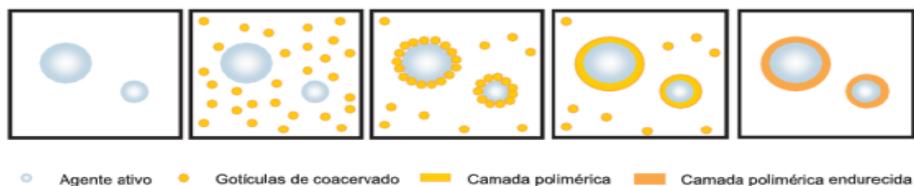
2.2 PROCESSO DE COACERVAÇÃO

A coacervação simples é um fenômeno em que há a adição de uma substância redutora de hidratação (não-solvente) e uma solução coloidal hidrofílica resulta na formação de duas fases, uma das quais é rica em moléculas coloidais (SHIMOKAWA *et al.*, 2013).

A coacervação polimérica consiste na separação de fases em uma solução aquosa, resultando em dois sistemas coloidais, tornando-se em dois líquidos imiscíveis, sendo uma fase rica em colóide (coacervado) e a outra pobre. A primeira fase deposita-se ao redor das gotículas do material a ser encapsulado, insolúvel na solução, formando as cápsulas, como representado na figura 2.

O sucesso na aplicação da técnica depende da determinação das condições apropriadas para deposição do coacervato, que pode ser conseguida não somente por adição de não-solventes, como etanol e isopropanol, e sais (sulfatos de sódio e amônio), mas também pela escolha, sob condições selecionadas, de macromoléculas incompatíveis com a primeira espécie macromolecular (LEIMANN, 2008).

Figura 2 - Formação da cápsulas por coacervação simples.



Fonte: Suave *et al.* (2006).

Esta técnica foi escolhida pela sua facilidade de execução, não necessitando de equipamentos específicos, podendo ser realizada em laboratório, obtendo-se resultados satisfatórios em pequena escala.

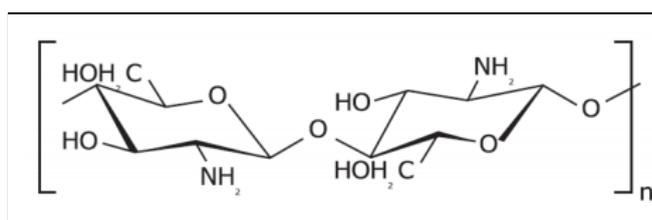
2.3 MATERIAIS ENCAPSULANTES

Segundo Melo *et al.* (2005), diversos polímeros podem ser utilizados como materiais de revestimentos em processos de microencapsulação. Encontram-se em destaque o aproveitamento de polímeros biodegradáveis naturais, que apresentam baixo custo, fácil obtenção e baixa toxicidade, tais como os polissacarídeos como a quitosana, o alginato, a celulose, o amido e a pectina.

2.3.1 Quitosana

A estrutura química da quitosana (Figura 3) é composta pelos polímeros β -(1 \rightarrow 4)-2-amino-2-desoxi-D-glicose e β -(1 \rightarrow 4)-2-acetamida-2-desoxi-D-glicose com a função orgânica amina e grupos de hidroxila primários e secundários (COUTO *et al.*, 2009 *apud* Matté *et al.*, 2013).

Figura 3 - Ilustração esquemática da estrutura química da quitosana



Fonte: Matté *et al.* (2013).

A quitosana é um aminopolissacarídeo de origem natural principalmente obtida a partir da desacetilação da quitina realizada através da ação enzimática ou da hidrólise alcalina, segundo polímero mais abundante na natureza. Suas características de biodegradabilidade, atoxidade e biocompatibilidade permitem uma versatilidade de aplicações em diversas áreas (MATTÉ *et al.*, 2013).

A estrutura da quitosana é composta de grupos ionizáveis na extensão de toda sua cadeia, onde os grupamentos aminos apresentam reatividade em meios ácidos, sendo capazes de se ligarem a íons de hidrogênios, caracterizando a quitosana como um polissacarídeo polieletrólito catiônico. Essa classificação revela características como capacidade de adsorção e habilidade quelante.

Segundo Veiga (2011), muitas propriedades físico-químicas da quitosana dependem do grau médio de acetilação e da massa molar, sendo o valor deste grau o que diferencia a quitina da quitosana. A quitosana, geralmente, é insolúvel em água, meios neutros e alcalinos, no entanto, é solúvel em ácidos orgânicos, solventes orgânicos e alguns ácidos inorgânicos como ácido clorídrico (HCl) e ácido bromídrico (HBr).

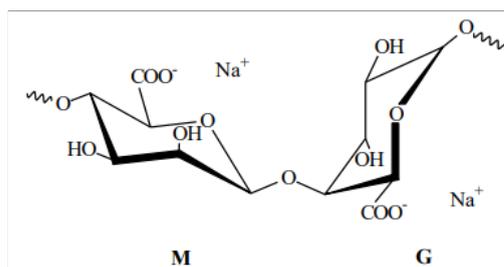
2.3.2 Alginato de sódio

O alginato foi descoberto por E. C. C. Stanford, em 1883, através da digestão de folhas de algas marrons com carbonato sódico, onde foi encontrada uma pasta gelatinosa, semelhante a goma tragacanto. Essa substância, denominada inicialmente de algina por conta da derivação de alga, teve sua produção comercial iniciada em 1929.

O alginato é obtido a partir da derivação do ácido algínico, sendo este um biopolímero linear, constituído por unidades monoméricas de D- manurônico e L- gulurônico dispostos por ligação 1-4, sendo essas ligações podendo resultar em diferentes tipos de polímeros, com blocos GG ou MM inter dispersos em ligações do tipo MG.

O alginato é amplamente utilizado na indústria de alimentos, cosméticos, medicamentos e também na indústria têxtil e de papel. Por conta de suas características, é muito utilizado como espessante, estabilizantes de emulsões e de espuma, agente de encapsulação, agente de gelificação, entre outras aplicações. A variação mais utilizada na indústria é a do alginato de sódio, como sal de sódio do ácido algínico, ilustrado na Figura 4.

Figura 4 - Ilustração esquemática da estrutura química do alginato de sódio.



Fonte: Iwaki. (2010).

3 METODOLOGIA

O presente capítulo possui a finalidade de abordar a caracterização do meio de pesquisa desenvolvido no artigo e referir os materiais e métodos utilizados na síntese do procedimento de encapsulação do ácido ascórbico por meio da coacervação simples.

3.1 CARACTERIZAÇÃO DA PESQUISA

Este projeto de pesquisa científica aplicada abordou elementos quantificáveis para a produção de cápsulas poliméricas contendo ácido ascórbico, com o objetivo de explorar métodos de estabilização do ativo para fins cosmetológicos por meio de pesquisa experimental.

3.2 AMBIENTE DA PESQUISA

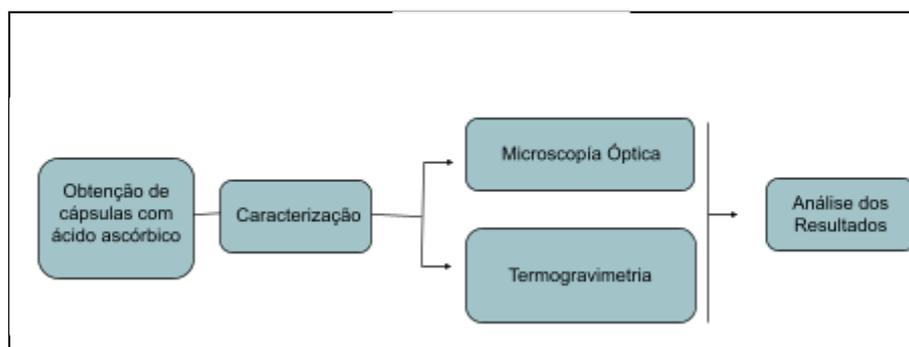
A pesquisa experimental foi realizada no laboratório de análises químicas do Centro Universitário UNISOCIESC campus Anita Garibaldi. As análises citadas no item 3.5.2 foram realizadas no Centro Universitário UNISOCIESC e na empresa FGM Produtos Odontológicos.

3.3 ETAPAS DA PESQUISA

Na Figura 5 observa-se o fluxograma desta pesquisa. Na primeira etapa o ácido ascórbico foi encapsulado pelo processo de coacervação simples do solvente, sendo a

quitosana e o alginato de sódio utilizado em diferentes concentrações-testes como agente encapsulante. Após o encapsulamento, a caracterização da cápsula foi realizada através da microscopia óptica (MO) com o objetivo de avaliar o dimensionamento e os aspectos da superfície da microcápsula. A análise de termogravimetria foi utilizada para confirmar a encapsulação do ácido ascórbico e a estabilidade térmica da cápsula.

Figura 5 - Fluxograma das etapas de pesquisa do projeto



Fonte: Os autores (2021).

O processo de encapsulação foi realizado empregando a técnica de coacervação simples com ácido ascórbico e em diferentes concentrações-testes de quitosana e alginato que será explicitado na seção 3.5.2. Após a secagem em dessecador das cápsulas, foi executada a caracterização das mesmas.

3.4 MATERIAIS

Neste trabalho foram utilizados: o ácido ascórbico, da marca NOX LAB SOLUTIONS ®, quitosana da marca Selettogrão, alginato de sódio (Dinâmica ®). Para o preparo das soluções, foi utilizado o componente reticulante cloreto de cálcio da marca Synth, e Tween 80 (Dinâmica ®), como tensoativo da emulsão entre o ácido ascórbico e a quitosana e entre ácido ascórbico e o alginato de sódio.

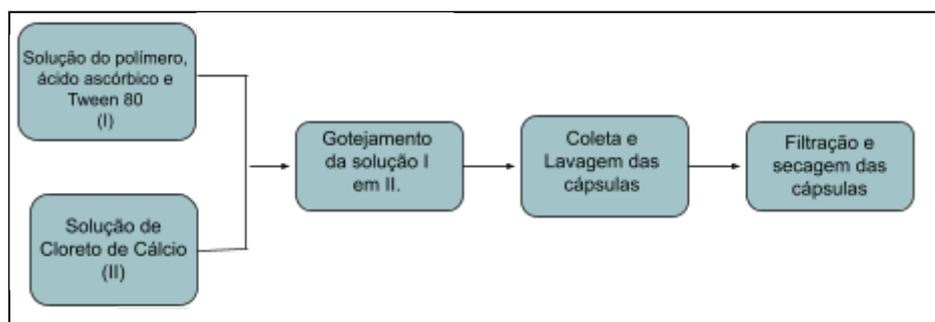
3.5 MÉTODOS

Nesta seção serão apresentados todos os procedimentos experimentais utilizados pelos autores na execução deste projeto de pesquisa.

3.5.1 Processo de encapsulação por coacervação

O método para a produção das cápsulas de ácido ascórbico foi o de coacervação simples, baseado na metodologia de Radünz (2017) com modificações, representado no fluxograma da figura 6 e 7.

Figura 6 - Fluxograma do processo de encapsulação com quitosana

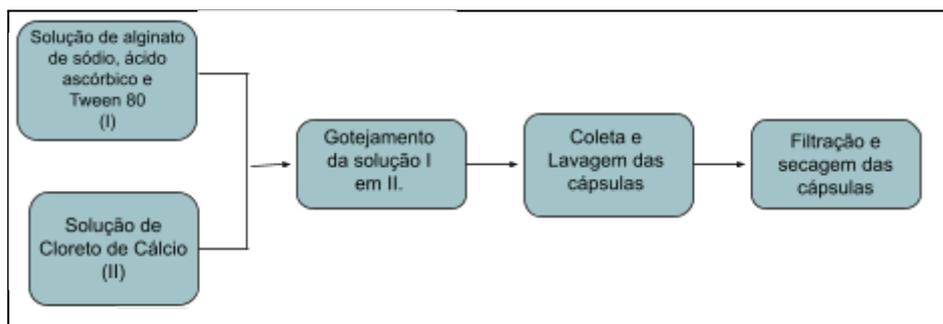


Fonte: Os autores (2021).

Para a encapsulação com a quitosana, preparou-se uma solução I de 1 L de quitosana em concentração de 5%, em ácido acético (1%) sob agitação constante durante 24 horas para a solubilização completa do polímero, sendo fracionada e diluída nas concentrações desejadas (0,5%; 1%; 1,5%) e posteriormente, foi adicionado o ácido ascórbico, sendo este adicionado em um percentual de 1% de cada solução, e 12 gotas do emulsificante Tween 80 para cada concentração.

Em seguida, uma solução II de 500 ml de cloreto de sódio em uma concentração de 6% em um balão volumétrico foi solubilizada com a ajuda de um bastão de vidro. A solução II foi colocada sobre uma agitação magnética branda e para a realização do gotejamento foi utilizado uma pipeta, até se atingir um tamanho de cápsula desejado. Com isso, a solução I foi gotejada na solução II, de modo leve, empregando movimentos circulares.

Para o alginato de sódio, o processo se repetiu de forma similar, como representado na Figura 7.

Figura 7 - Fluxograma do processo de encapsulação com alginato de sódio

Fonte: Os autores (2021).

Para a solução de alginato, foi preparado uma solução de 200 ml em concentração 2%, solubilizada sobre agitação e aquecimento a 80°C, sendo levada ao resfriador até atingir a temperatura ambiente, fracionada e diluída nas concentrações desejadas (0,5; 1; 1,5%) e posteriormente, foi adicionado o ácido ascórbico, sendo este adicionado em um percentual de 1% para cada solução, e 12 gotas do emulsificante Tween 80 para cada concentração.

Em seguida o processo se repetiu ao da quitosana, sendo preparado uma solução II de 500 ml de cloreto de sódio em uma concentração de 6% em um balão volumétrico. Essa solução foi colocada sobre uma agitação magnética branda e a realização do gotejamento se deu por uma pipeta até se atingir um tamanho de cápsula desejado.

Após a formação das cápsulas, a solução foi filtrada e as cápsulas foram lavadas com água deionizada, após isso foram levadas ao dessecador por 10 dias.

As diferentes concentrações de polímero utilizadas, assim como os volumes de ácido ascórbico e de Tween 80 e as condições de secagem das cápsulas são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Concentração e Parâmetros para os Testes Realizados

	Concentração do Polímero(%m/m)	Concentração de Ácido Ascórbico	Volume de Tween	Secagem
Amostras com Alginato de Sódio	2%	1%	12 gotas	Dessecador por 10 dias.
	1,5%			
	1%			
	0,5%			
Amostras com Quitosana	2%	1%	12 gotas	Dessecador por 10 dias.
	1,5%			
	1%			
	0,5%			

Fonte: Os autores, 2021.

3.5.2 Caracterização da Cápsula

Para a caracterização das cápsulas, as amostras foram submetidas à microscopia óptica (MO), com o objetivo de análise de sua morfologia, além de possibilitar a verificação do seu diâmetro e a coerência da encapsulação. Para tal foram utilizados os modelos disponíveis na UNISOCIESC.

A amostra das cápsulas envolta pelos polímeros naturais também foram avaliadas pela técnica de termogravimetria (TG). O ensaio de TG forneceu informações da perda de massa da amostra com o aquecimento programado. Assim foi possível avaliar a estabilidade térmica das cápsulas. Para isso foi utilizado o equipamento Shimadzu TG 50, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e faixa de variação entre 25 e 600 °C.

4 RESULTADO E DISCUSSÃO

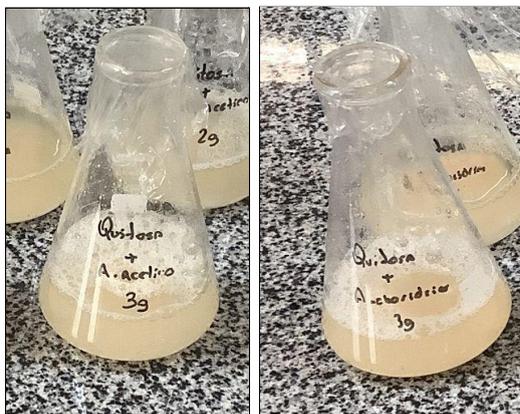
Nesta etapa, serão apresentados os resultados obtidos no estudo de pesquisa.

4.1 MÉTODO DE COACERVAÇÃO COM QUITOSANA

Durante a realização da solubilização da quitosana em ácido acético, o pH na solução era 4, a mesma ficou durante 24 horas em agitação branda para tentar aumentar a solubilização, mas não obteve-se o resultado esperado. A quitosana não se dissolveu

totalmente em pH ácido. Com o objetivo de se atingir o nível desejado de solubilização, foi realizada uma amostra da quitosana em ácido clorídrico a uma concentração de 1%, a mesma ficando em agitação durante 24 horas, mas, ainda assim, não obteve-se o resultado esperado, como mostrado na Figura 8.

Figura 8 - Solubilização da quitosana com ácido acético e com o ácido clorídrico



Fonte: Os autores (2021).

A dificuldade em solubilizar a quitosana pode ter sido consequência direta de seu grau de pureza, ou ainda do tipo de quitosana utilizado. Sendo essa não solubilização impossibilitando o gotejamento na solução de cloreto de cálcio devido à ausência da fase de dois sistemas coloidais, que formariam dois líquidos imiscíveis, sendo uma fase rica em colóide e a outra pobre.

4.2 MÉTODO DE COACERVAÇÃO COM ALGINATO

As diferentes concentrações de alginato foram essenciais para as propriedades das cápsulas. Quando utilizado a concentração do alginato em 2%, observou-se que as cápsulas ficaram muito resistentes ao atrito, dificultando seu rompimento e também sua aplicação em cosméticos. Para as concentrações de 1,5% e 1%, observou-se que seu rompimento se deu de maneira regular e com média facilidade, sendo assim as concentrações ideais, para fins de rompimento com atrito. Já para concentração de 0,5%, as cápsulas se desfazem sobre a agitação do gotejamento, sendo impossível sua utilização.

Para a secagem, as cápsulas foram encaminhadas ao dessecador por 10 dias. A Figura 9 mostra, da esquerda para a direita, as cápsulas de 2%, 1,5% e de 1% de alginato de sódio secas com o ácido ascórbico.

Figura 9 - Cápsulas de alginato de sódio após secagem



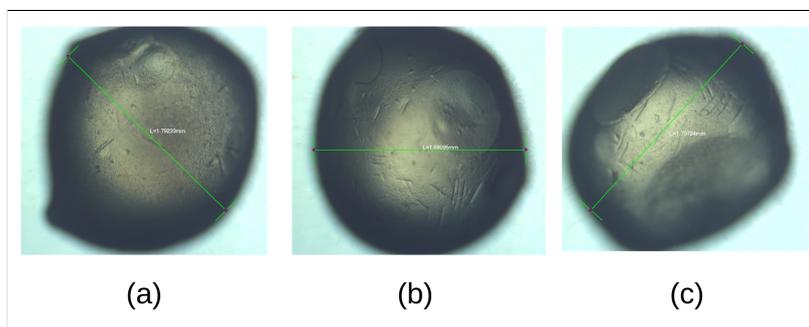
Fonte: Os Autores (2021).

A diferenciação da coloração nas cápsulas foi creditada a variação das concentrações de alginato de sódio utilizado.

4.3 ANÁLISE DA MORFOLOGIA POR MICROSCOPIA

Para a caracterização, as cápsulas foram submetidas a análise microscópica nas três variações obtidas pelo alginato de sódio, a Figura 10 apresenta os resultados.

Figura 10 - Microscopia óptica das cápsulas de alginato de sódio.



Fonte: Os Autores (2021).

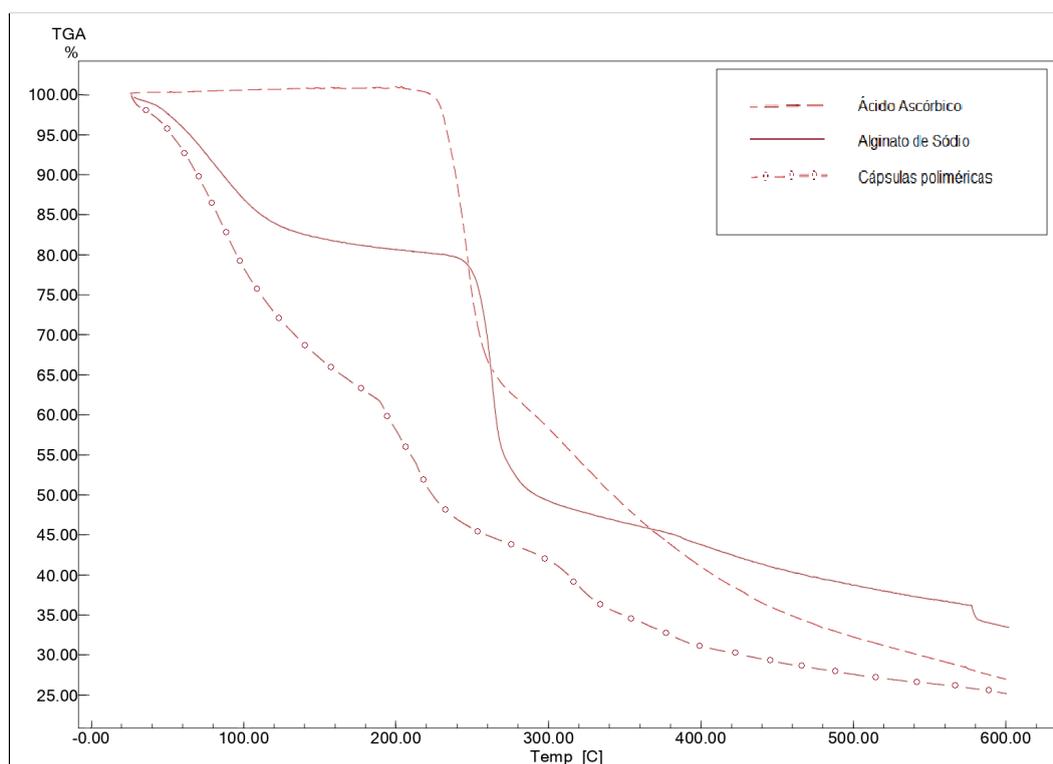
Sendo as concentrações de alginato de sódio de (a), (b) e (c) iguais a 2%, 1,5% e 1%, respectivamente. O diâmetro das cápsulas ficou entre 1600 μ m e 1800 μ m para todas as amostras, a padronização do tamanho das amostras não foi impactada pela variação da concentração de alginato mas a realização do processo de gotejamento manual pode ter ocasionado em alguma variação indesejada.

Quanto a sua morfologia, pode-se observar que as cápsulas são praticamente esféricas, sendo observado que a velocidade da agitação no momento do gotejamento é essencial no resultado da forma final das cápsulas.

4.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

O perfil de perda de massa resultante dos ensaios de TG são mostrados na Figura 11.

Figura 11 - Gráficos de percentual de perda de massa em função da temperatura.



Fonte: Os Autores (2021).

A curva termogravimétrica do alginato de sódio apresenta duas áreas de perda de massa, característica da degradação do alginato de sódio, sendo a primeira região de

perda de massa representando a perda de umidade, cerca de 17 a 20% e a segunda região, sendo a principal área de perda de massa em 250°C.

A curva do ácido ascórbico apresentou 1 região de perda de massa em 250°C, onde cerca de 35% de sua massa foi perdida. Entretanto, a curva contendo a cápsula de alginato de sódio com ácido ascórbico em sua composição, apresenta 3 regiões de perda de massa, caracterizando a degradação do alginato de sódio com o ácido ascórbico. A primeira região caracteriza a perda de umidade em cerca de 30% da massa total das cápsulas, o que indica que o processo de secagem necessita de melhorias. A presença de umidade gerou uma segunda região de perda de massa por hidrólise em 200°C, sendo a terceira região de perda de massa em 300°C.

A Tabela 2 reúne os dados que foram obtidos a partir das curvas de TG da amostra da cápsula de alginato de sódio com o ácido ascórbico, são mostradas as temperaturas onset e endset e a quantidade de massa perdida na amostra.

Tabela 2 - Valores obtidos na termogravimetria.

Amostra	Primeira Região de Perda de Massa			Segunda Região de Perda de Massa			Terceira Região de Perda de Massa		
	T _{onset} (°C)	T _{endset} (°C)	% Perda	T _{onset} (°C)	T _{endset} (°C)	% Perda	T _{onset} (°C)	T _{endset} (°C)	% Perda
Alginato de Sódio	75	106	13,5	250	280	32,85	-	-	-
Ácido Ascórbico	238	261	37,3	-	-	-	-	-	-
Cápsulas Poliméricas	20	120	40	198	235	14	300	378	9

Fonte: Os Autores (2021).

Analisando os dados obtidos na Tabela 2 e na Figura 11 pode-se notar que a curva de referência para a degradação do ácido ascórbico e do alginato de sódio estiveram na faixa de 250°C. Com isso, esperava-se que a cápsula, ao atingir a temperatura de 250°C, sofresse sua total perda de massa. Entretanto, observa-se que tanto o ácido ascórbico quanto o alginato de sódio sofrem um desvio na sua temperatura de decomposição, de 238°C para cerca de 200°C e de 250°C para cerca de 300°C, respectivamente, por conta da umidade presente na cápsula e no alginato de sódio.

Por conta disso, podemos confirmar a presença de ácido ascórbico na cápsula e relacionar a perda de massa com o percentual de ácido ascórbico encapsulado, quantificando o ácido ascórbico presente na cápsula sendo esse resultado da decomposição da segunda região de perda de massa, desconsiderando a umidade presente na cápsula.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Durante o desenvolvimento do projeto, lidou-se com alguns percalços devido à escassez de recursos, como a dificuldade de obter quitosana por conta de seu custo e desconhecer o grau de pureza da mesma.

De modo geral, pode-se afirmar que o objetivo do trabalho foi parcialmente alcançado com a obtenção da cápsula de ácido ascórbico por meio do alginato de sódio, com diâmetro das cápsulas entre 1600 μ m e 1800 μ m para todas as amostras, sendo necessário a realização de mais testes para comprovar a real efetividade da cápsula em reduzir a instabilidade do ácido ascórbico. Nota-se também, que o processo de gotejamento é de difícil transposição para escala industrial, o que dificulta sua aplicação para a indústria cosmética.

Por fim, ponderamos que esta pesquisa apresenta algumas lacunas que podem e devem ser preenchidas por meio de outras reflexões sobre o tema estudado, como o uso de quitosana de outro fornecedor, a utilização de outras concentrações dos polímeros naturais e de ácido ascórbico, caracterização por titulação volumétrica, para determinar a concentração de agente ativo no material encapsulante e as análises e testes necessários para fins de uso tópico, a real necessidade de utilizar o tensoativo Tween 80 como agente de emulsão e também melhorias no processo de secagem.

6 AGRADECIMENTOS

O desenvolvimento deste trabalho de conclusão de curso contou com ajuda de diversas pessoas, das quais agradecemos:

Ao nosso orientador, Rogério Araújo, por aceitar conduzir nosso projeto e acompanhar pontualmente, prestando todo auxílio necessário para a realização do projeto.

Aos professores do curso, que através de seus ensinamentos possibilitaram a realização deste trabalho.

Aos nossos pais, por nos apoiarem e incentivarem mesmo nos momentos de maiores dificuldades.

A universidade por disponibilizar os materiais e o laboratório, o que possibilitou o desenvolvimento do trabalho.

E por fim, a todos que prestaram qualquer tipo de auxílio na realização da pesquisa e na obtenção dos dados.

7 REFERÊNCIAS

- AZULAY, Mônica *et al.* **Vitamina C**. An. Bras. Dermatol. vol.78 no.3 Rio de Janeiro, 2003. Disponível em: <https://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0365-05962003000300002&script=sci_arttext> Acesso em 24 de abril de 2021.
- BARROS, C. M.; BOCK, P. M. **Vitamina C na prevenção do envelhecimento cutâneo**, AEMS Rev. Conexão Eletrônica – Três Lagoas, MS - Volume 17 – Número 1 – Ano 2020. Ciências Biológicas e Ciências da Saúde B 691 Revista eletrônica Centro Universitário Metodista do Sul-IPA, Porto Alegre, 2012.
- BRASILEIRO, Joana Sofia Lima. **Microencapsulação de Compostos Bioativos: Inovação em Diferentes Áreas**. Dissertação de Mestrado em Ciências Farmacêuticas, Universidade Fernando Pessoa, Porto, 2011.
- BANSODE, S. S; BANARJEE, S.K; GAIKWAD, D.D; JADHAV, S. L; THROAT, R.M. **Microencapsulation: a review**. International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research, p. 38- 43. 2010.
- BUDINCIC, J.M; PETROVIC, L.;DEKIC, L.; FRAJ, J.; BUCKO, S.; KATONA, J.; SPASOJEVIC, L. Study of Vitamin E Microencapsulation and Controlled Release from Chitosan/Sodium Lauryl Ether Sulfate Microcapsules. **Elsevier LTD**, Carbohydrate Polymers, 2020.
- GUILLAND, J.C., LEQUEU, B. **As vitaminas do nutriente ao medicamento**. São Paulo: Santos, 1995. 375p.
- IWAKI, Yurika Okamoto. **Eletrólitos sólidos poliméricos a base de alginato de sódio**. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010. doi:10.11606/D.88.2010.tde-23032010-170752. Acesso em: 2021-11-29.
- KRAMBECK, Karollyne. **Desenvolvimento de Preparações Cosméticas contendo Vitamina C**. Disponível em:<<https://repositorio-aberto.up.pt/bitstream/10216/20766/2/DISSERTA%C3%83O.pdf>> Acesso em 29 de maio de 2021.
- LEIMANN, F. V. **Microencapsulação de óleo essencial de capim limão utilizando o processo de coacervação simples**. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/xmlui/bitstream/handle/123456789/90975/248600.pdf?sequence=1&isAllowed=y>> Florianópolis, 2008. Acesso em: 10 de outubro de 2021.
- MANNMACHER, Lenita. **Vitamina C: seis problemas em busca de uma solução**. ISSN 1810-0791 Vol. 3, Nº 11 Brasília, outubro de 2006. Disponível em: <https://www.saudedireta.com.br/docsupload/1340027075HSE_URM_VIC_0311.pdf> Acesso em 24 de abril de 2021.

- MATTÉ, Grasielle; Rosa, Sirlei; **A Tecnologia da Microencapsulação Através das Microesferas de Quitosana**. Programa de Pós Graduação em Tecnologia de Alimentos – UTFPR – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2013.
- MELO, A.C. *et al.* **Microcápsulas de quitosana e hidroxiapatita**. 49º Congresso de Brasileiro de Cerâmica, São Paulo, junho de 2005. Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbc/2005/artigos/49cbc-16-15.pdf>> Acesso em 30 de abril de 2021.
- OBEIDAT, W. M.(2009). **Recent Patents Review in Microencapsulation of Pharmaceuticals Using the Emulsion Solvent Removal Methods**. Recent Patents on Drug Delivery & Formulation, 3(3), pp. 178-192.
- PASQUALIM, Patrícia. **Estudo da Microencapsulação de Ácido Salicílico com Aplicação Dermocósmética**. Dissertação de Mestrado em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal do Paraná, 2015.
- PEREIRA, A. L. F.; VIDAL, T. F.; CONSTANT, P. B. L. **Antioxidantes alimentares: importância química e biológica**. Nutrire: Rev. Soc. Bras. Alim. Nut., São Paulo, Volume 34, n. 3, p. 231-247, dez. 2009
- RADUNZ, M. Óleo essencial de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*, L.): extração, encapsulação, potencial antimicrobiano e antioxidante. Dissertação de Pós Graduação em Nutrição e Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, 2017.
- SANDOVAL, M. H. L.; CAIXETA, C. M.; RIBEIRO, N. M. **Avaliação in vivo e in vitro da eficácia de um produto com associação de vitamina C, ácido hialurônico fragmentado e manose na prevenção do envelhecimento cutâneo**. Revista Surgical And Cosmetic Dermatology, São Paulo, v. 7, n. 1, jan/dez. 2015. Disponível em: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=265538320006> . Acesso em: 29 de maio de 2021.
- SANTOS, José Estrela. **Preparação, Caracterização e Estudos Termoanalíticos de Bases de Schiff Biopoliméricas e seus Complexos de Cobre**. Departamento de Química, Programa de Pós Graduação da Universidade Federal de São Carlos, São Paulo, 2004.
- SHIMOKAWA, K.; SAEGUSA, K.; WADA, Y.; ISHII, F. **Physicochemical properties and controlled drug release of microcapsules prepared by simple coacervation**. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 2013, 104: 1 – 4.
- SILVA, Aline *et al.* **Desenvolvimento de um método de análise de vitamina C em alimentos por cromatografia líquida de alta eficiência e exclusão iônica**. Rio de Janeiro, RJ. Disponível em: <<https://www.scielo.br/j/cta/a/z9gS48S4L8mYhFmnmGbvqbl/?lang=pt>> Acesso em 19 de junho de 2021.
- SUAVE, J ; DALL’AGNOL, E. C ; PEZZIN, A. P. T. ; SILVA, D. A. K.; MEIER, M. M ; SOLDI, V. **Microencapsulação: Inovação em Diferentes Áreas**. LIBECON- Liberação Controlada de Agente Ativos, POLIMAT- Grupo de Estudos em Materiais Poliméricos, Joinville, 2006.
- VEIGA, S. C. P. **Estudos físico-químicos de N-acetilação de quitosanas em meio homogêneo**. Dissertação Instituto de Química São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.
- VILA JATO, J.L. **Tecnologia Farmacêutica: Aspectos Fundamentais de los Sistemas Farmacêuticos y Operaciones Básicas**. Madrid, Sintesis Editorial,1999.
- VYAS, S. P; KHAR, R. K. **Targeted and Controlled Drug Delivery**. CBS, Publishers and Distributors. Delhi, 2011.
- WANG, Haixia *et al.* **Microencapsulation of vitamin C by interfacial/emulsion reaction: Characterization of release properties of microcapsules**. China: Journal of Controlled Release, 2011.