

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**  
**ANAIS DO VI WORKSHOP – 2012**

Maria Alice Martins  
Morsyleide de Freitas Rosa  
Men de Sá Moreira de Souza Filho  
Nicodemos Moreira dos Santos Junior  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Fortaleza, CE  
2012

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452,  
CEP 13560-970 – São Carlos, SP  
Fone: (16) 2107-2800  
Fax: (16) 2107-2902  
<http://www.cnpdia.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpdia.embrapa.br](mailto:sac@cnpdia.embrapa.br)

**Embrapa Agroindústria Tropical**

Rua Dra. Sara Mesquita, 2270,  
CEP 60511-110 – Fortaleza, CE  
Fone: (85) 3391-7100  
Fax: (85) 3391-7109  
<http://www.cnpat.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpat.embrapa.br](mailto:sac@cnpat.embrapa.br)

**Comitê de Publicações da Embrapa  
Instrumentação**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira  
Milorí, Washington Luiz de Barros Melo, Sandra  
Protter Gouvêa, Valéria de Fátima Cardoso.  
Membro suplente: Paulo Sérgio de Paula  
Herrmann Júnior

**Comitê de Publicações da Embrapa  
Agroindústria Tropical**

Presidente: Antonio Teixeira Cavalcanti Júnior  
Secretário-Executivo: Marcos Antonio Nakayama  
Membros: Diva Correia, Marlon Vagner Valentim  
Martins, Arthur Cláudio Rodrigues de Souza, Ana  
Cristina Portugal Pinto de Carvalho, Adriano  
Lincoln Albuquerque Mattos e Carlos Farley  
Herbster Moura

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto  
Capa: Mônica Ferreira Laurito, Pedro Hernandes Campaner  
Imagens da capa:

- Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus Loures Mourão, Viviane Soares
- Imagem de MEV de Eletrodeposição de cobre – Luiza Maria da Silva Nunes, Viviane Soares
- Imagem de MEV de Colmo do sorgo – Fabrício Heitor Martelli, Bianca Lovezutti Gomes, Viviane Soares
- Imagem de MEV-FEG de HPMC com nanopartícula de quitosana – Marcos Vinicius Lorevice, Márcia Regina de Moura Aouada, Viviane Soares
- Imagem de MEV-FEG de Vanadato de sódio – Waldir Avansi Junior
- Imagem de MEV de Fibra de pupunha – Maria Alice Martins, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2012): tiragem 300

**Todos os direitos reservados.**

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº. 9.610).

**CIP-Brasil. Catalogação na publicação.  
Embrapa Instrumentação**

---

Anais do VI Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio 2012 – São Carlos: Embrapa Instrumentação; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012.

Irregular  
ISSN: 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Rosa. Morsyleide de Freitas. III. Souza Filho, Men de Sá Moreira de. IV. Santos Junior, Nicodemos Moreira dos. V. Assis, Odílio Benedito Garrido de. VI. Ribeiro, Caue. VII. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. VIII. Embrapa Instrumentação. IX. Embrapa Agroindústria Tropical.



# LIBERAÇÃO DE RODAMINA-B POR NANOFIBRAS DE POLI( $\epsilon$ -CAPROLACTONA) OBTIDAS PELA TÉCNICA DE FIAÇÃO POR SOPRO EM SOLUÇÃO

Eduardo A. Moraes<sup>1,2</sup>, Juliano E. Oliveira<sup>1</sup>, Luiz H. C. Mattoso<sup>1</sup>, Maria A. Martins<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Embrapa Instrumentação/CNPDia/LNNA, \*mariaalice@cnpdia.embrapa.br

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Departamento de Química

**Projeto Componente:** PC5

**Plano de Ação:** PA2

## Resumo

A possibilidade de utilização das matrizes poliméricas nanoestruturadas aumenta a versatilidade de tecnologias de liberação controlada de agentes ativos. A seleção do tipo de polímero e de nanoestrutura mais adequados depende de fatores como custo, perfil de liberação desejado, propriedades do agente ativo, entre outros. Neste sentido, o método de fiação por sopro em solução foi empregado para se preparar membranas nanoestruturadas de poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL) contendo rodamina-B como molécula modelo. Estas membranas foram investigadas através da calorimetria exploratória diferencial (DSC). Uma curva de calibração da rodamina foi elaborada no UV-Visível.

**Palavras-chave:** Fiação por sopro em solução, liberação controlada, poli( $\epsilon$ -caprolactona), nanofibras, rodamina-b.

## Introdução

Recentemente Oliveira et al. [1] utilizou o método de fiação por sopro em solução (SBS) para produzir nanofibras semelhante àquelas obtidas pela técnica de eletrofiação. A técnica SBS usa uma matriz de fiação composta por canais concêntricos com uma determinada geometria que permite a produção de nanofibras de polímeros de modo análogo à eletrofiação [2]. Na fiação por sopro em solução, as forças elétricas presentes na eletrofiação são substituídas pelas forças aerodinâmicas usando apenas um gás pressurizado. Dentre as suas vantagens estão a não necessidade de uso de campo elétrico, baixo custo e a alta produtividade. Vale salientar que a produtividade se encontra cerca de, pelo menos 100 vezes mais rápida que na eletrofiação [1, 2]. As principais variáveis de processo são taxa de ejeção de polímeros,

concentração de polímero em solução, pressão do gás de fiação e geometria da matriz de fiação.

O desenvolvimento e estudo da adição de agentes ativos em matrizes poliméricas são de grande uso em diversos campos de atuação como a biotecnologia [3] e medicina veterinária [4]. Além de afetar algumas propriedades da matriz polimérica como resistência mecânica, cristalinidade, estabilidade térmica a adição de agentes ativos permite a liberação controlada dos mesmos. Essa liberação controlada desperta o interesse no tratamento de doenças e controle do ciclo estral na pecuária, na indústria alimentícia e de embalagens, e no manejo integrado de pragas.

Diversas tecnologias podem ser empregadas para promover a liberação gradual de um agente ativo veiculado em uma matriz polimérica [5]. A possibilidade de utilização das mesmas em sistemas nanoestruturados aumenta sua versatilidade. A seleção do tipo de polímero e de nanoestrutura mais

adequados depende de fatores como custo, perfil de liberação desejado, propriedades do agente ativo, entre outros [6]. Este trabalho apresenta a investigação das propriedades de nanofibras de poli( $\epsilon$ -caprolactona) contendo rodamina-B como um modelo de agente ativo. Além disso, o perfil de liberação da rodamina-B nestas matrizes foi caracterizado.

## Materiais e métodos

Como materiais foram utilizados o poli( $\epsilon$ -caprolactona)(PCL) de massa molar 50.000 g/mol e a rodamina-b. Inicialmente uma solução contendo 8% de PCL (m/v) e 3% (m/m) de rodamina-b foi preparada em diclorometano.

Para obtenção das nanofibras poliméricas, foi utilizado o aparato produzido e adaptado à técnica de fiação por sopro em solução, que consiste em uma fonte de ar comprimido, um sistema de injeção da solução polimérica e um sistema para coleta das fibras. As condições empregadas no preparo das nanofibras de PCL foram 0,5 MPa de ar comprimido, distância de trabalho de 12 cm e taxa de ejeção da solução de 7 mL/h.

O material produz uma manta não-tecida fibrosa que foi coletada e analisada por calorimetria exploratória diferencial (DSC). Nos ensaios de DSC utilizou-se o equipamento Q100 da TA Instruments, com taxa de aquecimento de 10°C/min na faixa de temperatura de -80°C a 100°C, massa da amostra cerca de 6 mg.

A curva de calibração da rodamina-b foi feita no UV-Vis para posterior teste de liberação controlada da rodamina presente nas fibras de PCL. Todos os ensaios de liberação foram realizados em tampão fosfato (pH=7,0) a 37°C sob agitação magnética lenta.

## Resultados e discussão

As propriedades térmicas obtidas através dos ensaios de calorimetria exploratória das fibras de PCL com e sem rodamina-b são mostradas nas Figs.1 e 2 e na Tabela 1. Observa-se que a rodamina-b não interfere de forma significativa nas propriedades térmicas das nanofibras, como mostraram a semelhança nos valores de temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), temperatura de cristalização a frio ( $T_c$ ), temperatura de fusão ( $T_m$ ), entalpia de fusão ( $\Delta H_m$ ), entalpia de cristalização a frio ( $\Delta H_c$ ) e porcentagem cristalina nas amostras (X).

Tabela 1 - Propriedades térmicas de nanofibras de PCL com e sem rodamina-b

Propriedade	PCL	PCL/rodamina-b
$T_g$ (°C)	-63	-63
$T_m$ (°C)	57	59
$T_c$ (°C)	21	23
$\Delta H_c$ (J/g)	53	55
$\Delta H_m$ (J/g)	69	72
X (%)	49	52

A presença de um pico de cristalização a frio nas amostras de PCL (Fig. 1) é um indicativo do elevado grau de orientação das cadeias poliméricas devido ao processo de fiação por sopro. Devido às altas taxas de estiramento presentes nesta técnica as cadeias de PCL sofrem alto grau de orientação chegando até mesmo a se cristalizar. No caso das nanofibras de PCL com e sem rodamina-b este percentual de cristalização chegou a aproximadamente 50%. O fato da rodamina-b não ter afetado no grau de cristalinidade das fibras de PCL é um indicio de que não existem interações entre estes dois materiais.

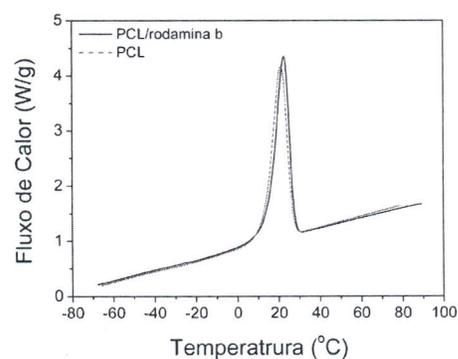


Figura 1 - Efeito da rodamina na cristalização a frio de nanofibras de PCL

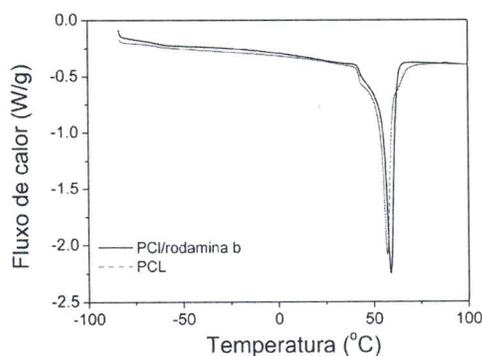


Figura 2 - Efeito da rodamina na fusão de nanofibras de PCL

Para se investigar o perfil de liberação da rodamina-b através das nanofibras de PCL em solução tampão fosfato pH=7,0 à 37 °C obteve-se uma curva de calibração da rodamina-b nas mesmas condições. A curva de calibração foi preparada através da análise de soluções de rodamina-b em diferentes concentrações. A absorbância destas soluções foi monitorada por espectroscopia UV-Vis no comprimento de onda de 540 nm. Então uma curva analítica (Fig. 3) foi obtida para esta absorbância em função da concentração das soluções.

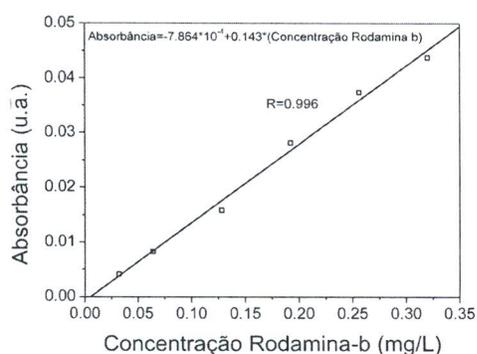


Figura 3. Curva de calibração da rodamina-b em tampão fosfato pH=7,0

O perfil de liberação da rodamina está indicado na Fig.4. Os resultados experimentais se encontram ajustados satisfatoriamente ao modelo de liberação proposto ( $R^2=0,99$ ). Através do modelo pode-se destacar que a dosagem máxima de rodamina-b se encontrou em 0,08 mg/L ( $A_2$ ) e a dosagem mínima em 0,07 mg/L ( $A_1$ ). O tempo no qual a amostra que encontra na metade de sua dosagem máxima é de 19 segundos ( $X_0$ ). O parâmetro  $p$  indica que a taxa de liberação é mais lenta.

Como próxima etapa do experimento, será analisada a morfologia e demais propriedades das membranas nanoestruturadas de PCL com e sem rodamina-b. Estes estudos têm por finalidade determinar se existe algum tipo de interação entre o PCL e a rodamina-b. Além disso, os ensaios de liberação serão refeitos para maiores tempos a fim de se determinar com maior precisão a dosagem máxima de rodamina-b.

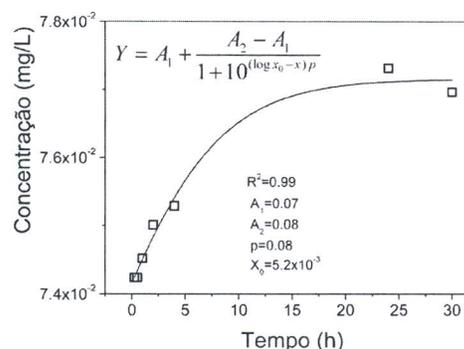


Figura 4. Perfil da liberação da rodamina-b em solução tampão.

## Conclusões

Membranas nanoestruturadas de PCL e de PCL/rodamina-b foram preparadas com sucesso pela técnica de fiação por sopro em solução. Suas propriedades térmicas foram investigadas por DSC. Este estudo térmico indicou que a rodamina-b não afeta de forma significativa nas propriedades térmicas das fibras de PCL.

## Agradecimentos

CNPq (Bolsa PIBIC Processo: 114950/2011-3), FINEP, CAPES, EMBRAPA, FAPESP (Processo No 2010/19860-1).

## Referências

1. J.E. Oliveira et al., *J. Appl Polym Sci.*, 2011. 122, 3396.
2. E.S. Medeiros et al., *J. Appl. Polym Sci.*, 2009. 113, 2322.
3. G. Orive et al. *Current Opinion in Biotechnology*, 2003. 14, 659.
4. G. Winzenburg et al. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2004, 56, 1453.
5. H. Wang et al. *J. Colloid Interface Sci.*, 2010. 341, 224.
6. Hsu, C.-Y.; Y.L. Liu *J. Colloid Interface Sci.*, 2010, 350, 75.