

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

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

**Comitê de Publicações da Embrapa
Instrumentação**

Presidente: João de Mendonça Naime
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira
Milori, 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 Hernandez 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.

© Embrapa 2012



CARACTERIZAÇÃO DE SUSPENSÕES COLOIDAIIS DE PCL ATRAVÉS DO POTENCIAL ZETA E DO ESPALHAMENTO DE LUZ

Mário S. Mariano^{1,2*}, Juliano E. Oliveira², Odílio B.G. Assis²

¹IQSC/Universidade de São Paulo, São Carlos, SP

²Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP

*mario.mariano@usp.br; julianoufmg@yahoo.com.br;

Projeto Componente: PC5

Plano de Ação: PA2

Resumo

A liberação controlada de fármacos, utilizando vetores, tem motivado diversas áreas da pesquisa científica. Os sistemas coloidais de nanopartículas poliméricas podem ser empregados para tal finalidade. Para isso, devem apresentar estabilidade em solução. Um meio de se determinar essa estabilidade é a análise dos tamanhos médios de partícula e do potencial Zeta da solução. Neste trabalho, foram sintetizadas suspensões coloidais de PCL em diferentes condições e tensoativos (F68, Tween 80 e ácido oléico) a fim de se investigar a estabilidade destas nanopartículas em solução.

Palavras-chave: poli(ϵ -caprolactona), nanopartículas, potencial zeta, estabilidade

Introdução

O controle da liberação de fármacos em sítios de ação específica através de vetores, tem sido área de intensa pesquisa nos últimos anos, com a finalidade de otimizar a velocidade de liberação do composto no organismo em estudo e do regime de dosagem das substâncias empregadas [1]. Dentre os vetores, incluem-se os sistemas coloidais de nanopartículas de polímeros biodegradáveis e que possuem estabilidade em solução. Estes sistemas visam inúmeras aplicações terapêuticas, principalmente na administração oral, parenteral e oftalmológica [2]. Define-se micropartículas nos intervalos de diâmetro de 100nm até alguns micrometros, enquanto as nanopartículas possuem tamanho entre 1 e 100nm [3]. Existem vários métodos relatados na literatura para a preparação de nanopartículas [2]. O primeiro deles seria a polimerização *in situ* de monômeros dispersos. Um segundo seria a

precipitação de polímeros pré-formados, tais como o PLA, o PLGA e o PCL. Independentemente do método empregado, uma suspensão coloidal será obtida no final do processo. A investigação das suspensões coloidais engloba a avaliação morfológica, a distribuição do tamanho de partícula, a determinação do potencial zeta e do pH [4]. Os materiais macroscópicos ou particulados em contato com um líquido adquirem uma carga elétrica em sua superfície. A carga líquida na superfície da partícula afeta a distribuição de íons na sua vizinhança, aumentando a concentração de contra-íons junto à superfície[5]. Assim, forma-se uma dupla camada elétrica na interface da partícula com o líquido. Essa dupla camada divide-se em duas regiões: uma região interna que inclui íons fortemente ligados à superfície e uma região exterior onde a distribuição dos íons é determinada pelo equilíbrio entre forças eletrostáticas e movimento térmico. Dessa maneira, o potencial nessa região decai com o aumento da

distância da superfície ($\propto 1/X$) até atingir o potencial da solução. Este potencial é comumente chamado de potencial zero. Em um campo elétrico, cada partícula e os íons fortemente ligados à mesma se movem como uma unidade (caráter micelar) e o potencial no plano de cisalhamento entre essa unidade e o meio circundante é denominado potencial zeta. Este potencial é função da carga superficial da partícula, de qualquer camada adsorvida e do solvente, sendo um indicador útil para prever e controlar a estabilidade de suspensões ou emulsões coloidais. Quanto maior o potencial zeta, mais provável que a suspensão seja estável, pois as partículas carregadas se repelem umas às outras e essa força supera a tendência natural à agregação [4, 5].

Este trabalho foi focado na determinação e análise do potencial zeta e do tamanho das partículas de suspensões coloidais de PCL.

Materiais e métodos

Neste trabalho, foram preparadas suspensões coloidais utilizando PCL (Poli-ε-caprolactona) de acordo com metodologia prévia [6]. Variou-se o tipo e intensidade de agitação (magnética ou mecânica, de 1000 a 3000rpm), a vazão do gotejamento (10 ou 20mL/h), a concentração de PCL (em solvente propanona) e o tipo de tensoativo como sendo ácido plurônico (F68), Tween 80 (T80) e ácido oléico (AO). Na Tabela 1 são colocadas as condições que os experimentos foram realizados.

Tabela 1: Condições experimentais adotadas na síntese de suspensões de PCL

Síntese	[PCL] (g/L)	Tipo de agitação	Agitação (RPM)	Vazão (mL/h)
1	2,02	Magnética	---	10
2	1,52	Magnética	---	10
3	0,86	Magnética	---	10
4	2,02	mecânica	1000	20
5	1,99	mecânica	2000	20
6	2,02	mecânica	3000	20
7	0,98	mecânica	3000	20
8	0,66	mecânica	3000	20
9	0,30	mecânica	3000	20
10	0,21	mecânica	3000	20
11	0,16	mecânica	3000	20
12	0,16	mecânica	3000	20
13	0,16	mecânica	3000	20
14	0,16	mecânica	3000	20
15	0,16	mecânica	3000	20
16	0,16	mecânica	3000	20

As medidas de potencial Zeta e tamanho de partículas foram realizadas em equipamento Zetasizer Nano ZS e os resultados foram obtidos em triplicata.

Resultados e discussão

Na Tabela 2 são observados os resultados médios para tamanho médio das partículas e potencial Zeta para cada síntese realizada.

Tabela 2: Resultados de potencial Zeta e tamanho.

Síntese	Tensoativo	Diâmetro (nm)	Potencial (mV)
1	F68	1223	-3,89
2	F68	312	-26,89
3	F68	295	-31,33
4	F68	193	-29,53
5	F68	166	-22,73
6	F68	159	-24,50
7	F68	139	-17,06
8	F68	133	-22,83
9	F68	112	-5,19
10	F68	99	-20,27
11	F68	73	+22,27
12	F68	68	+7,19
13	F68	64	-4,49
14	T80	66	-16,43
15	AO	100	-55,23
16	T80+AO	56	-29,46

Na Figura 1 está representado o gráfico que relaciona a concentração de PCL em propanona com o tamanho médio de partículas. Nota-se que o aumento da concentração de PCL acarreta no incremento do diâmetro médio das partículas e aumento do módulo do potencial Zeta. No entanto, mantendo-se a concentração constante, o aumento da intensidade de agitação levou a uma redução no diâmetro médio sem interferir no módulo do potencial zeta.

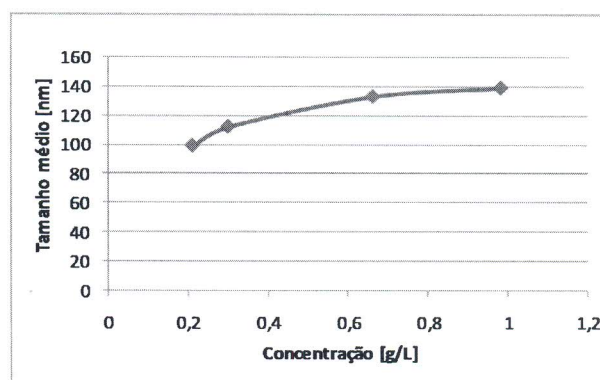


Figura 1. Relação entre tamanho médio e concentração de polímero.

De acordo com a figura acima, a concentração de polímero interfere no tamanho médio das partículas, fazendo variar também, o potencial Zeta da solução. A Fig. 2 ilustra os resultados obtidos para o potencial zeta das suspensões coloidais de PCL variando-se a concentração do tensoativo F68. Dessa maneira, observa-se que a diminuição da razão tensoativo/polímero faz o potencial Zeta decrescer, de acordo com a Figura 2.

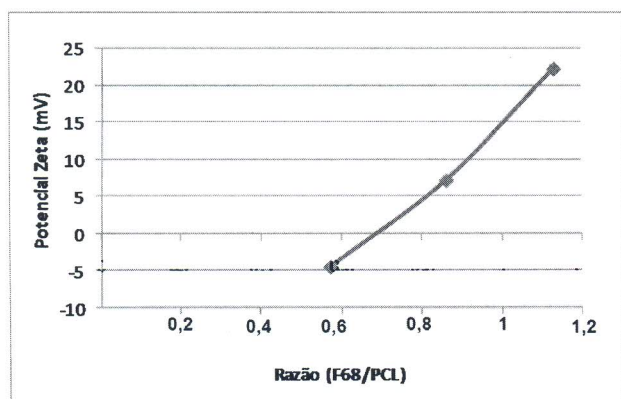


Figura 2: razão tensoativo/PCL e potencial Zeta.

Finalmente, estão dispostos na Tabela 2 os resultados de diâmetro médio e potencial zeta para as sínteses 14, 15 e 16. Nestas sínteses foram empregadas misturas entre tensoativos de balanço hidrofílico-lipofílico (alto (T80) e baixo (AO)).

A estratégia de se combinar 2 tensoativos no preparo das suspensões coloidais de PCL levou a uma redução no diâmetro médio das partículas além de uma maior estabilidade em meio aquoso indicada por um elevado valor de potencial zeta em módulo.

Conclusões

Conclui-se, portanto, que a metodologia de preparo das suspensões coloidais de PCL permite a obtenção de partículas com características geométricas e elétricas controladas. Assim, suspensões coloidais estáveis de PCL em meio aquoso foram obtidas contendo nanopartículas com diâmetro médio da ordem de 55nm.

Agradecimentos

FINEP, FAPESP, EMBRAPA (Rede AgroNano) e CNPQ (Bolsista PIBIC processo 115206/2011-6).

Referências

1. K.S. Soppimath et al. *J. Controlled Release*, 2001, 70(1), 1-20.
2. H. Tian et al. *Progress in Polym. Sci.*, 2012, 37(2), 237-280.
3. C. Buzea; I. Pacheco; K. Robbie *Biointerphases*, 2007, 2(4), MR17-MR71.
4. X. Renliang *Particuology*, 2008, 6(2), 112-115.
5. H.S. Kang et al. *J. Colloid Interface Sci*, 2002, 255(2), 352-355.
6. D. Lemoine et al. *Biomaterials*, 1996, 17(22), 2191-2197.