



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS - UFAL
INSTITUTO DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS - ICF
CURSO DE GRADUAÇÃO EM FARMÁCIA

ALEXANDRA MAURÍCIO GUIMARÃES

**DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS DE NANOFIBRAS BIODEGRADÁVEIS
DE PCL CONTENDO ÓLEO ESSENCIAL DE ROSA MOSQUETA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO - TCC

MACEIÓ/AL

2022

ALEXANDRA MAURÍCIO GUIMARÃES

**DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS DE NANOFIBRAS BIODEGRADÁVEIS
DE PCL CONTENDO ÓLEO ESSENCIAL DE ROSA MOSQUETA**

Trabalho de Conclusão de Curso - TCC, apresentado ao curso de farmácia como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Graduado (a) em Farmácia.

Orientadora: Professora Dra. Lígia Maria Manzine Costa.

MACEIÓ/AL

2022

Catálogo na fonte
Universidade Federal de Alagoas
Biblioteca Central
Divisão de Tratamento Técnico

Bibliotecária: Taciana Sousa dos Santos – CRB-4 – 2062

G963d Guimarães, Alexandra Maurício.

Desenvolvimento de membranas de nanofibras biodegradáveis de PCL contendo óleo essencial de rosa mosqueta / Alexandra Maurício Guimarães. – 2022.

36 f. : il. color.

Orientadora: Lígia Maria Manzine Costa.

Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Farmácia) – Universidade Federal de Alagoas. Instituto de Ciências Farmacêuticas. Maceió, 2022.

Bibliografia: f. 35-36.

1. Óleo de rosa mosqueta. 2. Membranas de nanofibras. 3. Policaprolactona. 4. Eletrofição. I. Título.

CDU: 615

DEDICATÓRIA

Dedico este referido Trabalho de Conclusão de Curso (TCC), primeiramente, à Deus, que esteve comigo nos momentos mais difíceis durante toda a minha trajetória (que não foi fácil), mas que foi satisfatória. Por muitos momentos pensei em desistir, e não por não amar o curso, mas por que passei por muitas dificuldades durante a graduação e se, por inúmeras vezes me senti no fundo do poço, também senti que Deus sempre esteve comigo e me deu forças para que eu pudesse me levantar e não desistir.

A minha família e amigos, que me apoiaram direta e indiretamente para que eu pudesse chegar até aqui, pois minhas dificuldades durante toda a graduação também refletiram sobre eles, e mesmo assim, me senti acolhida. Em especial aos meus pais, Alexandre Vieira Guimarães e Mércia Maurício Duarte que foram minha base e meu pilar para continuar.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Universidade Federal de Alagoas, ao Instituto de Ciências Farmacêuticas, ao projeto CNPQ Universal 429027/2018 que possibilitou o desenvolver deste projeto. Ao professor Jonatham do Instituto Federal de Alagoas pelas análises de MEV e a professora Adriana Ribeiro pela infraestrutura de seu laboratório.

Além disso, só tenho a agradecer, por que de todas as minhas jornadas, essa com certeza, foi a que mais valeu à pena, por vários motivos e o principal é pelo meu sucesso acadêmico e futuramente profissional. Percebi que, nenhum caminho é fácil, e é exatamente isso que o torna mais gratificante ao fim. Confesso que tive muitas dificuldades durante toda a minha trajetória e, mesmo amando o curso de farmácia, pensei em desistir. A graduação era o meu maior sonho e virou também o meu maior pesadelo, isso em um curto espaço de tempo, quando me deparei com cadáveres na disciplina de anatomia e, aqueles episódios aumentaram minhas crises de ansiedade e conseqüentemente, tive crises de pânico. Isso implicou diretamente no meu rendimento acadêmico, tive problemas de concentração, minhas notas diminuíram e eu tinha perdido a esperança que existia dentro de mim. Demorei muito tempo para me reerguer, muitos períodos continuei me sentindo incapaz e isso continuava refletindo no meu rendimento. Porém, eis que consegui me "levantar" e dar a volta por cima e, por isso, estou aqui hoje, finalizando uma etapa para em breve iniciar outra.

Em todo o meu percurso até aqui, tive pessoas que me apoiaram e elas fizeram grande diferença na minha vida, como por exemplo, minha família, meus amigos e o meu namorado Alex Sandro. Posso dizer que todos eles foram peças essenciais para meu sucesso hoje, também agradeço a mim, pois mesmo com todo incentivo, se não fosse por minha força de vontade e meus esforços, de nada adiantariam os incentivos.

Quero fazer destaque aos meus pais, Alexandre e Mércia, que são os meus maiores incentivadores, e mesmo ambos não chegando a uma faculdade, sempre me motivaram a estudar e me tornar a pessoa que sou com ensinamentos. Eles sempre disseram sobre o meu potencial, nunca desacreditaram de mim até quando eu mesma desacreditei. Eles são as pessoas com as quais eu tenho maior orgulho de dizer: "eu consegui, obrigada por estarem comigo".

Aos meus professores da graduação, que foram de fundamental importância na construção da minha aprendizagem. Aliás, sem os professores, todo esse sonho seria impossível, pois sem esses profissionais dedicados, não seria possível a educação. Em especial duas professoras, a Daniela, professora da disciplina de anatomia, por me apoiar durante minhas crises de pânico e ansiedade nas aulas práticas de anatomia, e por conta da empatia dela que não desisti da graduação e a Lígia, minha orientadora de TCC que me deu a oportunidade de fazer parte do laboratório e do projeto, sendo extremamente acolhedora e prestativa.

Agradeço a todos os envolvidos, que contribuíram direta e indiretamente para minha evolução como pessoa e também como futura profissional. Muito obrigada!

*“Em cada medicamento que alivia as dores da
humanidade está a ciência do farmacêutico”.*

RESUMO

O óleo essencial de rosa mosqueta é reconhecido e utilizado pela indústria de cosméticos por possuir propriedades farmacológicas hidratantes, cicatrizantes e regenerativas celulares, que beneficiam desde a pele íntegra à pele danificada. Devido a estas características, neste estudo, foram preparadas membranas de nanofibras com óleo essencial de rosa mosqueta e PCL (policaprolactona), um polímero biodegradável e atóxico. Foi utilizado a técnica de eletrofição, visando a produção de estruturas biomiméticas a matriz extracelular da pele. Para tanto, foram estudadas diferentes concentrações para a formação das membranas, as estruturas formadas foram analisadas morfológicamente por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura). Foi possível realizar a medição e determinação dos diâmetros médios das nanofibras presentes nas membranas, possuindo diâmetros médios entre 1026,4nm (PCL puro) a 1346,0nm (PCL com 20% de óleo). Assim, foram desenvolvidas membranas nanoestruturadas compostas de um polímero biodegradável e atóxico, contendo concentrações de 5%, 10% e 20% de óleo essencial de rosa mosqueta, visando uma possível aplicação na área da saúde.

PALAVRAS-CHAVE: Óleo essencial de rosa mosqueta, Pele, Eletrofição, Polímero.

ABSTRACT

Rosehip essential oil is recognized and used by the cosmetics industry for having hydrating, healing and cellular regenerative pharmacological properties, which benefit from intact skin to damaged skin. Due to these characteristics, in this study, nanofiber membranes were prepared with rosehip essential oil and PCL (polycaprolactone), a biodegradable and non-toxic polymer. The electrospinning technique was used, aiming at the production of biomimetic structures in the extracellular matrix of the skin. Therefore, different concentrations were studied for the formation of membranes, the structures formed were morphologically analyzed by SEM (Scanning Electron Microscopy). It was possible to measure and determine the average diameters of the nanofibers present in the membranes, having average diameters between 1026.4nm (pure PCL) to 1346.0nm (PCL with 20% oil). Thus, nanostructured membranes composed of a biodegradable and non-toxic polymer were developed, containing concentrations of 5%, 10% and 20% of rosehip essential oil, aiming at a possible application in the health area.

KEYWORDS: Rosehip essential oil, Skin, Electrospinning, Polymer.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - O processo de eletrofição.....	16
Figura 2 - Cone de Taylor.....	16
Figura 3 - Polimerização da Caprolactona em Policaprolactona.....	18
Figura 4 - Sementes de cinórrodo, <i>Rosa rubiginosa</i> e Óleo de Rosa Mosqueta.....	21
Figura 5 - Membranas eletrofiadas de PCL e óleo de rosa mosqueta em concentrações diferentes: A) Membrana de PCL pura (sem óleo), B) Membrana de PCL e óleo a 5%, C) Membrana de PCL e óleo a 10%, D) Membrana de PCL e óleo a 20%.....	27
Figura 6 - Membranas maleáveis e flexíveis.....	28
Figura 7 - Fotomicrografias das nanofibras de PCL puro em diferentes ampliações μm . A) 5 μm , B) 10 μm , C) 20 μm	29
Figura 8 - Fotomicrografias das nanofibras de PCL + diferentes concentrações de óleo de rosa mosqueta e de ampliações μm . A) PCL + óleo de rosa mosqueta 5%, a) ampliação de 5 μm , b) ampliação de 10 μm , c) ampliação de 20 μm . B) PCL + óleo de rosa mosqueta 10%, a) ampliação de 5 μm , b) ampliação de 10 μm , c) 20 μm . C) PCL + óleo de rosa mosqueta 20%, a) ampliação de 5 μm , b) ampliação de 10 μm , c) ampliação de 20 μm	30
Figura 9 - Defeitos em forma de esponja encontrados nas fotomicrografias.....	31
Figura 10 - Frequência de distribuição/diâmetro das fibras. 1) PCL puro, 2) PCL + óleo de rosa mosqueta 5%, 3) PCL + óleo de rosa mosqueta 10%, 4) PCL + óleo de rosa mosqueta 20%.....	32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Ácidos graxos presentes no óleo de rosa mosqueta.....	22
---	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

kV	Quilovolt;
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura;
Micrômetro	μm ;
Nanômetro	nm;
PCL	Policaprolactona ou Poli(ϵ -caprolactona);
PEO	Poli(óxido de etileno);
PLA	Ácido polilático;
PVA	Álcool polivinílico.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	13
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	15
2.1. Eletrofição.....	15
2.2. Aplicações da eletrofição.....	17
2.3. Policaprolactona.....	17
2.4. Eletrofição com óleos essenciais.....	19
2.5. Óleo de rosa mosqueta.....	20
3. OBJETIVOS.....	23
3.1. Objetivo geral.....	23
3.2. Objetivos específicos.....	23
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	24
4.1. Material.....	24
4.2. Métodos.....	24
4.2.1. Montagem do Equipamento para Eletrofição.....	25
4.2.2. Análise das Fibras Produzidas por Eletrofição no MEV.....	25
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	27
5.1. O sistema de eletrofição desenvolvido.....	27
5.2. Resultados obtidos a partir da microscopia eletrônica de varredura – MEV.....	28
5.3. Média dos diâmetros das fibras.....	31
6. CONCLUSÃO.....	34
7. REFERÊNCIAS.....	35

1. INTRODUÇÃO

A pele é o maior órgão do corpo humano e também o mais exposto à fatores/danos externos por ser considerado a primeira barreira protetora do corpo. Há três tipos de fatores que acometem a pele: fatores químicos, um exemplo é a radiação solar, fatores físicos como lesões teciduais e fatores biológicos como a entrada de microrganismos e parasitas no organismo. A pele é composta por três camadas bem unidas: epiderme, derme e hipoderme, sendo a epiderme a mais externa e a hipoderme a mais interna, todas são importantes, por possuírem características e funções diferentes.

Com o avanço da tecnologia e das novas aplicações no campo da nanotecnologia, surgiu o desenvolvimento de equipamentos e de novas técnicas para uso na área de engenharia tecidual, uma delas é a técnica de eletrofiação de polímeros que vem sendo utilizada de diversas maneiras, como na área medicinal e dermatológica, criando biomateriais com resultados promissores.

A eletrofiação é uma técnica desenvolvida em 1930, que foi se aprimorando com o passar do tempo e que, por meio de soluções poliméricas atreladas a forças eletrostáticas, formam fibras com diâmetros que variam de nanômetros (nm) a micrômetros (μm). As fibras formadas constituem uma membrana cuja as características mais importantes são: a alta área superficial, porosidade e elasticidade da membrana formada. Além disso, possui estrutura biomimética a matriz extracelular da pele, sendo muito utilizada no desenvolvimento de pele e órgãos artificiais.

As nanofibras podem ser produzidas utilizando vários tipos de polímeros, entre eles os biodegradáveis, como o Poliacetato de Vinila (PVA), Policaprolactona (PCL) e o Polihidroxibutirato (PHB).

A Policaprolactona (PCL) que foi o polímero utilizado neste trabalho, é um tipo de poliéster alifático, biodegradável, solúvel em alguns solventes orgânicos, biocompatível, que pode ser processado por eletrofiação. Na eletrofiação, outras substâncias podem ser adicionadas no processamento das nanofibras, entre elas: nanopartículas, óleos essenciais, fármacos, compostos naturais, etc. O óleo essencial de rosa mosqueta é um óleo com alta concentração de ácidos graxos insaturados é

amplamente utilizado na cosmética e dermatologia pelas propriedades hidratantes, cicatrizantes e regenerativas celulares, proporcionando um aspecto íntegro a pele.

Desta forma, este trabalho tem como objetivo desenvolver membranas eletrofiadas de PCL com as propriedades sinérgicas do óleo essencial de rosa mosqueta para possíveis aplicações na área de medicina regenerativa e cosmética.

2. REVISÃO DA LITERATURA

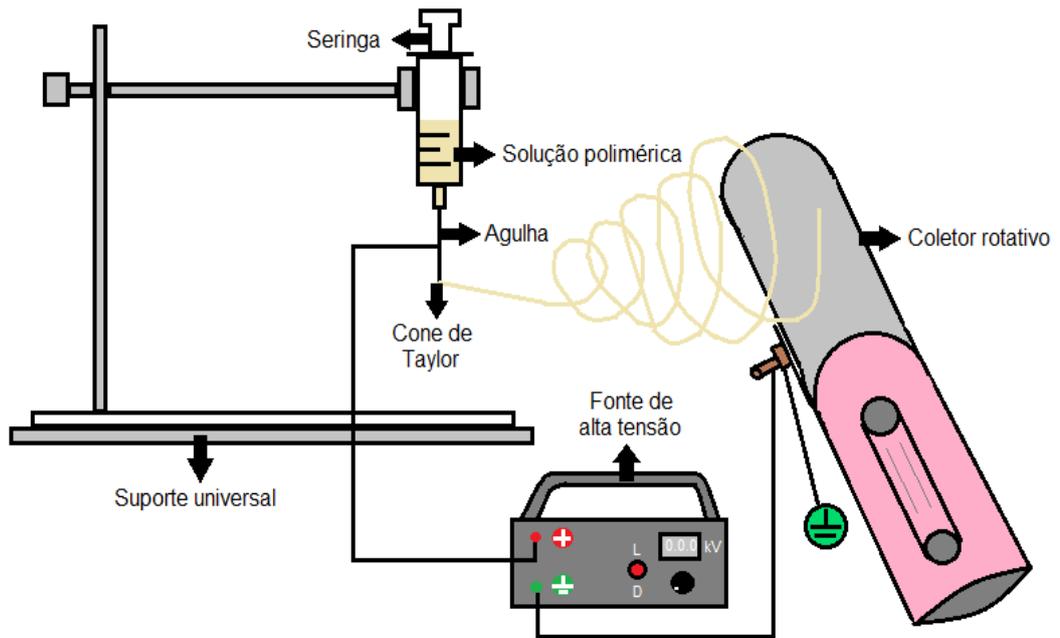
2.1. Eletrofiação

Desenvolvida no século XIX por Rayleigh e Zeleny, e patenteada por Formhals em 1934, a técnica ganhou reconhecimento apenas na década de 90, quando houve maior recursos tecnológicos para o desenvolvimento dos nanomateriais (VENTURELLI; GRIPA, 2017).

As membranas ou mantas de nanofibras são obtidas pelo uso de uma tensão (kV) em uma solução polimérica. A solução polimérica é adicionada a uma seringa e uma alta voltagem é aplicada. Sob a ação da gravidade (ou bomba), uma gota é formada na ponta da agulha. Carregada eletricamente pela ação da tensão, essa gota alonga-se, formando um cone, conhecido como cone de Taylor (YARIN, A. L. et al., 2001). Quando as forças eletrostáticas superam a tensão superficial da solução, ocorre a formação de um jato no vértice do cone. O jato descreve um percurso inicialmente reto e diminui de diâmetro à medida que se afasta da ponta da agulha. Após esse percurso, forma-se uma zona de instabilidade onde o jato deixa de ser visível a olho nu e descreve trajetórias tortuosas. É nesta zona que se formam as fibras, devido ao violento estiramento sofrido pela solução e simultânea evaporação do solvente. Fibras sucessivamente mais finas, podendo atingir a escala nanométrica, são projetadas em direção ao coletor, devido ao campo elétrico criado entre este e a agulha, formando uma manta de nanofibras (LI; Y, 2004). O tipo de aparelho coletor, pode ser rotativo que distribuem as fibras de maneira uniforme e plana, e sendo fixo que distribuem as fibras de maneira aleatória, não possuindo um padrão de organização. (Figura 1 - O processo de eletrofiação utilizado neste trabalho).

Existem vantagens atribuídas ao processamento por eletrofiação, como o uso de instrumentos baratos, baixo uso de materiais e reagentes, fabricação simples e grande capacidade para produções industriais (GAO et al., 2019).

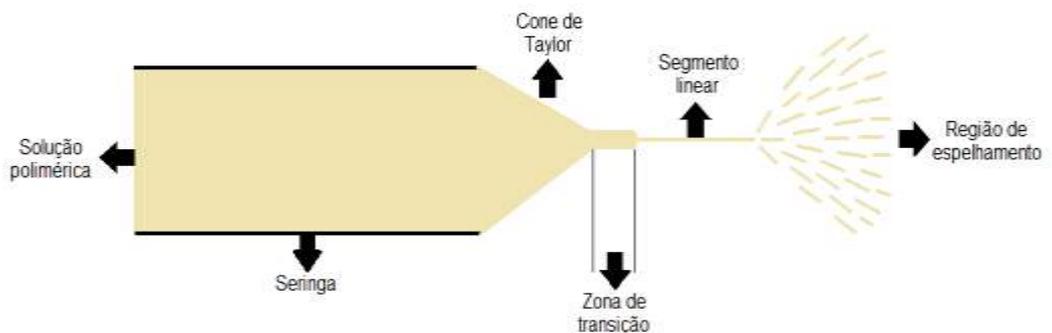
Figura 1 - O processo de eletrofiação



Fonte: AUTOR, 2021.

Taylor descreve que no processo de eletrofiação devido ao forte campo elétrico, a gota na ponta da agulha se deforma em forma cônica. Esta gota em forma de cone é conhecida como “Cone de Taylor” (Figura 2 - Cone de Taylor). O cone de Taylor foi inicialmente reportado por Taylor como uma gota, que ao ser sujeita a um potencial elétrico cada vez maior é submetida a um estiramento até o ponto em que subitamente se tende a um formato aproximadamente cônico (COSTA, R. G. F. et al., 2012).

Figura 2 - Cone de Taylor



Fonte: AUTOR, 2021.

A manipulação dos parâmetros para obtenção de morfologias específicas das fibras inclui considerar o material, orientação das fibras (alinhas ou aleatórias), porosidade das fibras (relacionada a infiltração celular), para isso, os parâmetros que têm influência no processo devem ser controlados, podem-se citar: a tensão elétrica, corrente elétrica, vazão, temperatura e concentração da solução, a distância entre a extremidade da agulha e o tipo de coletor utilizado. (PEZZIN, S. H. et al., 2018).

2.2. Aplicações da eletrofiação

Algumas aplicações das nanofibras poliméricas, podem ser atribuídas a filtração, sensores, biomedicina, nanobiotecnologia, tecidos, curativos para feridas, liberação de fármacos e imobilização de enzimas, nanocompósitos, indústria de vestuário, compósitos estruturais, sistemas de purificação de ar, bioengenharia, engenharia ambiental e eletrônica, indústrias energética, de defesa e segurança. (PEZZIN, S. H. et al., 2018).

O campo da engenharia de tecidos, é considerado um dos campos mais beneficiados pela técnica de eletrofiação, atrelado ao campo farmacêutico, pode vir a desenvolver ou inovar produtos que atendam ainda mais as necessidades do seu público.

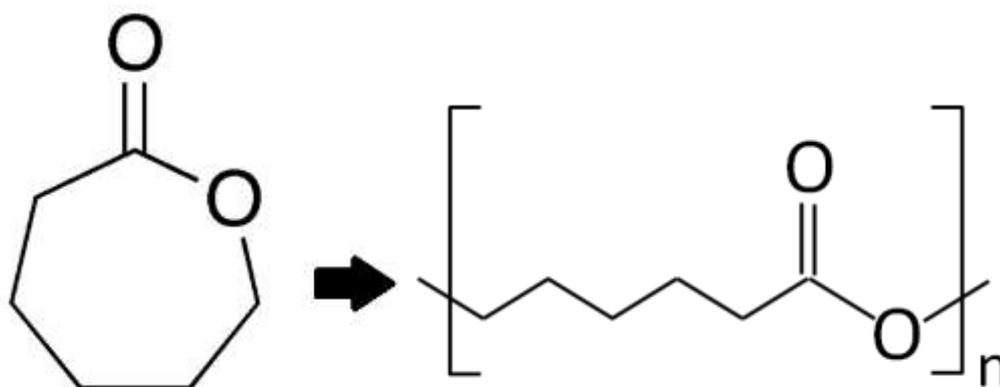
As interessantes propriedades como a alta área superficial, alta porosidade e capacidade de absorção, encontram aplicação como curativos para feridas, que proporcionam uma boa drenagem e uma boa permeabilidade de ar, podem ser carregados com medicamentos e proporcionam conforto na aplicação e remoção do curativo. Também são aplicadas como um meio adequado para a regeneração do tecido devido às semelhanças estruturais físicas com a matriz extracelular dos tecidos, que funciona como uma estrutura que dá o suporte para o desenvolvimento, crescimento e conexão das células de diferentes partes do corpo fornecendo uma estrutura de biomateriais. (PEZZIN, S. H. et al., 2018).

2.3. Policaprolactona

A policaprolactona ou poli(ϵ - caprolactona) - PCL é um plástico biodegradável elaborado a partir de derivados do petróleo, obtido a partir da polimerização da caprolactona ou ϵ -caprolactona. (Figura 3 - Polimerização da Caprolactona em

Policaprolactona). Compõe-se de uma sequência de unidades de metileno, entre os que se formam grupos éster (poliéster) que possuem propriedades de biocompatibilidade e biodegradabilidade, além de ser um polímero não tóxico. (WIKIPÉDIA, 2016). A caprolactona é um monômero usado na produção de polímeros altamente especializados. A polimerização se dá por abertura do anel, como por exemplo, dá policaprolactona. (WIKIPÉDIA, 2021).

Figura 3 - Polimerização da Caprolactona em Policaprolactona



Fonte: AUTOR, 2021.

As propriedades de compatibilidade divergem em duas: a compatibilidade entre materiais, que inclui a possibilidade de incorporação de aditivos, como fármacos, produtos naturais, nanopartículas, entre outros, na membrana produzida, o que aumenta sua aplicação; e a biocompatibilidade com um organismo vivo, pois é um poliéster sintético que pode ser eliminado através do próprio organismo humano, além de ser biorreabsorvível, o que faz com que as fibras produzidas a partir do polímero sejam amplamente usadas na área de regeneração de tecidos e peles artificiais. (LEITE, S. R., 2019). O processo de biodegradabilidade diverge em duas etapas: a primeira etapa é acometida por hidrólise de seus vínculos ésteres em condições fisiológicas (tais como no corpo humano), provocando o rompimento da cadeia polimérica, a segunda etapa o PCL sofre um tipo de degradação intracelular que possibilita a visualização de pequenos fragmentos e eliminação gradual dentro das células, e, portanto, tem recebido uma grande atenção para seu uso em biomateriais. (WIKIPÉDIA, 2016).

2.4. Eletrofiação com óleos essenciais

Os óleos essenciais são misturas complexas de compostos voláteis que são sintetizados pelas plantas para fins de defesa e sinalização, protegendo-as contra herbívoros e insetos nocivos. Além disso, eles desempenham um papel crucial na atração de animais benéficos, como polinizadores específicos da espécie e dispersores de sementes, para facilitar a reprodução das plantas (MELE, E., 2020).

A funcionalidade e o aroma dos óleos essenciais evidenciados por Mele, E., derivam de seus principais componentes químicos e são voláteis e suscetíveis à fácil degradação devido à temperatura, luz, oxigênio e umidade.

A fabricação de fibras eletrofiadas sem defeitos com o tamanho e estrutura desejados é possível, por uma otimização fina de todos os parâmetros do processo, isto inclui o controle sobre as propriedades dos polímeros. São elas: viscosidade, peso molecular do polímero, condutividade, ponto de ebulição do sistema polímero-solvente, presença de aditivos, a tensão aplicada, a vazão, a distância agulha-coletor e as condições ambientais (MELE, E., 2020).

Grande variedade de óleos essenciais foram eletrofiados, incluindo canela, orégano, hortelã-pimenta, cravo-da-índia, rosa mosqueta, etc, devido as suas propriedades já relatadas anteriormente por Mele, E.

O óleo de canela possui como componente químico o cinamaldeído, ativo contra patógenos como *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Porphyromonas gingivalis*, *Listeria monocytogenes* e *Bacillus cereus*. Por isso, foi eletrofiado em combinação com uma variedade de polímeros, incluindo álcool polivinílico (PVA), alginato/PVA, ácido polilático (PLA), poli(óxido de etileno) (PEO) e acetato de celulose e, as fibras resultantes têm sido aplicadas nos setores alimentício e biomédico. O processo de eletrofiação foi conduzido usando uma voltagem de 15 kV, uma vazão de 0,5 mL/h e a distância entre a agulha-coletor de 15 cm, para atingir um diâmetro médio de fibra de (300 ± 60) nm (MELE, E., 2020).

O óleo de orégano possui carvacrol e timol como constituintes, que têm efeito inibitório sobre diversos microorganismos, incluindo *Staphylococcus aureus* resistente à metilicina, *E. coli*, *Bacillus subtilis* e *Saccharomyces cerevisiae*. Foi incorporado em

fibras biodegradáveis de quitosana e poli(caprolactona) (PCL), que foram eletrofiadas a partir de ácido fórmico/ácido acético (1:1), usando uma voltagem de 18 kV, uma taxa de fluxo de 0,1 mL/h e uma distância agulha-coletor de 15 cm (MELE, E., 2020).

O óleo de hortelã-pimenta é rico em mentol e mentona, e possui propriedades antibacterianas, antivirais, fungicidas e anti-inflamatórias. Foi eletrofiado a partir de PCL, acetato de celulose, gelatina, matrizes de poliuretano e PEO, em combinação com outros compostos bioativos, como óleo essencial de camomila, sulfato de cobre e óxido de cério. Os seguintes parâmetros experimentais foram utilizados: tensão de 15 kV, vazão de 0,3 mL/hora e distância de trabalho de 10cm (MELE, E., 2020).

O óleo de cravo-da-índia e seu principal componente, o eugenol, são tradicionalmente usados como analgésicos e antissépticos para o tratamento de cáries dentárias e doenças periodontais, sendo ativo bactérias cariogênicas, como *S. mutans* e *S. sobrinus*, e patógenos periodontais, como *P. gingivalis* e *P. intermedia*. Foi encapsulado em fibras eletrofiadas de PCL, gelatina, PCL/gelatina, poliácridonitrila, alginato/PVA e polivinilpirrolidona, obtido por eletrofiação a uma voltagem de 20 kV, vazão de 0,6 mL/hora e distância de trabalho de 12 cm. Foram produzidos para aplicações de tratamento de feridas (MELE, E., 2020).

2.5. Óleo de rosa mosqueta

Conhecida popularmente como rosa mosqueta, rosa selvagem, rosa silvestre, rosa canina ou rosa primitiva, cujo nome científico é *Rosa rubiginosa* ou *Rosa canina* L. pertencente ao gênero *Rosa*, da família *Rosaceae*, e possui aproximadamente 70 espécies diferentes em todo o mundo, é uma espécie vegetal selvagem originária da Europa central e oriental. Cresce espontaneamente também na região sul do Chile. (BIGHETTI, E., 2019). O óleo extraído das sementes de cinórrodo utiliza o método de prensagem a frio (moagem da semente para saída do óleo) e hexano como solvente de extração, após a extração, o óleo é refinado por winterização para eliminar os triglicerídeos de maior saturação e finalmente é estabilizado. Possui aparência de um líquido transparente de cor acastanhada. (MEDICINAL NATURAL, 2020).

Figura 4 - Sementes de cinórrodo, *Rosa rubiginosa* e Óleo de Rosa Mosqueta



Fonte: GOOGLE IMAGENS, 2021.

O óleo de rosa mosqueta é rico em ácidos graxos e ácido transretinóico cujas propriedades têm despertado o interesse deste insumo no processo de cicatrização e muitas outras propriedades medicinais. (MEDICINAL NATURAL, 2020).

Muitas pesquisas realizadas no Brasil constataram as efetividades farmacológicas e terapêuticas do Óleo de Rosa Mosqueta. O óleo extraído das sementes é empregado na indústria alimentícia e cosmética por suas características organolépticas e sua composição rica em ácidos graxos essenciais. No comércio brasileiro, atualmente o Óleo de Rosa Mosqueta é encontrado em produtos registrados como cosméticos e alimentos na forma de cápsulas, solução oleosa ou emulsões. E também muito utilizado para retirar manchas na pele (BIGHETTI, E., 2019).

O óleo extraído possui altas concentrações de polifenóis, carotenoides, ácido ascórbico (vitamina C), ácidos graxos insaturados (linoleico, linolênico e oleico) e, em menor proporção, ácidos graxos saturados (palmítico, palmitoleico, esteárico, láurico, mirístico e behênico). Apresenta o ácido trans-retinóico ou tretinoína natural com proporções variando entre 0,01 a 0,1% e também os ácidos graxos insaturados araquidônicos e gadoleico. Na tabela 1 estão os ácidos graxos presentes no óleo de rosa mosqueta.

Tabela 1 - Ácidos graxos presentes no óleo de rosa mosqueta

Nome	Composição (%)
Ácido Palmítico	5,26
Ácido Esteárico	3,13
Ácido Oleico	22,14
Ácido Linoleico	48,84
Ácido Alfa-Linoleico	20,65
Ácido Trans-retinóico	0,01-0,10

Fonte: ADAPTADO DE SANTANA, F. B., (2015).

Os ácidos graxos insaturados e o ácido trans-retinóico são os compostos relatados como responsáveis pela manutenção da integridade e regeneração cutânea. Parte dos fosfolipídios das membranas celulares são formados pelos ácidos graxos insaturados. Estes fosfolipídios intervêm no processo de fosforilação, na mitose, organização celular e nos intercâmbios iônicos. Isso confere ao óleo de rosa mosqueta um alto potencial no tratamento de feridas e cicatrização tecidual. (BIGHETTI, E., 2019).

O óleo de rosa mosqueta tem sido utilizado como óleo vegetal carreador para os tratamentos envolvendo o uso dos óleos essenciais, os produtos dermatológicos que contêm este óleo podem ser indicados para tratar ativamente ocorrências da pele, tais como cicatrizes cirúrgicas e queloides, marcas recentes ou antigas de queimaduras e de acne, prevenção e tratamento de estrias, rugas, linhas de expressão e de envelhecimento, pele ressecada ou descamando e manchas na pele. (BIGHETTI, E., 2019).

3. OBJETIVOS

3.1. OBJETIVO GERAL

Desenvolver membranas de nanofibras de PCL contendo óleo essencial de rosa mosqueta.

3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Incorporar diferentes concentrações de óleo essencial de rosa mosqueta nas nanofibras de policaprolactona;
- Estudar os parâmetros de eletrospinação para alcançar a produção de nanofibras homogêneas;
- Analisar morfologicamente as membranas pelo Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV);

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. MATERIAL

- Álcool metílico P.A. - Dinâmica (fornecedor);
- Clorofórmio P.A. - Êxodo científica (fornecedor);
- Poli(ϵ -caprolactona) ou Policaprolactona (PCL) - $M_w = 70000\text{g/mol}$ – Sigma Aldrich (fornecedor);
- Óleo de rosa mosqueta - Native (fornecedor).

4.2. MÉTODOS

Foram preparadas soluções de PCL na concentração de 10% p/v 4:1 de clorofórmio e metanol, baseados nos trabalhos produzidos pelo grupo de pesquisa (COSTA, LMM). Nesta solução foram adicionados 5%, 10% e 20% de óleo de rosa mosqueta em relação a massa de polímero. Os cálculos foram realizados da seguinte maneira para uma solução de 10mL.

Cálculos obtidos:

Óleo de rosa mosqueta a 5%

1g de PCL ----- 5%

5% = 0,05mL de óleo

Óleo de rosa mosqueta a 10%

1g de PCL ----- 10%

10% = 0,1mL de óleo

Óleo de rosa mosqueta a 20%

1g de PCL ----- 20%

20% = 0,2mL de óleo

Desta forma, foi seguido o seguinte passo-a-passo do processo de eletrofiação:

- Pesou-se 1g de PCL na balança analítica.
- Transferiu-se para um béquer o PCL e mediu-se 8mL de clorofórmio + 2mL de etanol, totalizando 10mL (utilizou-se a capela de exaustão).
- A vidraria foi bem vedada para evitar a evaporação dos solventes e utilizou-se uma placa agitadora com barra magnética para homogeneizar as soluções, em uma temperatura de 50°C em uma velocidade de 80speed, e esperou-se a homogeneização completa.
- Após +/- 1 hora e 30 minutos da homogeneização, adicionou-se o óleo de rosa mosqueta por meio de uma micropipeta nos 3 béqueres, sendo 0,05mL no primeiro, 0,1mL no segundo e 0,2mL no terceiro, e voltou-se a agitar a solução por 15 minutos. Foi feito uma amostra contendo apenas PCL.
- Para os parâmetros de processamento por eletrofiação, a voltagem escolhida, de acordo com a literatura desenvolvimento e caracterização de membranas eletrofiadas a base de borracha natural e poli (ϵ -caprolactona) de COSTA, LMM., foi de 17 kV e a distância 12 cm.
- Foram eletrofiadas as quatro soluções, utilizou-se o coletor rotativo para os processamentos, as membranas recobriram a superfície de alumínio do coletor e posteriormente foram analisadas.

4.2.1. Montagem do equipamento para eletrofiação

Na eletrofiação utilizamos um equipamento que é montado a cada processo. Esse equipamento foi montado em uma capela de exaustão. Na capela, utilizou um suporte universal preso a uma garra metálica revestida que acopla a seringa de vidro junto a agulha. O coletor rotativo também é colocado dentro da capela revestido com papel alumínio, sobreposto a um material de madeira (isolante). A fonte de alta tensão fica do lado de fora da capela, em um balcão de madeira onde o fio terra é ligado ao coletor rotativo e o eletrodo de alta tensão na agulha da seringa, por onde a solução polimérica passará.

4.2.2. Análise das fibras produzidas por eletrofiação no MEV

Morfologia no Microscópio Eletrônico de Varredura:

As 4 amostras eletrofiadas foram submetidas a uma fina camada de ouro, no equipamento Q150R ES (QUORUM), um metalizador responsável por revestir em

ouro as amostras em 10 minutos. Para submeter amostras a esse “banho de ouro” é necessário reduzir o tamanho delas e por meio de uma fita dupla face que é colocada em um material metálico (porta amostra), fixá-las e colocá-las no equipamento Q150R ES. Por fim, as membranas foram analisadas no programa TESCAN acoplado ao microscópio eletrônico (MEV), ou seja, toda a leitura feita no microscópio era transferida para o TESCAN no computador. Estas análises foram realizadas no Instituto Federal de Alagoas - IFAL.

Foram medidos os diâmetros médios das fibras utilizando as micrografias no programa Image J, sendo feitas 100 medidas aleatórias das fibras e obtendo uma média dos resultados. O processo se repetiu para as outras membranas.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. MEMBRANAS ELETROFIADAS

Após todo o processo de eletrofição, têm-se a obtenção das membranas ou também chamadas de mantas eletrofiadas, produzidas com distância de trabalho de 12 cm em tensão de 17 kV. Na figura 5, estão as quatro membranas eletrofiadas com diferentes concentrações de óleo de rosa mosqueta, sendo uma membrana PCL puro (sem óleo de rosa mosqueta), e as demais contendo PCL e 5%, 10% e 20% de óleo de rosa mosqueta. Na figura 6, é possível visualizar que as membranas formadas possuem espessuras que facilitam a maleabilidade. As amostras apresentaram flexibilidade e também foi possível observar que houve modificação na textura das amostras, sendo que as amostras contendo óleo obtiveram texturas mais macias (percebidas pelo toque).

Figura 5 - Membranas eletrofiadas de PCL e óleo de rosa mosqueta em concentrações diferentes: A) Membrana de PCL pura (sem óleo), B) Membrana de PCL e óleo a 5%, C) Membrana de PCL e óleo a 10%, D) Membrana de PCL e óleo a 20%

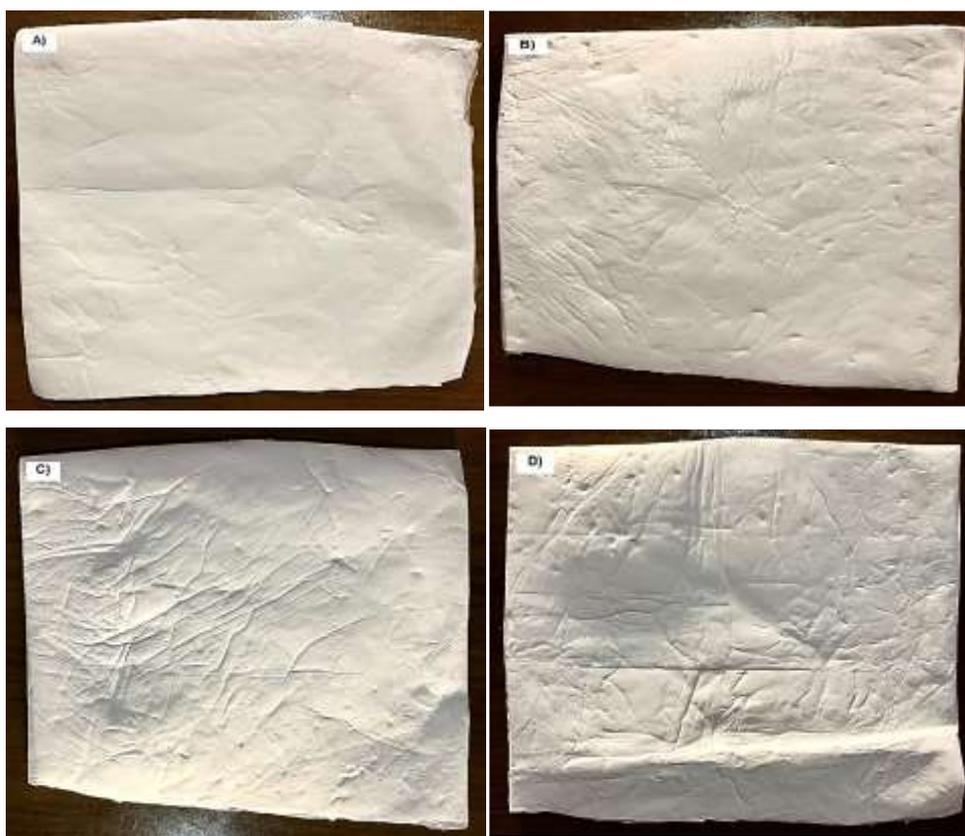


Figura 6 - Membranas maleáveis e flexíveis



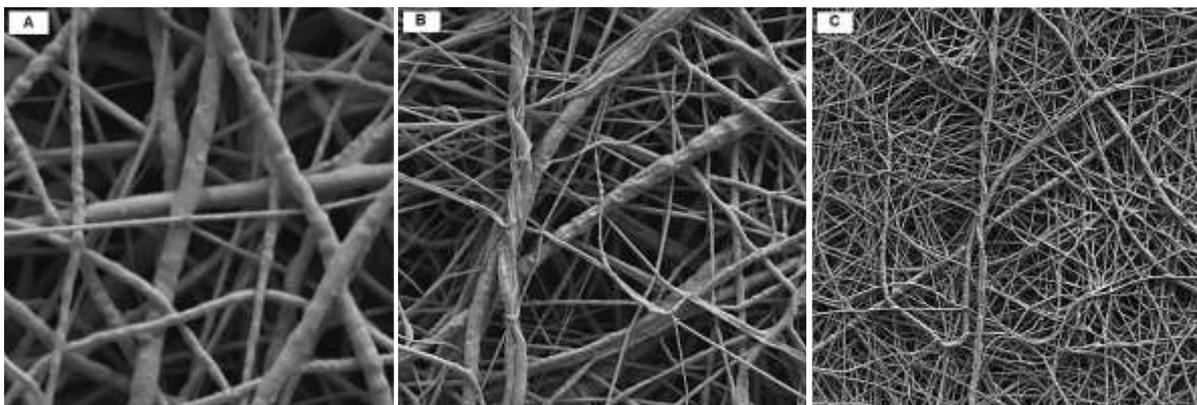
Fonte: AUTOR, 2022.

5.2. RESULTADOS OBTIDOS A PARTIR DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - MEV

Com a tensão de 17 kV utilizada neste estudo, pode-se observar por meio das fotomicrografias geradas pelo MEV a morfologia das amostras em formato de nanofibras.

É possível identificar que todas as concentrações, seja ela PCL puro ou PCL com óleo de rosa mosqueta, geraram as nanofibras de forma homogêneas. A figura 7 mostra as fotomicrografias das nanofibras de PCL puro, em diferentes ampliações para um comparativo com as nanofibras geradas por mistura PCL e óleo de rosa mosqueta.

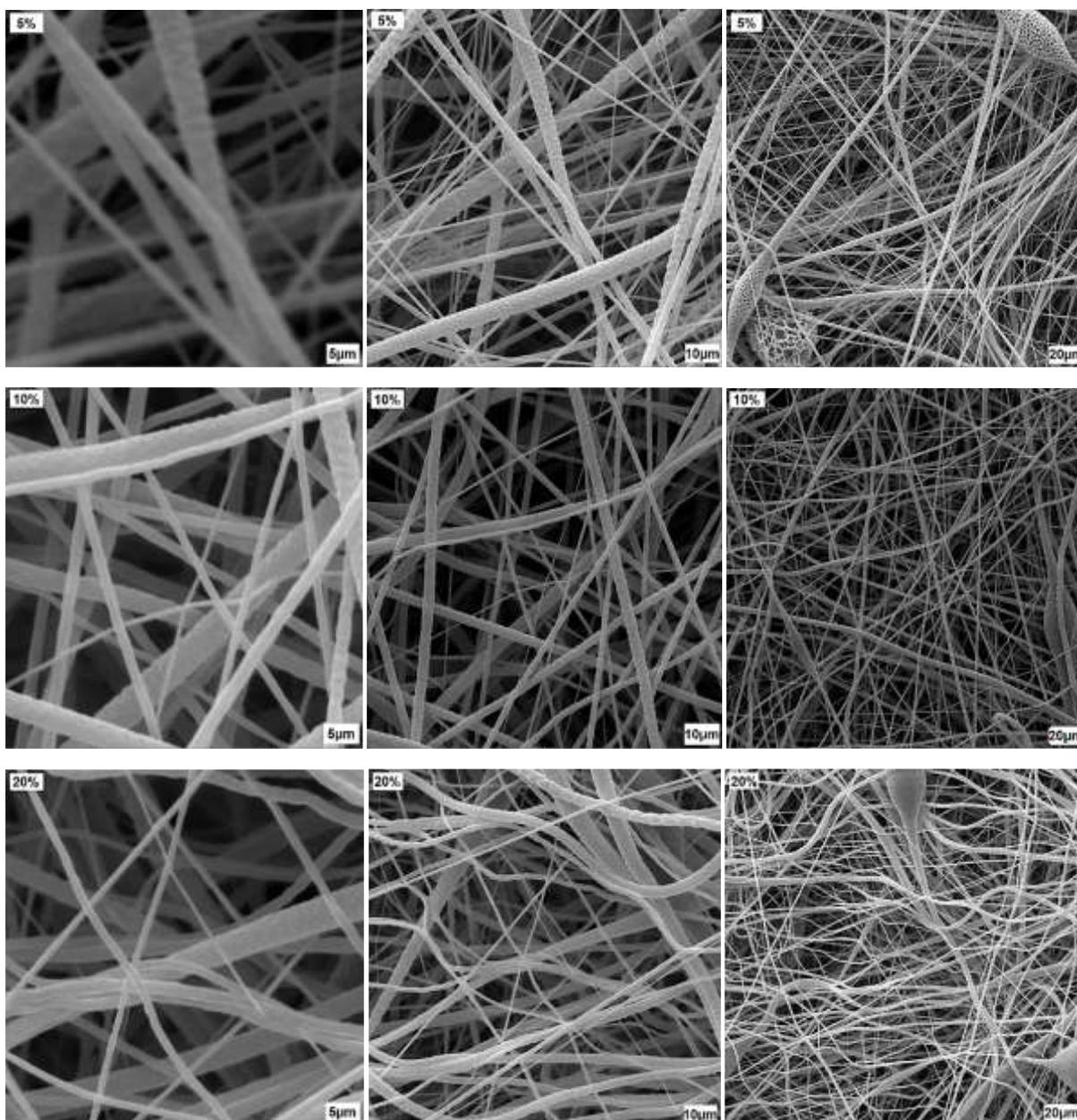
Figura 7 - Fotomicrografias das nanofibras de PCL puro em diferentes ampliações μm . A) $5\mu\text{m}$, B) $10\mu\text{m}$, C) $20\mu\text{m}$.



Fonte: AUTOR, 2021.

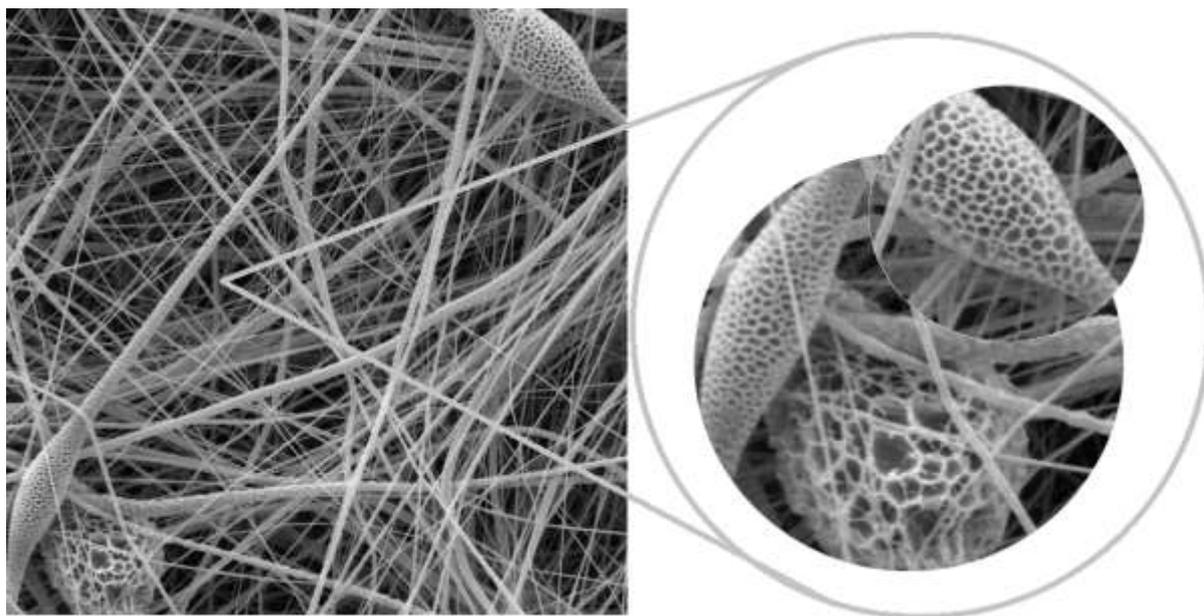
A figura 8, ilustra as fotomicrografias das nanofibras de PCL + diferentes concentrações de óleo de rosa mosqueta em diferentes ampliações. A mesma figura mostra que houve formação de fibras nanométricas, ou seja, a combinação de PCL + óleo de rosa mosqueta foi capaz de gerar nanofibras de forma homogênea. Porém, todas as amostras contendo o óleo, quando ampliadas, observaram-se o aparecimento de alguns defeitos locais em forma de “esponja”. Alguns fatores que podem estar relacionados a esse evento, entre eles um aumento local na concentração de óleo, formando assim bolsões (esponjas) de armazenado de óleo pela estrutura de PCL, como pode ser vista na figura 9. Ou também podem ser devido a instabilidades nos jatos da eletrofiação derivados da presença do óleo de Rosa Mosqueta, ou até mesmo devido a modificação na condutividade e taxa de evaporação dos solventes.

Figura 8 - Fotomicrografias das nanofibras de PCL + diferentes concentrações de óleo de rosa mosqueta e de ampliações μm . A) PCL + óleo de rosa mosqueta 5% e ampliação de 5 μm , 10 μm e 20 μm . B) PCL + óleo de rosa mosqueta 10% e ampliação de 5 μm , 10 μm e 20 μm . C) PCL + óleo de rosa mosqueta 20% e ampliação de 5 μm , 10 μm e 20 μm .



Fonte: AUTOR, 2021.

Figura 9 - Defeitos em forma de esponja encontrados nas fotomicrografias.



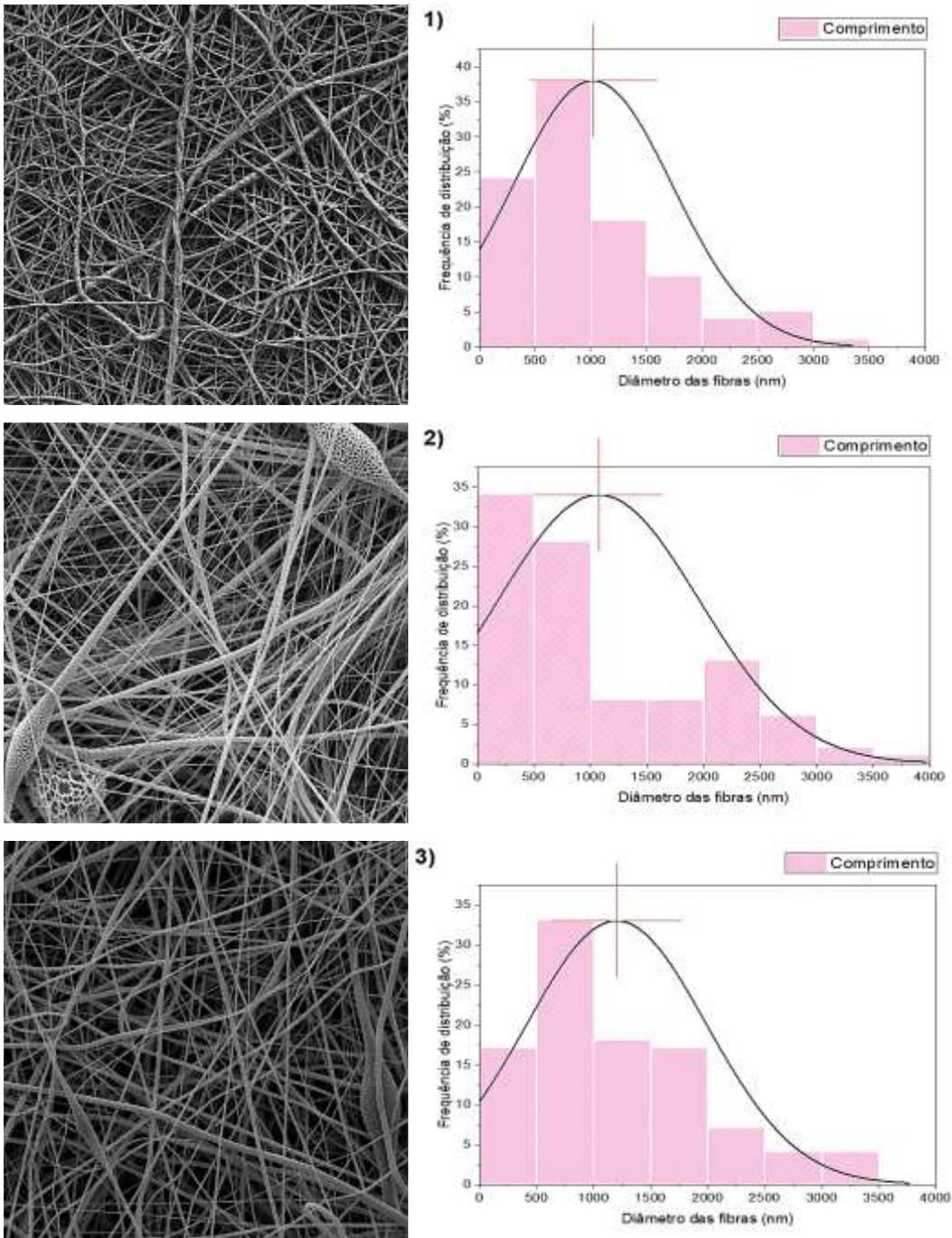
Fonte: AUTOR, 2022.

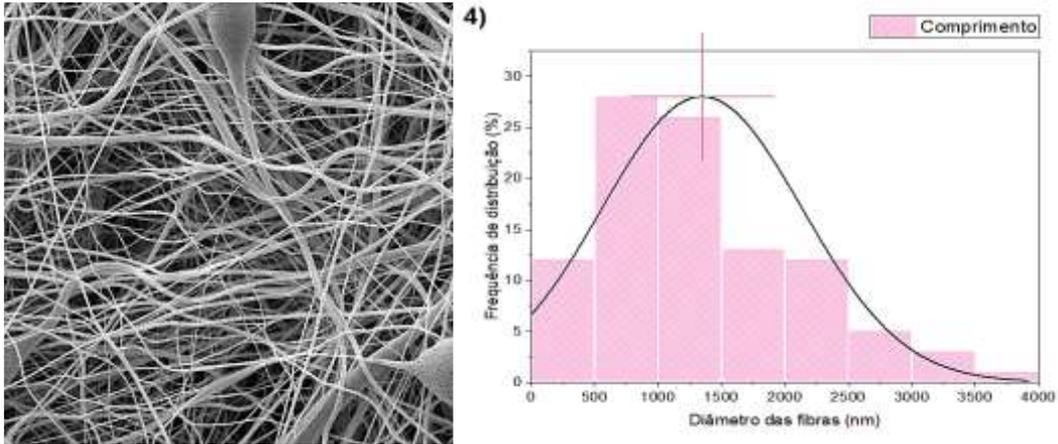
5.3. MÉDIA DOS DIÂMETROS DAS FIBRAS

Foram gerados valores de medidas de diâmetro cada fibra visualizada por meio das fotomicrografias no programa Image J, com base no comprimento do diâmetro das fibras foram feitas as frequências de distribuições, obteve-se as médias, sendo selecionadas 100 unidades de fibra ao acaso. Após os valores gerados no Image J, foi possível criar histogramas no programa Origin, que ilustrou através do pico, a média dos 100 resultados. E, assim, pode-se observar nos gráficos a seguir, na figura 10, o resultado médio nas diferentes concentrações de PCL + óleo, em uma ampliação fixa de 20 μ m.

Com base na revisão bibliográfica, a formação desses bolsões não foi observada e relatada em outros tipos de óleos, bem como, para o óleo essencial de rosa mosqueta.

Figura 10 - Frequência de distribuição/diâmetro das fibras. 1) PCL puro, 2) PCL + óleo de rosa mosqueta 5%, 3) PCL + óleo de rosa mosqueta 10%, 4) PCL + óleo de rosa mosqueta 20%.





Fonte: AUTOR, 2022.

Os diâmetros médios das fibras, segundo o histograma, possuíram valores de: 1) 1026,4 nm; 2) 1017,1 nm; 3) 1203,6 nm; 4) 1346,0 nm.

Desta forma, percebe-se nos gráficos que os diâmetros médios das fibras estão bem aproximados, com exceção das concentrações de 10% e 20%, que possuem diâmetros médios cerca de 17,3% e 31,1% a mais, comparados com a amostra de PCL puro. Este aumento do diâmetro pode ser devido o óleo de rosa mosqueta alterar a taxa de evaporação do conjunto polímero solvente, ou também alterar a condutividade da solução.

6. CONCLUSÃO

Foi possível preparar membranas maleáveis de PCL com diferentes concentrações de óleo de rosa Mosqueta (5, 10 e 20%) por eletrofiação.

A técnica propiciou morfologia das membranas predominantemente em formato nanofibrilar, com diâmetros médios entre 1026,4 nm (PCL puro) a 1346,0 nm (PCL com 20% de óleo), sendo que houve um aumento de cerca de 31% para a amostra contendo 20% de óleo de Rosa mosqueta. Houve também a formação de bolsões (esponjas) nas nanofibras contendo óleo.

Com base nas análises realizadas neste estudo, é possível concluir que devido ao formato nanofibrilar as amostras possuem alta porosidade, o que é uma característica importante para trocas gasosas entre as células e o ar, se considerar a aplicação da membrana como um curativo. Além disso, pôde se incorporar o óleo de rosa mosqueta que possui substâncias ativas interessantes para aplicações nesta área, como no auxílio da cicatrização, regeneração e recomposição da pele, podendo retirar manchas. Dessa forma esta membrana aliou características importantes do PCL como a biodegradação, porosidade devido o processo de eletrofiação e substâncias ativas provenientes do óleo de Rosa mosqueta. Dessa forma sendo esta membrana uma candidata a estudos para aplicações em curativos para pele, adesivos para liberação de óleo no local desejado para extrair manchas, reduzir rugas e hidratar a pele.

7. REFERÊNCIAS

COSTA, L. M. M. **Desenvolvimento e caracterização de membranas eletrofiadas a base de borracha natural e poli (ϵ – caprolactona)**. 2014. Artigo. Disponível em: https://sucupira.capes.gov.br/sucupira/public/consultas/coleta/trabalhoConclusao/viewTrabalhoConclusao.jsf?popup=true&id_trabalho=1625434

COSTA, R. G. F. et al. **Eletrofição de polímeros em solução: parte 1: fundamentação teórica**. 2012. Artigo. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0104-14282012005000026>. Acesso em: 20/11/2021.

GAO, S. et al. **Stimuli-responsive bio-based polymeric systems and their applications**. *Journal of Materials Chemistry B*, v. 7, n. 5, p. 709–729, 2019.

GRANDHA; BIGHETTI, E. **Rosa mosqueta: uma análise científica do óleo vegetal e sua aplicação**. 2019. Artigo. Disponível em: <https://www.grandha.com.br/rosa-mosqueta-analise-cientifica-oleo-vegetal-aplicacao/>. Acesso em: 21/11/2021.

LEITE, S. R. **Estudo da morfologia das microfibras de policaprolactona obtidas através da técnica de eletrofição**. 2019. 55p. Dissertação (Centro de Ciências Físicas e Matemáticas e Programa de Pós-Graduação em Química) - Universidade Federal de Santa Catarina. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/214831/PQMC0955-D.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. Acesso em: 21/11/2021.

LI, D. and Y. Xia, **Electrospinning of Nanofibers: Reinventing the Wheel?** *Advanced Materials*, 2004. 16(14): p. 1151-1170.

MEDICINAL NATURAL. **Óleo de rosa-mosqueta: modo de uso e propriedades**. 2020. Artigo. Disponível em: <https://www.medicinanatural.com.br/oleo-de-rosa-mosqueta/>. Acesso em: 21/11/2021.

MELE, E. **Electrospinning of Essential Oils**. 2020. Artigo. Disponível em: <http://www.mdpi.com/journal/polymers>. Acesso em 14/04/2022.

PEZZIN, S. H. et al. **Preparação de membranas de PHB por eletrofição e caracterização para aplicações em engenharia tecidual**. 2018. Artigo. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620180004.0552>. Acesso em: 28/06/2021.

SANTANA, F. B. **Uso de espectroscopia no infravermelho médio e análise discriminante por quadrados mínimos parciais na determinação de adulterações em óleos de andiroba, primula e rosa mosqueta**. 2015. Artigo. Disponível em: <http://clyde.dr.ufu.br/bitstream/123456789/17445/1/UsoEspectroscopiaInfravermelho.pdf>

VENTURELLI, R. B.; GRIPA, S. **Eletrofiação: Uma alternativa para a produção de não tecidos.** *Revista da UNIFEFE*, v. V1, n. ISSN 2177-742X, 2017.

WIKIPÉDIA. **Policaprolactona**. 2016. Página. Disponível em: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Policaprolactona>. Acesso em: 15/11/2021.

WIKIPÉDIA. **Caprolactona**. 2021. Página. Disponível em: <https://en.wikipedia.org/wiki/Caprolactone>. Acesso em: 21/11/2021.

YARIN, A.L., S. Koombhongse, and D.H. **Reneker, Taylor cone and jetting from liquid droplets in electrospinning of nanofibers.** *Journal of Applied Physics*, 2001. 90(9): p. 4836-4846.