



PGDESIGN | Programa de Pós-Graduação
Mestrado | Doutorado



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

ESCOLA DE ENGENHARIA

FACULDADE DE ARQUITETURA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM DESIGN

Jaqueline Dilly

**DESIGN E TECNOLOGIA: obtenção, caracterização, análise de volatilização e repelência do
óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba**

Tese de Doutorado

Porto Alegre

2023

JAQUELINE DILLY

Design e tecnologia: obtenção, caracterização, análise de volatilização e repelência do óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba.

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Design da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Design.

Orientador: Prof. Dr. Luis Henrique Alves Cândido

Porto Alegre

2023

CIP - Catalogação na Publicação

Dilly, Jaqueline

DESIGN E TECNOLOGIA: obtenção, caracterização, análise de volatilização e repelência do óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba / Jaqueline Dilly. -- 2023.

159 f.

Orientador: Luis Henrique Alves Cândido.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, , Porto Alegre, BR-RS, 2023.

1. Design e Tecnologia. 2. Microcápsulas. 3. Mosquito *Aedes aegypti*. 4. Cera de Carnaúba. 5. Óleo Essencial de Citronela. I. Alves Cândido, Luis Henrique, orient. II. Título.

Jaqueline Dilly

DESIGN E TECNOLOGIA: obtenção, caracterização, análise de volatilização e repelência do óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba.

Esta Tese foi julgada adequada para a obtenção do Título de Doutor em Design, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Design da UFRGS.

Porto Alegre, 19 de janeiro de 2023.

Prof. Dr. Fabio da Silva Pinto

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Design da UFRGS

Banca Examinadora:

Orientador: **Prof. Dr. Luis Henrique Alves Cândido**

Departamento de Design e Expressão Gráfica (PGDESIGN/DEG/UFRGS)

Prof. Dr. Tatiana Louise Avila de Campos Rocha

Gerente Acadêmica (Universidade do Vale do Rio dos Sinos) – Examinador Externo

Prof. Dr. Carlos Eugênio Silva

Departamento de Microbiologia, Imunologia e Parasitologia do ICBS/UFRGS – Examinador Externo

Prof. Dr. Wilsom Kindlein Júnior

Departamento de Engenharia de Materiais (PGDESIGN/DEMAT/UFRGS) – Examinador Interno

AGRADECIMENTOS

Aos pilares de minha formação como pessoa: meus pais e minhas irmãs que, mesmo de longe, fazem de minha caminhada mais linda e tranquila.

Ao meu querido companheiro, Artur, e nossa amada filha, Helena, pelo apoio incondicional em todos os momentos: Vocês são a “tradução do que é o amor”.

A querida Professora Liane Roldo, com quem iniciei este trabalho, por todos os ensinamentos, carinho e orientações, e por me mostrar que não existem barreiras para a pesquisa.

Ao meu estimado orientador Professor Cândido, por todo o incentivo e paciência, desde o mestrado, por sempre me mostrar o rumo sem interferir no caminho, por me permitir ser autônoma em minha pesquisa.

A todos os Professores e funcionários do PGDESIGN e do LDSM. Em especial, ao Professor Wilsom, por me fazer acreditar na pesquisa e no potencial das pessoas, por me mostrar que devemos encerrar cada etapa da vida com um ponto e vírgula e não com um ponto final.

Ao Professor Fabio Pinto, por toda força e vontade em transformar nossa Pós Graduação em um programa cada vez melhor.

A Professora Onilda Santos (ICBS), por toda a calma e dedicação, por me mostrar que juntos podemos fazer mais.

Aos colegas do LDSM. Principalmente: ao Gabriel Barbieri, à Viviane Pestano, à Silvie, Fernando e ao Victor, que me acompanham nessa caminhada desde o mestrado.

Aos colegas da Parasito, principalmente ao Harry, que acreditaram e me ajudaram a colocar em prática minhas ideias e criações.

Aos Professores de outros laboratórios: ao Professor Carlos (ICBS), Professor Tiago (UFSPA), Professora Anne e Professor Saulo (LACER), Professora Raquel (IQ), Professora Tatiana Rocha (UNISINOS): Obrigada por fazerem de minhas curiosidades as luzes desta pesquisa.

Ao Rodrigo, aluno da Engenharia eletrônica, pelo auxílio no desenvolvimento do Dispositivo de Volatilização.

A todos os laboratórios que participaram deste estudo, por proporcionarem o desenvolvimento de uma pesquisa transdisciplinar.

À Alexandra, por transformar todas as minhas ideias nas lindas imagens deste trabalho e à Gabriela, pela revisão desta pesquisa.

A toda minha família e aos amigos que conquistei ao longo deste caminho, pois acredito que estes encontros e conquistas vão, e são, além do que podemos ver.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo suporte durante este trabalho.

“Os circuitos de consagração social serão tanto mais eficazes quanto maior a distância social do objeto consagrado.”

Pierre Bourdieu

RESUMO

DILLY, J. **Design e tecnologia: obtenção, caracterização, análise de volatilização e repelência do óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba.** 2023. 159 f. Tese (Doutorado em Design) – Escola de Engenharia / Faculdade de Arquitetura, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2023.

Trabalhar em escala micrométrica e nanométrica trouxe para o Design, não só novas tecnologias, mas a implementação de algumas já utilizadas em outras áreas, como farmácia e cosméticos. O uso de microcápsulas com o intuito de modificar propriedades de materiais quanto à sua funcionalidade, em conjunto com a busca por insumos com menor impacto poluente ao ambiente, é tema de pesquisas em diferentes áreas e setores. Nesse sentido, a cera de carnaúba, é um produto natural, biodegradável, já utilizado como membrana para encapsular aromas e sabores (voláteis) em medicamentos e cosméticos. Materiais ativos, como óleos essenciais, costumam volatilizar seus componentes, assim, para que suas propriedades sejam preservadas, a utilização de microcápsulas torna-se uma opção. O emprego da cera de carnaúba como proteção de ativos para o uso em produtos de Design ainda é pouco explorado. Destarte, o objetivo desta pesquisa é microencapsular óleo essencial de citronela em cera de carnaúba com o propósito de prolongar o efeito repelência a mosquitos. As microcápsulas foram caracterizadas por: colorimetria, estéreo microscópio, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier, análise termogravimétrica e análise de calorimetria diferencial de varredura. Mosquitos da espécie *Aedes aegypti* foram utilizados como sensores para identificar, de maneira qualitativa, a presença do óleo essencial de citronela nas microcapsulas. A análise quanto ao efeito repelente das microcápsulas foi feita por meio de bioensaios de oviposição dos mosquitos *Aedes aegypti* em laboratório. Os resultados mostraram que ocorreu microencapsulação do óleo essencial de citronela em todas as formulações desenvolvidas e que as microcápsulas aplicadas em ensaios de oviposição apresentaram atividade dissuasora em mosquitos *Aedes aegypti*.

Palavras-chave: Cera de Carnaúba. Óleo Essencial de Citronela. Design e Tecnologia. Mosquito *Aedes aegypti*. Transdisciplinaridade.

ABSTRACT

DILLY, J. **Design and technology: obtaining, characterizing, volatilization analysis and repellency of citronella essential oil microcapsulated in carnauba wax.** 2023. 159 p. Thesis (Doctor of Design) Engineering School, Architecture Faculty, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2023.

Working in micrometric and nanometric scales has brought not only new technologies to the field of Design but also the implementation of technology already used in other areas, such as pharmacy and cosmetics. The use of microcapsules to modify material properties in terms of functionality, along with the search for inputs with a less polluting impact on the environment, are the subjects of research in different areas and sectors. In that regard, carnauba wax, is a natural, biodegradable product that is already used as a membrane to encapsulate (volatile) aromas and flavors in medicines and cosmetics. Active materials, such as essential oils, tend to volatilize their components, so, to preserve their properties, the use of microcapsules becomes an option. The use of Carnauba wax as protection of assets for use in Design products is still little explored. Thus, the objective of this research is to micro-encapsulate citronella essential oil in carnauba wax to prolong the repellent effect against mosquitoes. The microcapsules were characterized by: colorimetry, stereo microscope, scanning electron microscopy, Fourier transform infrared spectroscopy, thermogravimetric analysis, and differential scanning calorimetry analysis. *Aedes aegypti* mosquitoes were used as sensors to qualitatively detect the presence of citronella essential oil in the microcapsules. The analysis of the repellent effect of the microcapsules was accomplished by means of oviposition bioassays of *Aedes aegypti* mosquitoes in the laboratory. The results showed that citronella essential oil microencapsulation occurred in all formulations created and that the microcapsules applied in oviposition assays showed deterrent activity against *Aedes aegypti* mosquitoes.

Keywords: Carnauba Wax. Citronella Essential Oil. Design and Technology. *Aedes aegypti* Mosquito. Transdisciplinarity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema de pesquisa.....	26
Figura 2 – Seleção de materiais para o Design	27
Figura 3 – Representação de uma microcápsula.....	29
Figura 4 – Tipos de microcápsula considerando morfologia e tamanho	31
Figura 5 – Sistema de encapsulação.....	32
Figura 6 – O que é possível encapsular	33
Figura 7 – Opções de aplicação das microcápsulas.....	34
Figura 8 – Cera de carnaúba	37
Figura 9 – Bandas de absorção características da cera de carnaúba	38
Figura 10 – Sistema de encapsulação por emulsificação	42
Figura 11 – Microcápsulas de cera, sistema matricial.....	43
Figura 12 – Número de pessoas mortas por outros animais no mundo, no ano de 2016	47
Figura 13 – Mosquitos da espécie <i>Aedes aegypti</i>	49
Figura 14 – Ciclo gonotrófico do mosquito <i>Aedes aegypti</i>	50
Figura 15 – Comportamentos dos mosquitos guiados pelo olfato	51
Figura 16 – Respostas comportamentais de mosquitos em locais de oviposição	52
Figura 17 – Ensaio de oviposição de mosquitos <i>Aedes albopictus</i> em gaiola de bioensaio.....	54
Figura 18 – Exemplo de ensaio de oviposição - mosquito <i>Anopheles coluzzii</i> , análise de repelência de material.....	54
Figura 19 – Estudo da repelência do óleo essencial da <i>Eugenia uniflora</i> frente ao mosquito <i>Aedes aegypti</i>	55
Figura 20 – Resumo gráfico do estudo	56
Figura 21 – Fluxograma dos processos e ensaios.....	57
Figura 22 – Técnica de emulsificação	59
Figura 23 – Preparação das amostras para a análise de cromatografia	66
Figura 24 – Análise volatilização do óleo essencial de citronela.....	67
Figura 25 – Célula de volatilização.....	68
Figura 26 – Componentes célula de volatilização	68

Figura 27 – Estrutura do invento, com parte inferior para acoplamento em sistema de rosca.....	70
Figura 28 – Peça acoplada ao recipiente de oviposição	70
Figura 29 – Recipientes de oviposição, distribuição dos tratamentos.....	71
Figura 30 – Gaiolas, teste com chance de escolha	72
Figura 31 – Testes com chance de escolha.....	73
Figura 32 – Gaiola, teste sem chance de escolha.....	74
Figura 33 – Testes sem chance de escolha.....	75
Figura 34 – Microcápsulas acondicionadas em vidros de cromatografia	76
Figura 35 – Colorímetro - coloração das microcápsulas nas diferentes formulações .	78
Figura 36 – Imagens microcápsulas estéreo microscópio	80
Figura 37 – MEV das microcápsulas MC_01 a MC_04 com dois dias de obtenção	81
Figura 38 - MEV das microcápsulas MC_01 a MC_04 com 60 dias de obtenção, peneiradas (150 µm).....	82
Figura 39 – MEV das microcápsulas MC_05 a MC_08 com dois dias de obtenção	83
Figura 40 – MEV das microcápsulas MC_05 a MC_08 com 60 dias de obtenção, peneiradas (150 µm).....	84
Figura 41 – MEV de microcápsulas.....	85
Figura 42 – MEV MC_08 e MP	86
Figura 43 – Cera de carnaúba e óleo essencial de citronela , região de absorção de 4000 a 650 cm ⁻¹	86
Figura 44 – FTIR - região de absorção de 4000 a 650 cm ⁻¹	88
Figura 45 – Detalhes FTIR das amostras	89
Figura 46 – FTIR – Cera de carnaúba (controle), (a) picos de absorção A - 2916 cm ⁻¹ e B - 2848.32 cm ⁻¹ , (b) picos de absorção C - 1735.03 cm ⁻¹	90
Figura 47 – FTIR – região de absorção de 4000 a 650 cm ⁻¹ , amostras MC_08, MP e CC	92
Figura 48 – FTIR – região de absorção de 1800 a 650 cm ⁻¹ , amostras MC_08, MP e CC	92
Figura 49 – FTIR – região de absorção de 4000 a 650 cm ⁻¹ , amostras MC_08 e MC_08 60 dias.....	93
Figura 50 – TGA – CC e OEC	94

Figura 51 – TGA das microcápsulas – amostras MC_01 a MC_08.....	95
Figura 52 – TGA das micropartículas (MP) e das microcápsulas MC_08.	97
Figura 53 – TGA – microcápsulas MC_08 e microcápsulas MC_08 (60 dias)	98
Figura 54 – DSC – CC e OEC.....	99
Figura 55 – DSC (a) da cera de carnaúba e do óleo essencial de citronela e (b) das microcápsulas – amostras MC_01 a MC_08.....	99
Figura 56 – DSC – cera de carnaúba (CC), micropartículas (MP) e microcápsulas (MC_08)	101
Figura 57 – DSC – microcápsulas MC_08 e microcápsulas MC_08 (60 dias).....	102
Figura 58 – CG-MS do óleo essencial de citronela microcápsulas MC_08 e MC_08 (60 dias).....	103
Figura 59 – Análise de volatilização do OEC - Célula de volatilização	104
Figura 60 – FTIR – análise de volatilização do OEC.....	105
Figura 61 – Fotografias – papéis filtros MP e MC_08.....	107
Figura 62 – Ovos mosquitos – lupa.....	108
Figura 63 – Ovos mosquitos – MEV	108
Figura 64 – Experimento 01: gráfico de preferência de oviposição com chance de escolha, controle (sem tratamento) e micropartículas	109
Figura 65 – Experimento 02: gráfico de preferência de oviposição com chance de escolha, micropartículas e microcápsulas	110
Figura 66 – Experimento 03: gráfico de oviposição com chance de escolha, controle e microcápsulas	111
Figura 67 – Gráfico de oviposição com chance de escolha, análise mediada triplicata dos três experimentos	112
Figura 68 – Gráfico de oviposição sem chance de escolha, controle, micropartículas e microcápsulas	113
Figura 69 – Gráfico com análise estatística de oviposição sem chance de escolha, controle, micropartículas e microcápsulas.....	114

LISTA DE QUADROS

Quadro 1: – Métodos de microencapsulação	36
Quadro 2 – Estudos sobre micro e nano encapsulação de ativos em cera natural	46
Quadro 3 – Ensaio e caracterizações	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Valores requeridos de EHL para emulsões de óleo em água.....	44
Tabela 2 – Quantificação surfactantes por cálculo de Griffin	60
Tabela 3 – Método processo	61
Tabela 4 – Percepção humana para diferentes valores de ΔE^*_{ab} , de acordo com a Norma DIN 6174 (1979).....	63
Tabela 5 – Coloração das microcápsulas nas diferentes formulações	77
Tabela 6 – Dimensões microcápsulas	79
Tabela 7 – Alongamento de bandas de absorção características dos surfactantes.....	91
Tabela 8 – Percentual de perda de massa – TGA	96
Tabela 9 – Temperaturas extrapoladas de início de fusão (Tonset), temperatura de final extrapolado de fusão (Tend), temperatura de transição vítrea (Tg), entalpia de fusão e percentual de cristalinidade das amostras	100
Tabela 10 – DSC – CC, MP e MC_08.....	101
Tabela 11 – DSC – MC_08 e MC_08 (60 dias).....	102
Tabela 12 – GC-MS do OEC, MC_08 e MC_08 (60 dias)	103
Tabela 13 – Contagem dos ovos, ensaios com chance de escolha	109
Tabela 14 – Contagem dos ovos, ensaios com chance de escolha	113

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação (1) Erro! Indicador não definido.

Equação (2) Erro! Indicador não definido.

LISTA DE ABREVIATURAS

ATR	Reflectância Total Atenuada
ABS	Acrilonitrila Butadieno Estireno
CC	Cera de Carnaúba
CIELAB	Sistema de Identificação de Cores
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
EHL	Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo
EM	Estéreo Microscópio
EU	União Europeia
FDA	U.S Food and Drug Administration
FTIR	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier
ICBS	Instituto de Ciências Básicas da Saúde
LDSM	Laboratório de Seleção de Materiais
MC	Microcápsulas
MC_01	Microcápsulas, amostra 01
MC_02	Microcápsulas, amostra 02
MC_03	Microcápsulas, amostra 03
MC_04	Microcápsulas, amostra 04
MC_05	Microcápsulas, amostra 05
MC_06	Microcápsulas, amostra 06
MC_07	Microcápsulas, amostra 07
MC_08	Microcápsulas, amostra 08
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MP	Micropartícula
OMC	Organização Mundial do Comércio
OE	Óleo Essencial
OEC	Óleo Essencial de Citronela
TGA	Análise de Termogravimetria
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
1.1 PROBLEMA	21
1.2 OBJETIVOS.....	21
1.2.1 Objetivo Geral.....	21
1.2.2 Objetivos Específicos	22
1.3 JUSTIFICATIVA.....	22
1.4 ESTRUTURA DA TESE.....	25
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	27
2.1 MATERIAIS, DESIGN E SUSTENTABILIDADE	27
2.2 MICROCÁPSULAS	29
2.2.1 Classificação das microcápsulas	30
2.2.2 Seleção de materiais para fabricação de microcápsulas.....	31
2.2.3 O que é possível encapsular e onde aplicar?.....	33
2.2.4 Técnicas de microencapsulação	35
2.3 MATERIAIS NATURAIS PARA MICROENCAPSULAÇÃO	37
2.3.1 Cera de carnaúba (material de casca)	37
2.3.2 Óleos essenciais (material de núcleo)	39
2.4 MICROENCAPSULAÇÃO DE ATIVOS EM CERA PELA TÉCNICA DE EMULSIFICAÇÃO	42
2.4.1 Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo das emulsões.....	44
2.4.2 Estudos com microcápsulas de cera de carnaúba	45
2.5 MOSQUITOS.....	47
2.5.1 <i>Aedes aegypti</i>	48
2.5.2 Ensaios de oviposição de mosquitos	53

3 MATERIAIS E MÉTODOS	56
3.1 MATERIAIS	57
3.1.1 Formulação das microcápsulas.....	57
3.1.2 Ensaios de verificação de volatilização.....	58
3.1.3 Ensaios de Oviposição.....	58
3.2 PROCESSO DE MICROENCAPSULAÇÃO COM CERA DE CARNAÚBA.....	59
3.2.1 Formulações.....	60
3.2.2 Emulsificação a quente	61
3.3 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO	62
3.3.1 Colorímetro.....	62
3.3.2 Dimensões	63
3.3.3 Morfologia	64
3.3.4 FTIR	64
3.3.5 TGA.....	64
3.3.6 DSC - Differential scanning calorimetry.....	65
3.3.7 GC-MS cromatografia gasosa-espectrometria de massa	65
3.4 ENSAIO DE VOLATIZAÇÃO.....	67
3.5 APLICAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS – MOSQUITOS COMO SENSORES E ENSAIO DE OVIPOSIÇÃO.....	68
3.5.1 Mosquitos	68
3.5.2 Método para utilização dos mosquitos como sensores de volatilização	69
3.5.3 Experimentos de oviposição	72
3.5.3.1 <i>Teste de múltipla escolha</i>	72
3.5.3.2 <i>Teste sem chance de escolha</i>	74
4 RESULTADOS	76
4.1 MICROCÁPSULAS	76

4.2 COLORIMETRIA	77
4.3 DIMENSÕES.....	79
4.4 MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS.....	79
4.4.1 Morfologia das microcápsulas e micropartículas utilizadas nos bioensaios com mosquitos.....	85
4.5 ANÁLISE QUÍMICA.....	86
4.5.1 FTIR – microcápsulas e micropartículas utilizadas nos bioensaios com mosquitos.....	91
4.5.2 FTIR – microcápsulas MC_08 e MC_08 (60 dias).....	93
4.6 COMPORTAMENTO TÉRMICO – TGA E DSC.....	94
4.6.1 Análise Termogravimétrica – CC, OEC e amostras MC_01 a MC_08	94
4.6.2 Análise Termogravimétrica – amostras utilizadas nos ensaios com mosquitos.....	96
4.6.3 Análise Termogravimétrica – amostra MC_08 e MC_08 (60 dias).....	97
4.6.4 Análise de DSC – CC, OEC e amostras MC_01 a MC_08.....	98
4.6.5 DSC – amostras utilizadas nos ensaios com mosquitos	100
4.6.6 DSC – amostras MC_08 e MC_08 (60 dias)	101
4.7 GC-MS CROMATOGRAFIA GASOSA-ESPECTROMETRIA DE MASSA.....	102
4.8 RESULTADO ENSAIO VOLATILIZAÇÃO – OEC	104
4.9 APLICAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS NOS DISPOSITIVOS – MOSQUITOS COMO SENSORES E ENSAIO DE OVIPOSIÇÃO	106
4.9.1 Resultado dos dispositivos desenvolvidos para os ensaios.....	106
4.9.2 Ensaio oviposição com chance de escolha	108
4.9.2.1 <i>Experimento 01 – Sem tratamento (controle) e micropartículas (MP)</i>	109
4.9.2.2 <i>Experimento 02 – Micropartículas de CC (MP) e microcápsulas (MC_08)</i>	110

4.9.2.3 Experimento 02 – Sem tratamento (controle) e microcápsulas (MC_08)	111
4.9.3 Teste sem chance escolha	112
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	115
5.1 CONCLUSÃO	115
5.2 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	116
REFERÊNCIAS	118
APÊNDICE A – sistema de detecção de volatilização	138
APÊNDICE B – Gaiolas de bioensaio	140
APÊNDICE C – certificado de desenho industrial BR 302021003982-6	141

1 INTRODUÇÃO

O interesse na modificação de materiais foi o ponto de partida desta pesquisa. Com o objetivo de prolongar o efeito repelente do óleo essencial de citronela em cera de carnaúba foram utilizadas microcápsulas naturais, com casca de cera de carnaúba e núcleo em óleos essenciais para uso em produtos de Design – no caso desta pesquisa, o óleo essencial de citronela.

A microencapsulação de ativos para melhoria ou modificação de propriedades e características de materiais já é bem conhecida. Estudos contemplando microencapsulação com diferentes materiais de núcleo são realizados no Laboratório de Design e Seleção de Materiais (LDSM) da UFRGS, desde o ano de 2007. Em grande parte, utilizando como invólucro materiais poliméricos e cerâmicos. Esta Tese visa contribuir com as pesquisas em encapsulamento de ativos utilizando materiais naturais para casca e núcleo.

Microcápsulas poliméricas, em algumas situações, ainda são funcionalmente insubstituíveis, porém, após realizarem com sucesso a função para a qual foram projetadas, acabam retornando ao ambiente. O que pode vir a acarretar um acúmulo de microcápsulas e micropartículas no ambiente, principalmente em rios e mares, vindo a servir como alimento para peixes e crustáceos, poluindo e apresentando nocividade ao meio.

Assim, modificar materiais, melhorar suas propriedades ou acrescentar funcionalidades para melhoria de desempenho em produtos de Design pode trazer inúmeros benefícios ao mercado de produção e consumo, bem como pode interferir no ambiente. Nesse contexto, o uso das microcápsulas desenvolvidas com materiais renováveis, biodegradáveis e biocompatíveis para modificação de materiais para uso em Design, além de proporcionar novos usos para as microcápsulas com casca em ceras naturais, contribui para uma interferência positiva junto ao meio ambiente, haja vista se tratar de uma microcápsula degradável, composta de materiais naturais.

As microcápsulas com casca em cera natural já estão presentes e fazem parte da vida diária e, em muitos casos, sem nosso conhecimento direto como, por exemplo, em alimentos processados, nos quais são usadas para manter aroma ou sabor. Em cosméticos, as microcápsulas são usadas para liberação controlada de vitaminas; em medicamentos, como carregadores de princípios ativos.

A relevância das pesquisas com o enfoque no ajuste da síntese de microcápsulas com cera de carnaúba como proteção de ativos para aplicação em produtos de Design dá-se quanto à função, estrutura, morfologia, alteração de cor, dimensões e eficiência de encapsulação.

O óleo essencial de citronela é um óleo natural com propriedades repelentes a mosquitos, conhecidas quando utilizado para este fim. Porém sua alta volatilidade restringe seu uso, principalmente em locais ao ar livre. Dessa forma, encapsular o óleo essencial de citronela pode trazer benefícios com relação à expansão do seu tempo de ação.

É sabido que insetos são vetores de doenças que acarretam problemas em todo o mundo, pesquisas constantes buscam meios de controle para frear transmissões de doenças, principalmente por vetores como o mosquito da espécie *Aedes aegypti*.

Nesse cenário, a aplicação das microcápsulas de cera de carnaúba com óleo essencial de citronela, em ensaios de oviposição com fêmeas de mosquitos da espécie *Aedes aegypti*, contribui não somente para verificar a eficiência da microencapsulação do óleo na cera, mas, também, identificar como a microcápsula desenvolvida pode contribuir no controle a esse mosquito que tem capacidade de hospedar e transmitir vários arbovírus causadores de doenças graves como: Dengue, Febre amarela, Chikungunya e Zika.

1.1 PROBLEMA

É possível microencapsular óleo essencial de citronela usando cera de carnaúba como material de casca visando prolongar o efeito repelente desse óleo?

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

Microencapsular óleo essencial de citronela em cera de carnaúba para prolongar o efeito repelente desse óleo.

1.2.2 Objetivos Específicos

Para contemplar o objetivo geral, os seguintes objetivos específicos foram estabelecidos:

- Desenvolver uma formulação para obtenção de microcápsulas, utilizando a cera de carnaúba como membrana de proteção (casca) e óleo essencial de citronela como ativo (núcleo);
- Verificar a estrutura e o desempenho das microcápsulas de carnaúba carregadas com o óleo essencial de citronela, por meio de caracterização de materiais;
- Desenvolver um método para análise das microcápsulas utilizando os mosquitos como sensores e verificar de maneira qualitativa a liberação do óleo essencial de citronela da microcápsula;
- Avaliar a eficiência das microcápsulas quanto ao efeito repelente do óleo essencial de citronela em ensaios de oviposição de mosquitos *Aedes aegypti*.

1.3 JUSTIFICATIVA

Inúmeras são as preocupações em relação ao desenvolvimento de produtos quanto ao uso de matérias que interfiram menos no ambiente, mas que supram as necessidades a que foram projetados.

O uso de microcápsulas em Design de Produtos é de grande importância, pois por esse meio é possível agregar novas funções a diversos produtos. O uso de microcápsulas em cosméticos e medicamentos prolonga a utilização dos fármacos, bem como em diferentes produtos que podem ter seu uso ampliado com funções termocrômicas, fotocrômicas, aromáticas, hidratantes, proteção solar, inseticidas ou repelentes.

Nos últimos anos, diversos foram os estudos no PGDesign/UFRGS e no PP-GEM/UFRGS abordando a temática: Rossi (2012) concluiu o “Estudo de aplicações e testes de durabilidade de microcápsulas em tecidos”. No mesmo ano, Marcuzzo (2012) apresentou sua pesquisa “Obtenção, caracterização e aplicação de microcápsulas em espumas de poliuretano visando o conforto térmico para potencial uso na tecnologia assistiva”. Dalla Costa (2013) verificou a possibilidade de inserção de microcápsulas poliméricas e cerâmicas no processo de impressão a jato de tinta líquida por sistema termoelétrico. Raffainer (2015)

defendeu sua tese intitulada “Design e Seleção de Materiais no Micro e Nano Encapsulamento de óleo Essencial de *Lavandula angustifolia* para Aplicação em Madeira”. Soares (2018) analisou a funcionalidade de filamentos de ABS (Acrilonitrila Butadieno Estireno) com microcápsulas visando à modelagem por fusão de deposição. Todos estes trabalhos foram desenvolvidos de forma a contribuir para inovação em Design, Materiais e Tecnologia.

Tanto em escala micro quanto em nanométrica, os materiais poliméricos, usados para desenvolvimento de microcápsulas têm interferido de forma nociva no ambiente. Esses materiais, na maioria dos casos, são mais eficientes em aspectos funcionais, porém nocivos ao ambiente após seu descarte, como no caso dos microplásticos que têm sua nocividade aos ambientes marinhos demonstrada em diversos estudos.

Desde o ano de 2004, cientistas publicam evidências sobre microplásticos e as alterações ocasionadas por esses em ambientes aquáticos. Os microplásticos intencionalmente adicionados a produtos, em particular aos produtos de enxágue, são geralmente descartados em fluxos de águas residuais e em águas superficiais. Nesse contexto, restrições para a aplicação de microplásticos em produtos estão sendo adotadas por alguns países e se aplicam a diferentes categorias de produtos, sendo a maioria das propostas baseadas na lei *The Microbead-Free Waters* dos EUA de 2015 (KENTIN e KAARTO, 2018).

A Coréia do Sul, em 2015, foi o primeiro país a notificar a OMC (Organização Mundial do Comércio) sobre sua proposta de proibição de microesferas em produtos cosméticos. Já o Canadá, no mesmo ano, notificou a OMC com relação às propostas *Microbeads* em regulamentos de higiene pessoal – cobrindo produtos para limpeza ou higiene, a proibição canadense coloca as microesferas na lista de substâncias tóxicas do *Canadian Environmental Protection Act, 1999*,¹⁸.

A França foi o primeiro Estado-Membro da EU (União Européia) a adotar a proibição da venda de produtos cosméticos de enxágue para esfoliação ou limpeza que contêm partículas de plástico sólidas, contudo a proibição exclui partículas de origem natural – desde que não sejam persistentes e que não afetem a cadeia alimentar. Países como Suécia, Bélgica, Nova Zelândia, EUA, Itália, entre outros aderiram à proibição do uso de microplásticos em produtos cosméticos e, em muitos casos, estendem a proibição aos produtos de limpeza, bem como a outras categorias de produtos (KENTIN e KAARTO, 2018).

Empresas brasileiras de higiene pessoal, perfumaria e cosméticos também assumiram o compromisso voluntário de substituir o uso de micropartículas plásticas sólidas inso-

lúveis (MPSIs) por outros ingredientes com função semelhante, mas biodegradáveis, em produtos enxaguáveis (MARCONDES, 2019).

Microcápsulas em produtos agregam valor e funções, porém, o uso de materiais poliméricos sintéticos pode, em algum momento, ocasionar problemas ao ambiente. Materiais naturais, biodegradáveis, biocompatíveis e renováveis são uma opção para o desenvolvimento de microcápsulas sustentáveis que trarão benefícios não só para o Design e usuários, mas para o ambiente.

Prolongar a atividade de um óleo essencial por meio de encapsulação utilizando materiais naturais pode ser um dos meios para controle de mosquitos vetores de doenças graves como: Dengue, Febre amarela, Chikungunya e Zika. Em tempos atuais, os mosquitos são os insetos responsáveis pela maior mortalidade anual de seres humanos (RITCHIE; ROSER, 2018).

No Brasil, dados do último Boletim Epidemiológico (divulgado pelo Ministério da Saúde) apontam que o país registrou 504 mortes por dengue até o início de junho 2022, e o InfoDengue, da Fiocruz, contabilizou mais de 700 mil casos de dengue no mesmo período, superando o total de casos da doença em todo o ano de 2021. Pesquisadores da Fiocruz alertam que esse grande aumento no número de casos de dengue no país já configura surto da doença em todo território nacional (SCHINCARIOL, 2022).

Os mosquitos, em visões generalistas, são retratados como seres nocivos ao homem e a alguns animais. Entretanto, em uma revisão de literatura, Dixon e Vondra (2022) apresentam esses insetos com a percepção baseada na biônica, em que investigações de seus comportamentos, características anatômicas e composição biológica levaram à criação de diversas tecnologias benéficas para aplicações médicas.

Esta pesquisa traz uma abordagem transdisciplinar, que teve o envolvimento de diferentes áreas do conhecimento, embasada no conceito abordado por Kindlein Junior, Bressan e Palombini (2021) que mostra a importância da integração de áreas distintas em uma perspectiva transdisciplinar para se desenvolver pesquisas inovadoras em Design.

Com a integração de conhecimentos dos diferentes campos de conhecimento (Seleção de Materiais, Química, Eletrônica, Biônica, Parasitologia e Design) foi possível buscar as melhores e possíveis soluções em como desenvolver uma microcápsula natural com efeito repelente, utilizando mosquitos como sensores de volatilização das microcápsulas e aplicando-as em bioensaios para possível controle de mosquitos vetores.

1.4 ESTRUTURA DA TESE

A Tese divide-se em cinco capítulos.

O primeiro capítulo, Introdução, apresenta o planejamento.

O capítulo 2, Fundamentação Teórica, é dividido em cinco seções:

- 1) Materiais, Design e Sustentabilidade;
- 2) Microcápsulas;
- 3) Materiais naturais para microencapsulação;
- 4) Microencapsulação de ativos em cera pela técnica de emulsificação;
- 5) Mosquitos.

O capítulo 3, Materiais e Métodos, é dividido em cinco seções:

- 1) Materiais;
- 2) Processo de microencapsulação;
- 3) Métodos de caracterização;
- 4) Ensaio de volatilização;
- 5) Aplicação das microcápsulas – mosquitos como sensores e ensaio de oviposição.

O capítulo 4, Resultados e Discussão, é estruturado em nove seções:

- 1) Microcápsulas;
- 2) Colorimetria;
- 3) Dimensões;
- 4) Morfologia das microcápsulas;
- 5) Análise química;
- 6) Comportamento térmico;
- 7) Cromatografia gasosa;
- 8) Resultado do ensaio de Volatilização;
- 9) Aplicação das microcápsulas nos dispositivos, mosquitos como sensores e ensaio de oviposição.

O capítulo 5, Considerações Finais, são expostas as conclusões e as possibilidades de trabalhos futuros gerados pela tese. A parte final contempla as referências e os apêndices da pesquisa.

Para o entendimento de todas as etapas da pesquisa, pode ser observada a Figura 1.

Figura 1 – Esquema de pesquisa

DESIGN E TECNOLOGIA: obtenção, caracterização, análise de volatilização e repelência do óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba.

1 – Introdução

- Problema
- Objetivos
- Justificativa
- Estrutura da Tese

2 – Fundamentação Teórica

- Materiais, Design e Sustentabilidade
 - Microcápsulas
- Materiais naturais para microencapsulação
- Microencapsulação de ativos em cera pela técnica de emulsificação
 - Mosquitos

3 – Materiais e Métodos

- Materiais, Design e Sustentabilidade
- Processo de microencapsulação com cera de carnaúba
 - Métodos de caracterização
 - Ensaio de Volatilização
 - Aplicação das microcápsulas

4 – Resultados e Discussão

- Microcápsulas
 - Colorimetria
 - Dimensões
- Morfologia das microcápsulas
- Dimensões das microcápsulas
 - Análise química
 - Comportamento térmico
- Resultado do ensaio de Volatilização
- Aplicação das microcápsulas nos dispositivos, mosquitos como sensores e ensaio de oviposição

5 – Considerações Finais

- Conclusão
- Sugestão para trabalhos futuros

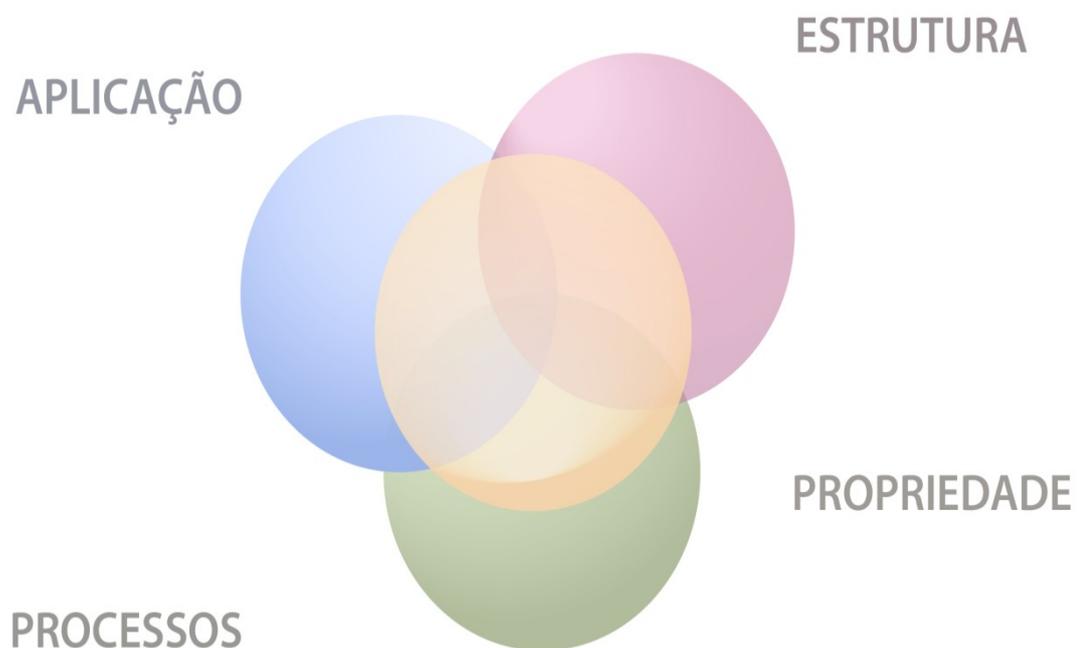
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 MATERIAIS, DESIGN E SUSTENTABILIDADE

Materiais fazem parte de nossa rotina. O nosso entorno é composto por materiais. São eles que dão substância a tudo que tocamos e possuem propriedades distintas a serem exploradas (ASHBY e JOHNSON, 2011).

Para o design, a tarefa de selecionar o material adequado para um produto é criteriosa, pois a preocupação vai além da estética e da funcionalidade. Quando se desenvolve um produto em Design, a seleção dos materiais faz parte de todas as etapas do processo de projeto e fabricação. Além da necessidade de fazer a relação entre Estrutura – Propriedade – Processos de fabricação, é preciso pensar em sua aplicação (WALTER, 2006; CALLISTER, 2013).

Figura 2 – Seleção de materiais para o Design



Fonte: Adaptado de Walter (2006).

Pode ser observado na Figura 2 que a seleção de materiais envolve a interrelação das quatro esferas compostas na imagem. A indicação da melhor aplicação para um material provém das diversas possibilidades desse material tomar forma, por meio de diversos pro-

cessos de fabricação, gerando inúmeras combinações de propriedades devido a alterações de estrutura – e isto em escala de angstrom até a macroestrutura (WALTER, 2006).

Ao fazer a análise e seleção de materiais para um determinado produto, deve-se partir do princípio de que todos os materiais podem ser utilizados. Contudo, para se chegar a um único material é necessária a concretização das etapas de triagem, classificação e documentação. Além disso, é necessário verificar a interação com o meio (ASHBY e JOHNSON, 2011).

Anteriormente à revolução industrial, conjectura-se que o planeta vivia em equilíbrio biológico, pois os materiais não eram sintetizados em grande escala. Os avanços tecnológicos em diferentes áreas (saúde, agricultura, habitação etc.), possibilitaram o crescimento populacional, a industrialização e o crescente consumo, que, por consequência, alterou o equilíbrio natural dos materiais no planeta – modificou e transformou as substâncias do meio, alterando e sintetizando materiais em grandes quantidades que não retornam ao solo de maneira segura, após o descarte (MCDONOUGH e BRAUNGART, 2014).

Materiais modificados impactam no ambiente, sendo que o impacto ambiental de um produto ou de um material pode ocorrer desde a extração das matérias-primas, em sua fabricação, na distribuição, utilização, até seu descarte. A percepção e a integração de considerações ambientais desde o início do processo de desenvolvimento de um produto pode ser uma das maneiras de introduzir mudanças que afetam positivamente a questão ambiental em todos os estágios do seu ciclo de vida (MCDONOUGH e BRAUNGART, 2014).

O uso de micro ou nano tecnologias modificam e inovam produtos e materiais. As intervenções por meio de microcápsulas proporcionam, por exemplo, vestimentas mais leves, hidrofóbicas, com proteção UV, controle de fungos e bactérias (SÁNCHEZ, 2006; ALVAREZ *et al.*, 2017). Porém, percebendo a temática por outro ângulo, estes micro materiais, muitas vezes não perceptíveis a olho nu, retornam ao ambiente como possíveis poluentes.

Em algum momento, todos os produtos e materiais regressam para a natureza (MCDONOUGH e BRAUNGART, 2014), por esse motivo é importante pensar em seleção de matérias quando se trabalha com micro ou nano tecnologias. Porque, além de atender a relação de estrutura, processo, propriedade e aplicação, é possível verificar o impacto e a interferência do retorno destes pequenos materiais ao ambiente.

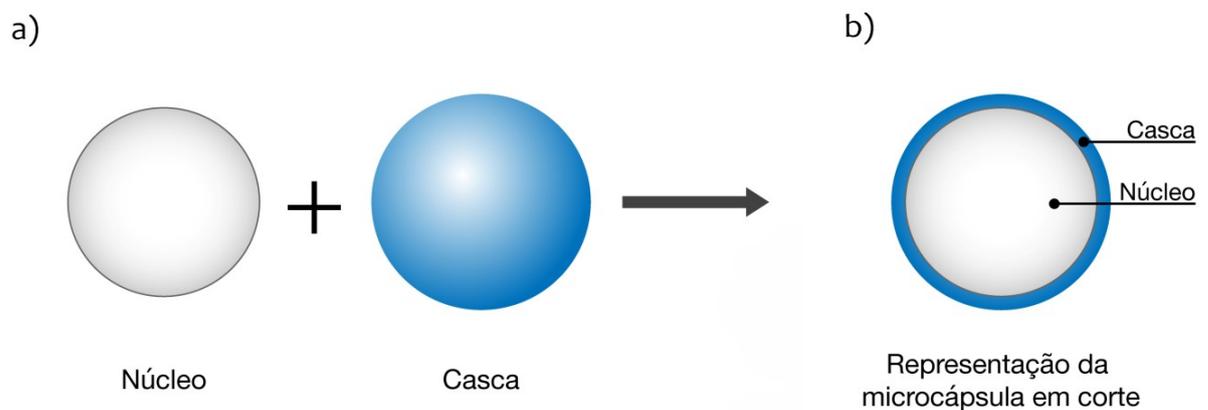
2.2 MICROCÁPSULAS

A partir da observação de sistemas naturais é possível desenvolver microcápsulas para aplicação em produtos com diferentes finalidades. Visto que o encapsulamento de materiais evoluiu a partir do estudo da biônica, da observação da natureza, variando de macroescala à nanoescala, as sementes e os ovos são exemplos de casca com função de proteção de núcleo bem sucedida (GHOSH, 2006).

A microencapsulação é um processo de inclusão de partículas de sólidos (em tamanho micro), gotas de líquidos ou gases em uma casca inerte que isola e protege o núcleo do ambiente externo. Essa tecnologia é usada principalmente para fins de proteção e liberação controlada. Sendo empregada principalmente na indústria de cosméticos, farmacêutica, agrotóxicos e alimentícia. A eficiência dessa tecnologia se resume à correta escolha do material encapsulante, da forma de liberação do núcleo e do método de encapsulamento (GHOSH, 2006; TEIXEIRA *et al.*, 2014; BALOGH, 2011; SÁNCHEZ, 2006).

As microcápsulas são formadas por uma membrana externa que envolve o material ativo que permanece no núcleo da microcápsula – Figura 3 (GHOSH, 2006).

Figura 3 – Representação de uma microcápsula



Fonte: Adaptado de Ghosh (2006), Jamekhorshid, Sadrameli e Fadid (2014) e Cheng *et al.* (2016).

Embora outras interações na formação da casca, envolvendo ou absorvendo o núcleo, sejam possíveis, observa-se na Figura 3 (a) a composição de uma microcápsula, com núcleo e casca, e a estrutura de uma microcápsula do tipo mononuclear em corte – Figura 3 (b).

O núcleo é um ingrediente ativo, substância que pode estar em uma forma sólida, líquida ou gasosa. Também se refere ao conteúdo principal, fases internas, encapsulamento, cargas úteis ou preenchimentos. Materiais sensíveis ao meio, como óleos, vitaminas, corantes, compostos fenólicos ou bactérias probióticas, são encapsulados para a preservação desses compostos ou controle de uso (ÖZBEK e ERGÖNÜL, 2017; RADÜNZ *et al.*, 2018).

A casca (parede, fase externa, membrana ou matriz) de uma microcápsula, que é o revestimento (material) que envolve os ingredientes ativos, pode ser um polímero natural, semissintético ou sintético, lipídios, materiais inorgânicos e outros materiais (SK e WANE, 2013; CHENG *et al.*, 2016).

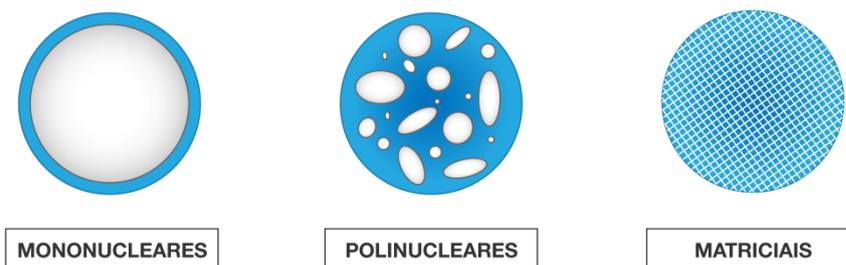
A microencapsulação de materiais é utilizada para garantir que o material encapsulado atinja sua função sem ser afetado adversamente pelo meio em que está inserido. Entre as principais razões para o encapsulamento estão: a separação de componentes incompatíveis, a conversão de líquidos para sólidos de fluxo livre, maior estabilidade (proteção dos materiais encapsulados contra oxidação ou desativação devido à reação no ambiente), mascaramento de odor, sabor e atividade de materiais encapsulados, liberação controlada de compostos ativos (liberação prolongada ou retardada) e a liberação direcionada de materiais encapsulados (DUBEY; SHAMI e BHASKER RAO, 2009).

2.2.1 Classificação das microcápsulas

As microcápsulas podem ser classificadas com base em tamanho ou morfologia. Estas partículas podem ter tamanhos diferentes, normalmente entre um intervalo de 1 a 100 μm , e a membrana com espessura de 0,5 a 50 μm . Algumas microcápsulas cujo diâmetro é na faixa nanométrica são referidas como nanocápsulas para enfatizar seu tamanho menor (GHOSH, 2006; DUBEY, SHAMI e BHASKER RAO, 2009).

A morfologia das microcápsulas depende principalmente do material do núcleo e do processo de deposição da casca. Podem ter formas regulares ou irregulares e, com base em sua morfologia, são classificadas como tipos mononucleares, polinucleares e matriciais – Figura 4 (GHOSH, 2006; DUBEY, SHAMI e BHASKER RAO, 2009; KRISHNA SAILAJA, 2015; PRAJAPATI, PATEL e DHARAMSI, 2017).

Figura 4 – Tipos de microcápsula considerando morfologia e tamanho



Fonte: Adaptado de Ghosh (2006), Dubey, Shamy Hami e Bhasker Rao (2009), Krishna, Sailaja e Jyothika (2015), Prajapati, Patel e Dharamsi (2017).

Como pode ser observado na Figura 4, as microcápsulas mononucleares têm um único núcleo (câmara) dentro da cápsula, já as microcápsulas polinucleares têm um número de diferentes tamanhos de câmaras dentro da cápsula, enquanto a micropartícula do tipo matricial tem os ingredientes ativos integrados dentro da matriz do material da cápsula distribuídos de forma homogênea (GHOSH, 2006; DUBEY, SHAMI e BHASKER RAO, 2009; KRISHNA SAILAJA, 2015; PRAJAPATI, PATEL e DHARAMSI, 2017).

Estudos realizados por Milanovic *et al.* (2017) indicam que a cera de carnaúba é um material atrativo para uso como matriz para o encapsulamento de aromas e óleos naturais. Para uso como material de casca em microcápsulas, a cera de carnaúba é menos viscosa que outras ceras e, portanto, é mais fácil de manipular durante o processamento da cápsula (MILANOVIC *et al.*, 2010). É considerada uma matriz lipofílica, contém 5% de resina – o que quase não permitem que a água penetre nos poros da estrutura lipídica, com isso promove a liberação lenta do ativo encapsulado (KHERADMANDNIA *et al.*, 2010).

2.2.2 Seleção de materiais para fabricação de microcápsulas

Na seleção de materiais para fabricação de microcápsulas é necessário fazer a relação entre estrutura, propriedade, processos e aplicação (WALTER, 2006), pois a seleção da técnica de encapsulamento e do material da casca, da estabilidade física e química do núcleo, a concentração, do tamanho requerido das partículas, do mecanismo de liberação e dos custos de fabricação, depende da aplicação final do produto (ALVAREZ *et al.*, 2017).

Contudo, a morfologia da estrutura de uma micropartícula depende da seleção de materiais, dos materiais da casca e do princípio ativo, dos métodos (técnicas) de microencapsulação utilizados, da função necessária e da sua aplicação, como mostra a Figura 5.

Figura 5 – Sistema de encapsulação



Fonte: Adaptado de Walter (2006) e Alvarez *et al.* (2017).

Para desenvolver uma microcápsula é necessário relacionar a seleção da técnica de encapsulamento, o material da casca (que depende da aplicação final do produto), o material ativo, considerar a capacidade física e estabilidade química, concentração, tamanho de partícula necessário e o mecanismo de liberação (CASANOVA e SANTOS, 2011; ALVAREZ *et al.*, 2017).

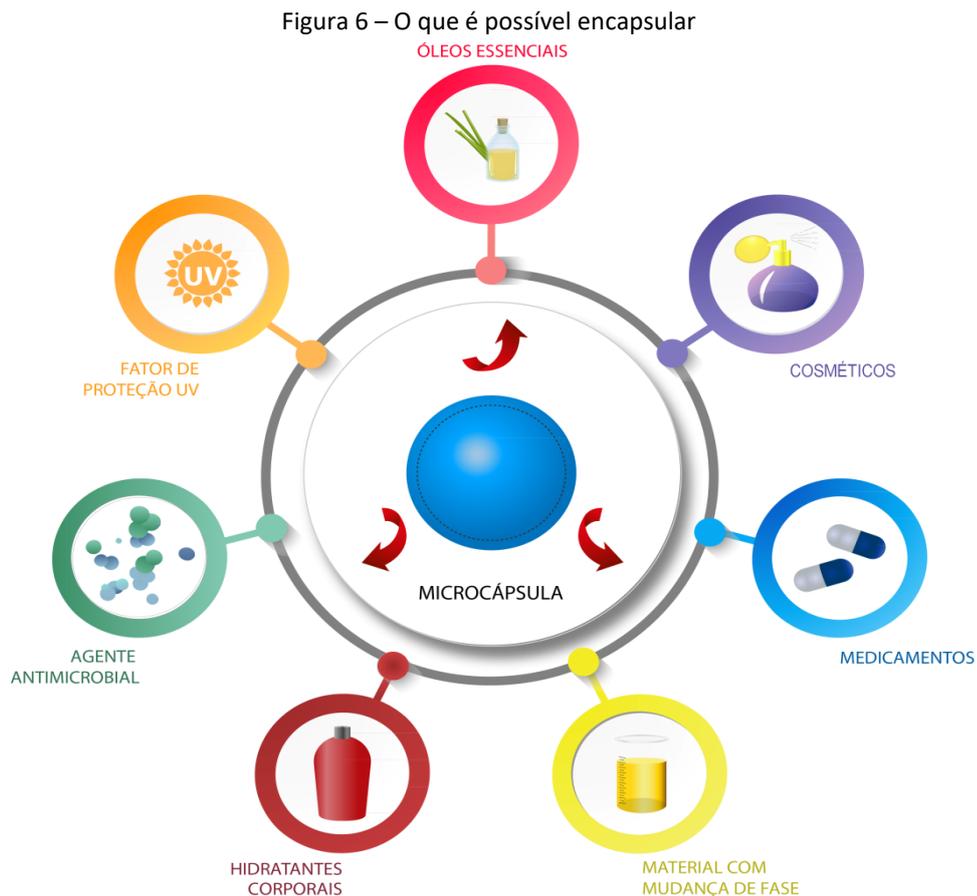
Em resumo, a eficiência da microencapsulação está diretamente ligada ao que se quer encapsular, qual material é melhor para a casca, qual a função que queremos dar para a microcápsula e qual a técnica adequada.

A tecnologia associada à modificação da liberação de ingredientes ativos é ampla em vários setores industriais. Entre as inovações, os sistemas matriciais de polímeros naturais e sintéticos são amplamente aplicados com a vantagem de micro ou nanopartículas com liberação controlada e/ou substância prolongada incorporada a eles (ÁVILA *et al.*, 2017).

O desenvolvimento da microencapsulação teve início com a preparação de cápsulas contendo corantes que, incorporadas ao papel, substituíram o papel de carbono. Atualmente, a microencapsulação é aplicada em diferentes áreas e com usos distintos.

2.2.3 O que é possível encapsular e onde aplicar?

A microencapsulação é uma técnica usada para controlar as propriedades de liberação de ingredientes ativos e prolongar sua funcionalidade (ALVAREZ *et al.*, 2017). Na Figura 6 é possível visualizar materiais que quando encapsulados melhoram sua funcionalidade e/ou agregam funções ao serem aplicados em outros materiais ou produtos.



Fonte : Adaptado de Alvarez *et al.* (2017).

A tecnologia de microencapsulação é amplamente utilizada em diversos setores, especialmente alimentício e farmacêutico, pois pode aumentar a solubilidade, melhorar a estabilidade e aperfeiçoar as propriedades de liberação controlada de compostos como óleos essenciais, antioxidantes, enzimas, drogas. Os setores mencionados abaixo são alguns dos mais comuns quanto ao uso de microcápsulas (PEANPARKDEE, IWAMOTO e YAMAUCHI, 2016; PRAJAPATI, PATEL e DHARAMSI, 2017):

- No setor alimentício, as microcápsulas são utilizadas para melhorar o valor nutricional de um alimento ou proteger um ativo (sabor, cor, textura e aroma), em bebidas, assados, carnes e laticínios;

- No setor farmacêutico, uma das principais aplicações da técnica farmacêutica/biomédica para liberação controlada de medicamentos encapsulados, utilizados em remédios e cosméticos;
- No setor agrícola, as microcápsulas são utilizadas como proteção de culturas, aplicadas em inseticidas e fertilizantes;
- No setor têxtil, a microencapsulação aplicada em tecidos pode ser usada na aplicação de fragrâncias, substâncias amaciantes da pele, materiais de mudança de fase (que auxiliam na termorregulação do corpo), agentes antimicrobianos e sistemas de liberação de drogas, entre outros (ALVAREZ *et al.*, 2017).

O uso da microencapsulação de óleos essenciais e substâncias cosméticas em têxteis trouxe aplicações inovadoras para os tecidos com diferentes funções como: repelência a insetos, redução de odor, proteção UV, propriedades antimicrobianas e perfumadas (ALVAREZ *et al.*, 2017; PETRULIS e PETRULYTE, 2019).

As aplicações das microcápsulas são cada vez mais versáteis, podendo ser encontradas e usadas em diferentes áreas – Figura 7 (DUBEY, SHAMI e BHASKER RAO, 2009).

Figura 7 – Opções de aplicação das microcápsulas



Fonte: Adaptado de Dubey, Shami e Bhasker Rao (2009) e Sk e Wane (2013).

O uso de microcápsulas em produtos de Design é um assunto atual e traz benefícios significativos para a área. A inserção de microcápsulas na composição de materiais e produtos com o objetivo de melhorar as propriedades de proteção quanto aos efeitos nocivos da radiação UV, por exemplo, permitem o efeito prolongado de fotoproteção quando aplicados em têxteis, sendo eficazes para defesa do organismo contra os efeitos nocivos desses raios. (BALOGH, 2011; SÁNCHEZ, 2006).

O emprego de microcápsulas em tecidos permitiu vários efeitos funcionais, como: tecidos antimicrobianos, tecidos frescos, têxteis fotocromáticos, têxteis termocromáticos, têxteis para segurança, saúde e comunicação, tecidos com proteção contra a radiação ultravioleta e cosméticos têxteis.

De acordo com Cheng *et al.* (2008), desde o ano de 2008, com o desenvolvimento de novas ciências e tecnologias, os materiais têxteis encontraram aplicações no campo da cosmética. Com isso, os denominados cosméticos têxteis são projetados para transferir um ativo encapsulado que em contato com o corpo humano e pele, por exemplo, transfere substâncias para hidratação da pele de modo controlado (CHENG *et al.*, 2016; ALVAREZ *et al.*, 2017).

2.2.4 Técnicas de microencapsulação

A quantidade de técnicas/métodos de microencapsulação registrados é crescente, pois à medida que forem surgindo novos materiais encapsulantes, e novos princípios ativos que requeiram processamentos específicos para o seu encapsulamento, novos métodos serão requeridos.

A escolha do método mais adequado depende do tipo de núcleo, da aplicação da microcápsula, do tamanho das partículas necessárias, das propriedades físicas e químicas do núcleo e da parede, do mecanismo de liberação necessário, da escala de produção e do custo (SUAVE *et al.*, 2006; MENEZES *et al.*, 2014).

Os métodos de microencapsulação são analisados e classificados em três categorias, quais sejam: método físico ou mecânico, físico-químico e químico – Quadro 1 (GHOSH, 2006; JAMEKHORSHID, SADRAMELI e FARID, 2014).

Quadro 1: – Métodos de microencapsulação

Métodos de microencapsulação		
Físico ou Mecânico	Físico-químico	Químico
Secagem refrigerada <i>spray drying</i> <i>Spray cooling</i>	Coacervação ou separação de fases Emulsificação	Inclusão molecular
Pulverização em banho térmico	Pulverização em agente formador de reticulação	Polimerização interfacial
Leito fluidizado	Envolvimento lipossômico	
Extrusão centrífuga com múltiplos orifícios		
Liofilização		

Fonte: Adaptado de Ghosh (2006), Jamekhorshid, Sadrameli e Farid (2014).

Geralmente, a escolha do método de microencapsulação depende da natureza do material de casca/material de núcleo. Assim, a combinação apropriada de materiais de partida e métodos de síntese pode ser escolhida para produzir produtos microencapsulados com uma grande variedade de características composicionais e morfológicas (DUBEY, SHAMI e BHASKER RAO, 2009).

A seleção dentre as técnicas de microencapsulação é altamente dependente das especificações das microcápsulas; o tamanho da cápsula requerido, materiais do núcleo e do invólucro, espessura do invólucro da microcápsula, propriedades térmicas e mecânicas da cápsula etc. Conseqüentemente, o processo deve ser personalizado para proporcionar um resultado satisfatório (JAMEKHORSHID, SADRAMELI e FARID, 2014).

Os principais métodos de encapsulação em cera são: *spray drying*, *spray cooling*, coacervação e emulsificação (GHOSH, 2006; AYUSH, CHHIPA e LALIT, 2018).

Os métodos, *spray drying* e *spray cooling* são métodos físicos. O método *spray drying* é baseado na técnica de bombeamento da solução (o agente do núcleo é disperso em fase aquosa com o agente encapsulante) até o atomizador, onde é aspergida na forma de névoa de gotículas até a câmara de secagem. Já no método *spray cooling*, as condições de processo são as mesmas, porém o agente a encapsular é disperso no agente fundido e não em uma solução (GHOSH, 2006; JAMEKHORSHID, SADRAMELI e FARID, 2014).

A conservação é um método físico-químico de microencapsulação, neste tipo de processo o material do núcleo é disperso na solução de material de revestimento de tal modo que o material do núcleo não se dissolve.

A coacervação ocorre quando há uma alteração no valor de pH da dispersão, que é feita adicionando ácidos, o que causa a diminuição da solubilidade da fase dispersa (material da casca). O material do invólucro forma um revestimento contínuo em torno do núcleo e o invólucro arrefece para endurecer e formar uma microcápsula (GHOSH, 2006; JAMEKHORSHID, SADRAMELI e FARID, 2014).

Na microencapsulação por emulsificação, o núcleo é disperso em um solvente orgânico onde está o material da parede (fase orgânica). Esta fase é emulsionada na água ou no óleo que contém um estabilizador de emulsão. A emulsificação é utilizada para encapsular principalmente enzimas, minerais, vitaminas, óleos sabores e micro-organismos (GHOSH, 2006; JAMEKHORSHID, SADRAMELI e FARID, 2014).

2.3 MATERIAIS NATURAIS PARA MICROENCAPSULAÇÃO

2.3.1 Cera de carnaúba (material de casca)

As ceras naturais são materiais disponíveis no ambiente, de fácil processamento, biocompatíveis, biodegradáveis e ecológicas (SHENDE *et al.*, 2009; DEVI *et al.*, 2022; JUNIOR *et al.*, 2022).

A cera de carnaúba é uma cera vegetal, produzida principalmente pela recuperação mecânica do revestimento das folhas da palmeira *Copernicia cerifera*. É uma cera sólida de alta dureza, com profundidade de penetração de 2 – 8 mm (WIDJIJONO *et al.*, 2009), efeito mate de coloração amarela a marrom (Figura 8), com um ponto de fusão entre 81°C a 85,5 °C, insolúvel em água, ligeiramente solúvel em etanol em ebulição e solúvel em clorofórmio morno.

Figura 8 – Cera de carnaúba



Fonte: A autora (2023).

Existem cinco tipos de cera de carnaúba, Tipo 1, Tipo 2, Tipo 3, Tipo 4 e Tipo 5. Os graus comerciais da cera são atribuídos em razão do tamanho e da idade da folha de onde é extraída. Tipo 1 (Figura 8), T1: cor amarela é obtida das folhas jovens que têm menor tempo de maturação. As ceras do Tipo 2 (cor laranja), Tipo 3 (cor laranja escuro), Tipo 4 (cor marrom) e tipo 5 (cor preta) são originárias das palhas das folhas adultas (DANTAS *et al.*, 2013; JUNIOR *et al.*, 2022).

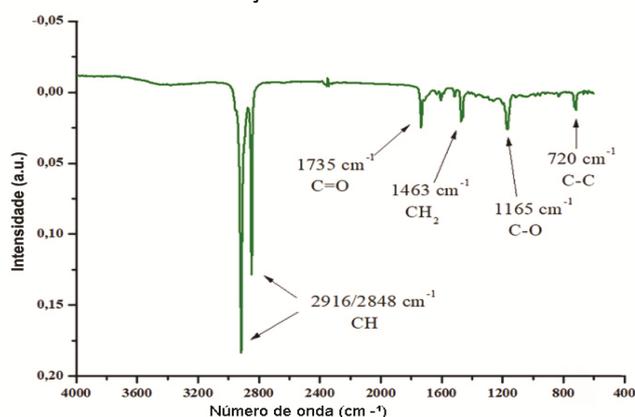
Esta cera possui baixa massa molar (300/550 g/mol), consiste principalmente de uma mistura complexa de ésteres de ácidos e hidroxiácidos, principalmente ésteres alifáticos, ésteres o-hidroxi, ésteres alifáticos p-metoxicinâmicos e diésteres alifáticos p-hidroxi compostos de vários comprimentos de cadeias, em que os álcoois C26 e C32 são os prevalentes, cuja formulação química é $\text{H}_3\text{C}(\text{CH}_2)_{30}\text{COO}(\text{CH}_2)_{33}\text{CH}_3$ (ROWE, SHESKEY e OWEN, 2006; WYPYCH, 2014; HOLLOWAY e JEFFREE, 2016; BLEYAN, SVOBODA e HAUSNEROVA, 2015; FILHO *et al.*, 2017; HARRON *et al.*, 2017; MILANOVIC *et al.*, 2017).

Freitas *et al.* (2016) verificaram que o derivado cinâmico do pó da cera de carnaúba possui alta estabilidade e atividade antioxidante, possui natureza apolar e capacidade de absorção de UV.

A cera de carnaúba é usada em uma variedade de produtos; incluindo cosméticos, polidores industriais, produtos alimentícios e produtos de papel (GOMAA *et al.*, 2010; WYPYCH, 2014; ZHANG *et al.*, 2016; HARRON *et al.*, 2017). O uso da cera de carnaúba relacionado a alimentos é descrito no regulamento 21 CFR 184.1978 da FDA (LAN, 2018).

De acordo com Lozhechnikova *et al.* (2017) e Oliveira *et al.* (2019), em análise de FTIR, a cera de carnaúba apresenta bandas de absorção características de cera natural – Figura 9.

Figura 9 – Bandas de absorção características da cera de carnaúba



Fonte: Adaptado de Oliveira *et al.* (2017).

O espectro de infravermelho da cera de carnaúba – Figura 9, mostra as bandas de absorção características espectrais de ésteres estiramento de carbonila (C = O) a $1735,03\text{ cm}^{-1}$ e C-C(= O)-O estiramento a $1168,53\text{ cm}^{-1}$ (MARIE-FLORENCE *et al.*, 2018), bem como vibração de metileno a 2916 cm^{-1} e $2848,32\text{ cm}^{-1}$ (alongamento). As bandas em $1472,81\text{ cm}^{-1}$ e $1466,95\text{ cm}^{-1}$, $729,56\text{ cm}^{-1}$ e $719,15\text{ cm}^{-1}$ indicam a estrutura semicristalina das ceras (LO-ZHECHNIKOVA *et al.*, 2017; INVERNIZZI *et al.*, 2018).

2.3.2 Óleos essenciais (material de núcleo)

Os óleos naturais e seus componentes estão ganhando o interesse crescente nas indústrias dos setores de alimento, da agricultura, inseticidas, de materiais têxteis, cosmética e a farmacêutica por causa de seu status natural, seguro e por suas propriedades funcionais multidimensionais (LIANG *et al.*, 2015).

Ervas e plantas têm sido usadas em medicamentos e cosméticos há séculos, o seu potencial para tratar diferentes doenças, bem como para adornar e melhorar a aparência da pele, é conhecido. Embora compostos vegetais isolados possuam um alto potencial de utilização, extratos e óleos extraídos de plantas são potencialmente superiores devido à sua composição complexa (KORACÍ e KHAMBHOLJA, 2011; GHAYEMPOUR e MONTAZER, 2016).

De acordo com a *Association Française de Normalisation* (AFNOR, 2018), bem como para a Farmacopeia Europeia (Ph. Eur.), um óleo essencial é claramente definido como um produto manufaturado a partir de matérias-primas de origem vegetal identificadas, obtidas por hidrodestilação e destilação a vapor, processos mecânicos ou por destilação seca.

Os óleos essenciais são os componentes lipofílicos voláteis extraídos das plantas, possuem substâncias bioativas com atividade antioxidante e antimicrobiana, porém são suscetíveis ao meio ambiente (ASBAHANI *et al.*, 2015; RADÜNZ *et al.*, 2018). Devido aos vários processos e aos múltiplos parâmetros envolvidos, os óleos essenciais são complexos, compreendendo centenas de compostos com diversas estruturas e grupos funcionais (DO *et al.*, 2015).

As bandas de absorção características para os óleos essenciais correspondem à química de grupos funcionais de classes de substâncias naturais (SONGKRO *et al.*, 2012), caracterizadas pelos principais picos de absorção em 3415 cm^{-1} (O – H estiramento), $2849,03\text{ cm}^{-1}$ (alongamento aldeídico C – H), $1730,59\text{ cm}^{-1}$ (alongamento C = O), $1605,47\text{ cm}^{-1}$ (O – H bend),

1514,09 cm^{-1} , 1462,72 cm^{-1} , 1376,64 cm^{-1} (deformação do grupo C – O – H) e 1010,62 cm^{-1} (estiramento C – O) (AZIZ *et al.*, 2016). Apresenta também um pico em 825,53 cm^{-1} estiramento de alcenos di ou tri-substituídos (CH), bem como vibração atribuída à presença de grupo CH vinílico aromático a 730,12 cm^{-1} e 719,63 cm^{-1} (TIMUNG *et al.*, 2016). De acordo com estudos realizados por Oliveira, Paula e Paula (2014), as bandas de absorção características de compostos aromáticos em óleos são: 1600, 1580 e 1440 cm^{-1} .

O óleo essencial de melaleuca (*Melaleuca alternifolia*) é um antigo remédio aborígene, conhecido com um eficaz antisséptico, fungicida e germicida. É um componente popular de muitas formulações de filtro solar que aliviam as queimaduras solares, aumentando o fluxo sanguíneo nos capilares (KORAĆ e KHAMBHOLJA, 2011).

Óleo essencial de capim-limão é usado para dar fragrância à formulação, tem propriedades antimicrobianas, antibacterianas e antifúngicas. É um adstringente natural com algumas propriedades antissépticas. A fórmula também contém vitamina E, que ajuda a melhorar a textura da pele e auxilia no tratamento de queimaduras solares (RAGHAVAMMA *et al.*, 2016).

Os óleos essenciais como o de laranja, hortelã, melaleuca, lavanda e citronela, por exemplo, são os componentes lipofílicos voláteis extraídos das plantas, possuem substâncias bioativas com atividade antioxidante e antimicrobiana, porém são suscetíveis ao meio ambiente (RADÜNZ *et al.*, 2018).

O óleo essencial de citronela (OEC), *Cymbopogon nardus*, é um óleo natural, volátil, que apresenta atividade antioxidante e seus principais compostos químicos são os monoterpenos acíclicos: citronelal, geraniol e citronelol (ANDRADE *et al.*, 2012; HAZARIKA *et al.*, 2020; BORGES *et al.*, 2021; SAWADOGO *et al.*, 2022). É um óleo altamente volátil, em estudo de Bezerra *et al.* (2016) a análise de TGA do óleo de citronela indicou que sua perda de massa inicia a cerca de 30 °C e termina em torno de 200 °C. Possui efeito repelente para mosquitos (SPECOS *et al.*, 2010^a; SPECOS *et al.*, 2010^b; HAZARIKA *et al.*, 2022), inseticida no combate a carrapatos (OLIVO *et al.*, 2008; AGNOLIN *et al.*, 2010) e pode ser utilizado como agente antifúngico (NAKAHARA *et al.*, 2003; KRO; DAS e TAYUNG, 2017; MOURÃO *et al.*, 2019), e seguro quanto a manipulação em seres humanos (HAZARIKA *et al.*, 2022).

Como alternativa de controle químico ao mosquito *Aedes aegypti* alguns compostos naturais, como óleos essenciais de plantas, são utilizados como larvicidas, inseticidas e repe-

lentes (SCHALCHER PEREIRA, *et al.*, 2014; ZARA *et al.*, 2016; MAIA *et al.*, 2019; SURESH *et al.*, 2020; NORRIS e BLOOMQUIST *et al.*, 2021).

Óleos essenciais utilizados em insetos possuem ações tóxicas e repelentes, podem ser considerados uma forma de gestão sustentável da resistência aos inseticidas piretróides (GNANKINÉ e BASSOLÉ, 2017).

Estudos de Warikoo, Wahab e Kumar (2011) provaram que o uso do óleo essencial de citronela em água para oviposição causa impactos negativos no comportamento reprodutivo do *Aedes aegypti* demonstrando potencial de dissuasão e ovicida, indicando, assim, que os mosquitos adultos foram sensíveis aos estímulos químicos e ao odor do óleo em questão.

A alta volatilidade dos óleos essenciais pode ser um fator limitante para suas aplicações, principalmente em ambientes e áreas abertas. A microencapsulação de óleos essenciais é uma opção que possibilita proteger e prevenir a perda de ingredientes aromáticos voláteis, controlar a liberação e estabilizar os materiais encapsulados (SOLIMAN *et al.*, 2013; CARVALHO, ESTEVINHO e SANTOS, 2016; GHAYEMPOUR e MONTAZER, 2016; ÖZBEK e ERGÖNÜL, 2017; GNANKINÉ e BASSOLÉ, 2017).

Em revisão de literatura, Atkovska *et al.* (2021) relataram alguns estudos com óleos essenciais como repelente de insetos, dentre eles um que menciona a eficiência de duas horas, aproximadamente, do óleo essencial de citronela como repelente ao mosquito *Aedes aegypti* e aponta a necessidade de se desenvolver um método, ou tecnologias, para prolongar os efeitos de inseticidas e repelentes naturais.

A microencapsulação tem a capacidade de melhorar a estabilidade oxidativa, termoestabilidade, vida útil e atividade biológica dos óleos naturais, devido a apresentarem instabilidade química, por serem instáveis e suscetíveis à deterioração oxidativa e perda de compostos voláteis, especialmente quando expostos ao oxigênio, luz, umidade e calor. Além disso, essa tecnologia pode ser útil no controle da volatilidade e das propriedades de liberação de óleos essenciais (LIANG *et al.*, 2015; GHAYEMPOUR e MONTAZER, 2016).

Os óleos essenciais encapsulados, por apresentarem suas propriedades (biológicas e funcionais) protegidas e preservadas, podem ser aplicados em vários setores (LIANG *et al.*, 2015; GHAYEMPOUR e MONTAZER, 2016).

Da Silva e Ricci-Júnior (2020), em sua pesquisa, retrata que o óleo essencial de citronela é o repelente natural mais utilizado dentre as formulações comerciais como repelente para insetos, bem como os sistemas de liberação prolongada (microcápsulas) descritos na

literatura e patentes, indicando a necessidade de desenvolvimento de novos estudos de sistemas de liberação prolongada contendo óleos essenciais com atividade repelente, produzidos a partir de materiais naturais e biodegradáveis.

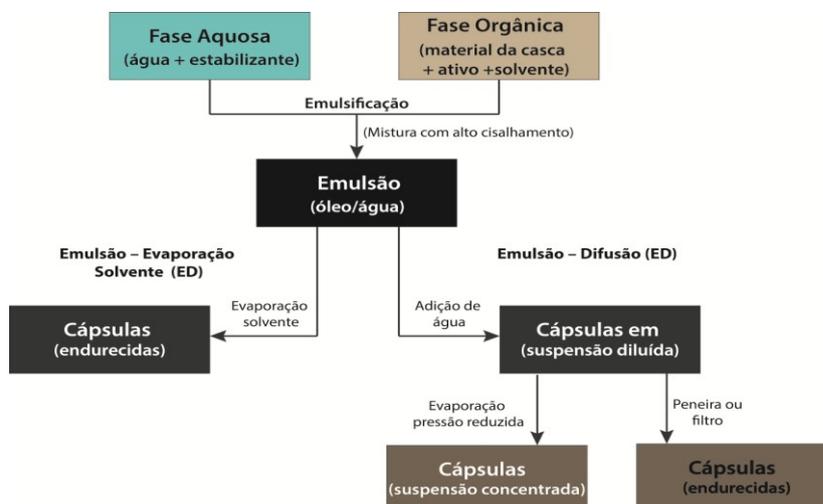
Numerosas são as técnicas usadas para a microencapsulação de óleos naturais, dentre elas estão inclusas: emulsificação, secagem por pulverização, sistema de electrosprays coaxiais, liofilização, coacervação, polimerização *in situ*, revestimento por extrusão, tecnologia de fluido supercrítico e revestimento em leito fluidizado (LIANG *et al.*, 2015).

A secagem por pulverização e a coacervação são as técnicas mais utilizadas para a microencapsulação de óleos, contudo, a técnica de emulsificação é utilizada frequentemente, devido à simplicidade dos procedimentos envolvidos na produção da partícula e à escolha dos componentes, das condições de formulação e preparação (TEIXEIRA *et al.*, 2014; LIANG *et al.*, 2015).

2.4 MICROENCAPSULAÇÃO DE ATIVOS EM CERA PELA TÉCNICA DE EMULSIFICAÇÃO

Na microencapsulação por emulsificação, primeiro o núcleo é disperso em um solvente orgânico onde está o material da parede. Em seguida, a dispersão é emulsionada na água ou no óleo que contém um estabilizador de emulsão, seguida por resfriamento ou por evaporação de solvente sob agitação, proporcionando a formação de glóbulos de materiais compactos nos quais o núcleo é encapsulado, como pode ser observado na Figura 10 (KAKRAN e ANTIPINA, 2014; TEIXEIRA *et al.*, 2014).

Figura 10 – Sistema de encapsulação por emulsificação



Fonte: Adaptado de Kakran e Antipina (2014).

No processo de emulsão por difusão, as microcápsulas formadas são separadas da fase líquida após a solidificação das partículas, por evaporação, peneira ou filtro.

Os sistemas de emulsão são componentes essenciais em microencapsulação para aplicação em alimentos, cosméticos e drogas, aprimorando a biodisponibilidade de compostos ativos hidrofílicos ou lipofílicos dissolvidos na água dispersa ou fase oleosa, respectivamente (PIACENTINI *et al.*, 2016).

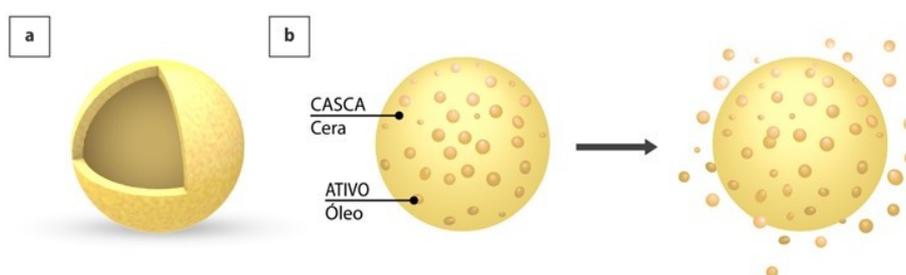
A emulsificação/homogeneização a quente é uma técnica utilizada para a microencapsulação de óleos naturais em ceras, por ser de fácil e simples reprodução (GONZALEZ-MIRA *et al.*, 2010; MILANOVIC *et al.*, 2010; GOWDA *et al.*, 2011). A maioria dos métodos para microencapsular ativos em cera requerem aquecimento para sua produção, a volatilidade dos óleos essenciais pode comprometer a capacidade e eficiência de encapsulamento (GALVÃO *et al.*, 2020).

Misturas de óleo, água e surfactante podem formar uma variedade de diferentes sistemas, dependendo da sua composição e do ambiente (particularmente temperatura). Uma microemulsão de óleo em água é definida como uma dispersão coloidal termodinamicamente estável consistindo em pequenas partículas esféricas (composto por óleo, surfactante e possivelmente co-surfactante) dispersos dentro de um meio aquoso (MCCLEMENTS, 2012).

Sistemas de emulsão são componentes essenciais dos alimentos, cosméticos e drogas que melhoram a biodisponibilidade dos compostos ativos fracamente solúveis em água. Além disso, várias emulsões e dupla emulsão são aplicadas em fabricação de microcápsulas funcionais, sendo usadas para encapsular, carregar e entregar de modo controlado os materiais ativos (KAKRAN e ANTIPINA, 2014).

As microcápsulas formadas por esse sistemas são matriciais. Nas microcápsulas do tipo matriz, preparadas com ceras, a liberação do ativo encapsulado ocorre tanto pelos poros de difusão quanto por erosão (PATEL *et al.*, 2011) – Figura 11.

Figura 11 – Microcápsulas de cera, sistema matricial



Microcápsula tipo matriz, (b) sistema de liberação do ativo por difusão.
Fonte: Adaptado de Pacheco-Torgal *et al.* (2017) e Begum *et al.* (2018).

No sistema tipo matriz, com material encapsulante em cera, o ativo é incorporado na matriz – Figura 11 (a). Sua liberação ocorre de forma lenta, podendo ser por dissolução, erosão ou por difusão. A taxa de liberação do ativo depende da solubilidade e espessura da casca da microcápsula. No caso da cera, por ser insolúvel em água inerte, a liberação do ativo é dada por difusão controlada – Figura 11 (b) (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2017; BEGUM *et al.*, 2018).

2.4.1 Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo das emulsões

Na formulação das microcápsulas, além dos materiais usados como constituintes da matriz e núcleo, são adicionadas também substâncias chamadas de tensoativos ou surfactantes que são adicionados ao sistema por possuírem características hidrofóbicas ou hidrofílicas (ROSEN, 2012).

Para a estabilidade das emulsões no processo de microencapsulação é necessário ter conhecimento do EHL (Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo) dos reagentes que formulam a mistura (ICI AMERICAS INC, 1980).

Para facilitar a seleção de emulsificadores, a ICI Americas Inc, baseada na teoria de Griffin (1949 e 1954), produziu um esquema sistemático de emulsificadores adequados para qualquer aplicação que foi chamado de Sistema EHL (ICI AMERICAS INC, 1980).

O EHL de uma emulsão varia com relação à fonte de material, seus ingredientes, concentração desejada, método de preparação e técnica de fabricação (ICI AMERICAS INC, 1980). No Sistema EHL são atribuídos valores requeridos de EHL para surfactantes, óleos e substâncias semelhantes – Tabela 1.

Tabela 1 – Valores requeridos de EHL para emulsões de óleo em água.

Produtos	EHL
Span 80 (monooleato de Sorbitano)	4,3
Span 60 (Monoestearato de Sorbitano)	4,7
Óleos naturais	5 a 9
Span 40 (Sorbitano Monopalmitato)	6,7
Cera de Carnaúba	12
Tween 80 (Monooleato de polioxietileno sorbitano)	15
Tween 20 (Monolaurato de polioxietileno sorbitano)	16,7

Fonte: Adaptado de ICI AMERICAS INC (1980).

De acordo com Griffin (ICI AMERICAS INC, 1980) é possível determinar o EHL da fase oleosa (F_o) de uma emulsão por meio da seguinte equação, Equação (1):

$$X = F_o1 + F_o2 + \dots \quad (1)$$

$$\%X = \frac{F_o1}{X}$$

$$\%X = \frac{F_o2}{X}$$

$$EHL \text{ de } X = (\%F_o1 \times EHL F_o1) + (\%F_o2 \times EHL F_o2) + \dots$$

Na Equação (1), por meio de cada componente na fase oleosa (F_o1, F_o2, \dots) possível, é determinada a fração decimal de cada componente desta fase ($\%F_o1, \%F_o2, \dots$). O EHL de X é a soma das frações ideais de cada fase multiplicadas pelo EHL de cada fase.

Pelo sistema EHL os surfactantes e emulsificantes a serem empregados devem ter o EHL mais próximo ao da fase oleosa da emulsão pretendida, para isso, pode-se misturar surfactantes utilizando o cálculo proposto por Griffin (ICI AMERICAS INC, 1980), Equação (2):

$$\%(A) = \frac{100 (EHL \text{ de } X - EHL(B))}{EHL (A) - EHL(B)} \quad (2)$$

$$\%(B) = 100 - \%(A)$$

Além da definição do EHL do sistema, o rendimento e as características das microcápsulas e das micropartículas lipídicas sólidas podem ser afetados por outros fatores, como: concentração e tipo de materiais, técnica de microencapsulação, concentração e tipo de surfactante, velocidade de agitação e tempo de agitação (HANIF *et al.*, 2017).

Os materiais comumente usados como membrana para encapsular óleos naturais, pelo processo de emulsificação e por várias técnicas de fusão, são a cera de abelha e a cera de carnaúba. As vantagens das ceras incluem: boa estabilidade em vários níveis de Ph e umidade, aplicação segura para humanos devido a sua natureza sustentável e insolúvel em água (SHAKI *et al.*, 2014).

2.4.2 Estudos com microcápsulas de cera de carnaúba

Nas microcápsulas de cera de carnaúba, diversos são os efeitos e características distintas decorrentes de variáveis no processo de síntese, na técnica de microencapsulação por homogeneização a quente, já conhecidos e estudados (MILANOVIC *et al.*, 2010, 2011, 2017).

Outros estudos de micro e nano encapsulação de cera natural são apresentados no Quadro 2.

Quadro 2 – Estudos sobre micro e nano encapsulação de ativos em cera natural

Título do Trabalho	Referência	Uso microcápsulas
Preparation and characterization of ketoprofen-loaded solid lipid nanoparticles made from beeswax and carnauba wax	(KHERADMANDNIA <i>et al.</i> , 2010)	Medicamentos
Encapsulation of Clozapine into Beeswax Microspheres: Preparation, Characterization and Release Kinetics	(GOWDA <i>et al.</i> , 2011)	Medicamento
Preparation and investigation the release behaviour of wax microspheres loaded with salicylic acid	(GIFANI , 2009)	Medicamentos
Microencapsulation of Flavors in Carnauba Wax	(MILANOVIC <i>et al.</i> , 2010)	Alimentos
Formulation of wax oxybenzone microparticles using a factorial approach	(GOMAA <i>et al.</i> , 2010)	Filtro solar
Melt Solidification Technique: Incorporation of Higher Wax Content in Ibuprofen Beads	(KAMBLE <i>et al.</i> , 2004)	Medicamentos
Sintering of Wax for Controlling Release From Pellets	(SINGH; PODDAR; CHIVATE, 2007)	Medicamentos
Wax encapsulation of water-soluble compounds for application in foods	(MELLEMA <i>et al.</i> , 2006)	Alimento
Optimizing Formulation Variables of KCl Loaded Waxy Microspheres	(SHAKI <i>et al.</i> , 2014)	Cosmético
Blend of natural waxes as a matrix for aroma encapsulation	(MILANOVIC <i>et al.</i> , 2017)	Cosmético
Surfactant-free 46ngustif wax dispersion and its use for layer-by-layer assembled protective surface coatings on wood	(LOZHECHNIKOVA <i>et al.</i> , 2017)	Materiais
Layer-by-layer assembled hydrophobic coatings for cellulose nanofibril films and textiles, made of polylysine and natural wax particles	(FORSMAN <i>et al.</i> , 2017)	Materias Têxteis
Physico-chemical properties and efficacy of silk fibroin fabric coated with different waxes as wound dressing	(KANOKPANONT <i>et al.</i> , 2013)	Medicina - curativos
Toward energy efficiency through an optimized use of 46ngu:The development of natural hydrophobic coatings that retainmoisture-buffering ability	(LOZHECHNIKOVA <i>et al.</i> , 2015)	Materiais - madeira
Design e Seleção de Materiais no Micro e Nano Encapsulamento de Óleo Essencial de Lavandula 46ngustifólia Miller para aplicação em madeira-balsa	(RAFFAINER, 2015)	Design de produto
Produção e caracterização de nanopartículas lipídicas contendo multicomponentes vegetais visando à aplicação em produtos para higiene íntima feminina	(OLIVEIRA, 2017)	Engenharia de Materiais e Farmácia

Fonte: A autora (2023).

É possível verificar, no Quadro 2, que pesquisas de uso das microcápsulas de cera em alimentos, cosméticos e medicação acontecem já há algum tempo, no entanto, as pesquisas que tratam do uso em materiais são recentes.

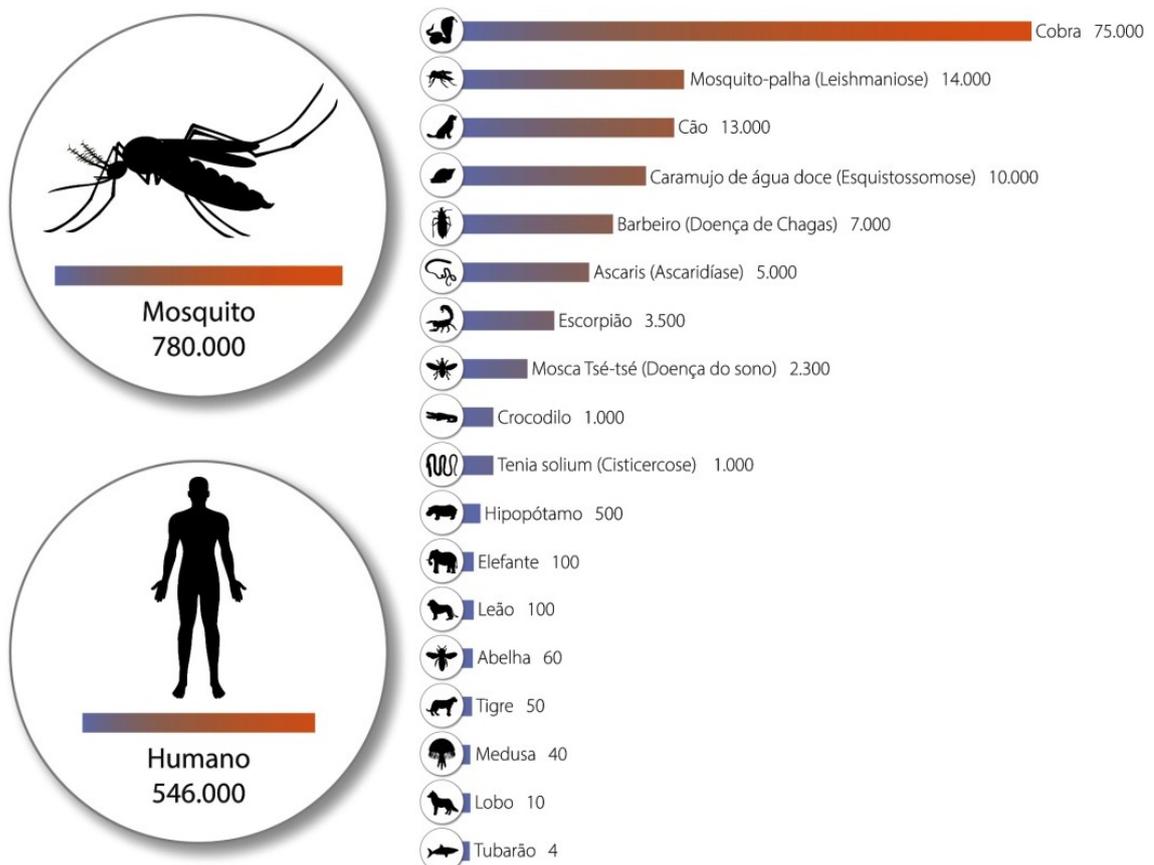
2.5 MOSQUITOS

Mosquito é a denominação genérica para dípteros nematóceros. Especificamente, alguns pertencem à Família *Culicidae*, sendo alados, apresentando pernas e antenas longas, na grande maioria, são hematófagos, e, em suas fases imaturas, são aquáticos (CONSOLI; OLIVEIRA, 1994).

Diferente de outros animais perigosos, os mosquitos são encontrados em quase todas as partes do mundo e em diferentes épocas do ano, o que potencializa o risco causado aos seres humanos. Contudo, é importante ressaltar que das mais de 3.550 espécies de mosquitos conhecidas, apenas cerca de 200 são capazes de transmitir algum patógeno ao homem (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

Em um panorama geral, dados publicados em 2018 retrataram que, em 2016, cerca de 1,5 milhão de pessoas foram mortas por animais, dessas, meio milhão foram mortas por outros humanos e quase um milhão por animais diversos – Figura 12 (RITCHIE; ROSER, 2018).

Figura 12 – Número de pessoas mortas por outros animais no mundo, no ano de 2016



Fonte: Adaptado de Ritchie e Roser (2018).

Como mostra a Figura 12, os mosquitos foram os animais responsáveis por muitas mortes de pessoas em 2016. Cerca de 780.000 pessoas morreram por doenças (Malária, Dengue, Encefalite Japonesa, Febre Amarela, Zika, Chikungunya, Nilo Ocidental e Filariose linfática) transmitidas por estes insetos.

2.5.1 *Aedes aegypti*

O *Aedes aegypti* é uma espécie de mosquito da Família *Culicidae*, Subfamília *Culicinae*, que tem capacidade de hospedar e transmitir vários arbovírus causadores de doenças graves como: Dengue, Febre amarela, Chikungunya e Zika (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

O controle de arboviroses transmitidas por mosquitos se tornou um grande desafio, visto que o mosquito *Aedes aegypti* é uma espécie sinantrópica¹ e antropofílica², sendo totalmente adaptada ao ambiente urbano (BESERRA *et al.*, 2010), (ALONSO *et al.*, 20219).

A primeira ocorrência da espécie de mosquito *Aedes aegypti* foi descrita no Egito, em 1762. No Brasil, a introdução dessa espécie ocorreu no período colonial, entre os séculos XVI e XIX, durante o comércio de escravos (ZARA *et al.*, 2016).

Esse mosquito, por ser uma espécie sinantrópica e antropofílica (BEZERRA *et al.*, 2010), atualmente, está presente em todos os estados do Brasil. O *Aedes aegypti* chegou a ser erradicado do país por duas vezes, entre os anos de 1958 e 1973. Porém, a quiescência³ dos ovos permite a manutenção do ciclo na natureza durante as variações climáticas sazonais, pois a resistência dos ovos desse mosquito chega até 492 dias no seco, eclodindo após contato com a água (ZARA *et al.* 2016).

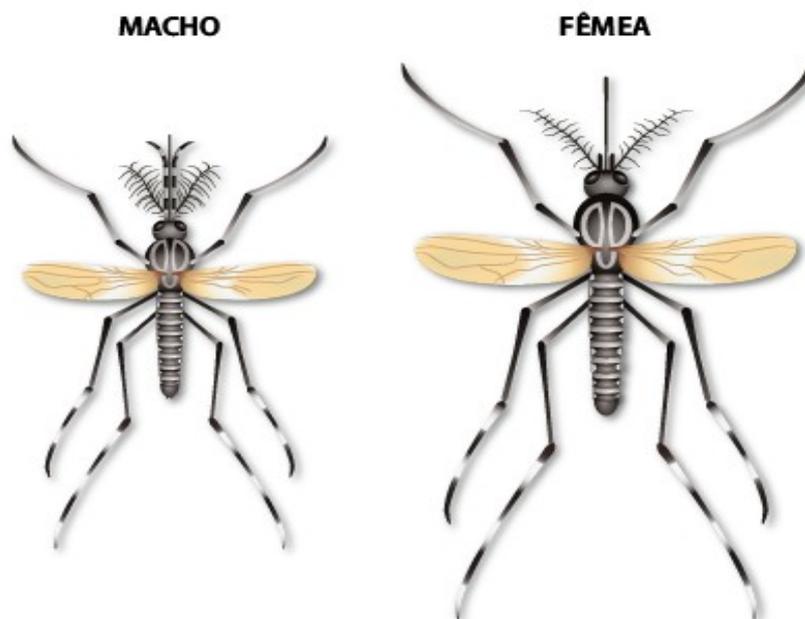
Os mosquitos adultos de *Aedes aegypti* apresentam tórax preto com listras brancas no tronco, na cabeça e nas pernas. Possuem hábitos diurnos, voam a, aproximadamente, 1,5 metros do chão e os horários de maior atividade são no início da manhã e no final da tarde (RAGONHA e NOVAK, 2018).

A estrutura fisiológica da espécie de mosquitos *Aedes aegypti*, entre macho e fêmea, se difere em alguns aspectos como mostra a Figura 13.

¹ Termo usado para se referir às espécies que se adaptaram a viver junto com o ser humano.

² Adjetivo de um ser que parasita ou infecta o ser humano.

³ Estado fisiológico de baixa atividade metabólica caracterizado pelo baixo conteúdo de água nos tecidos.

Figura 13 – Mosquitos da espécie *Aedes aegypti*

Fonte: Adaptado de Lorez; Virginio; Breviglieri, (2018).

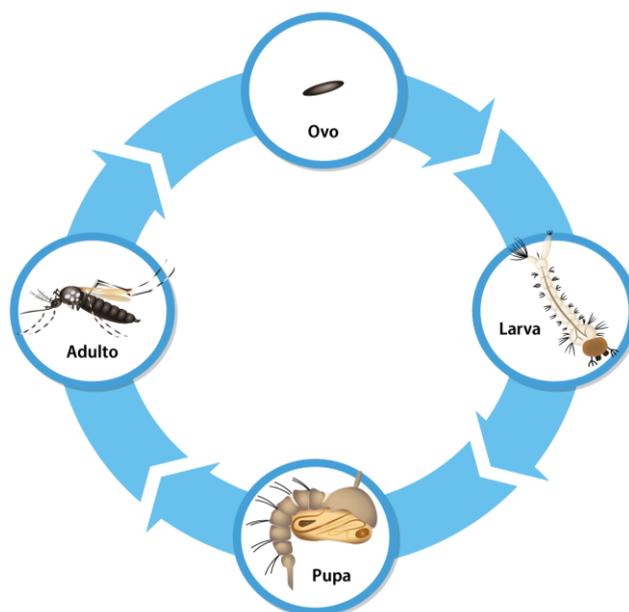
É possível observar, na Figura 13, que a estrutura do corpo da fêmea é maior e possui palpos maxilares menores que o macho. O aparelho ovipositor fica localizado no final do último segmento abdominal. Já o macho é menor em tamanho e possui antenas mais plumosas que as fêmeas (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

Todos os mosquitos adultos desta espécie, machos ou fêmeas, dependem da ingestão de carboidratos, eles se alimentam do néctar das plantas ou seiva de frutos para obter açúcar, que fornece energia suficiente para sobreviverem. Contudo, é a fêmea que se alimenta de sangue para nutrir seus ovos, carrega centenas de ovos e voa longas distâncias para buscar alimento e local propício para a oviposição (CONSOLI, 1994). Como se alimenta de sangue, é a fêmea que transmite os patógenos causadores de diversas doenças (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

Para postura de seus ovos, as fêmeas desta espécie de mosquito avaliam na água, através de quimiorreceptores em seus apêndices bucais, fatores como temperatura, nutrientes, micro-organismos e químicos que possam influenciar na ovipostura e no posterior desenvolvimento de suas larvas. A oviposição se dá com mais frequência no fim da tarde. A fêmea grávida é atraída por recipientes escuros ou sombreados, com superfície áspera, nas quais deposita os ovos. Prefere água limpa e cristalina em vez de água suja ou poluída por matéria orgânica (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

O ciclo gonotrófico do mosquito *Aedes aegypti* acontece como mostra a Figura 14. Todo o ciclo de vida do mosquito pode levar até 45 dias, podendo variar em relação à temperatura e unidade do ambiente (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

Figura 14 – Ciclo gonotrófico do mosquito *Aedes aegypti*



Fonte: Adaptado de Lorez; Virginio; Breviglieri, (2018).

Por meio da Figura 14 é possível observar as fases do ciclo. Os ovos da espécie *Aedes aegypti* iniciam o processo de incubação ao entrarem em contato com um meio aquoso, em condições adequadas para o desenvolvimento, esse processo ocorre em dois ou três dias, porém pode durar semanas ou até meses. As larvas vivem na água e passam para o estágio de pupas em cinco dias, o desenvolvimento das pupas acontecem em meio aquático e sua transformação em mosquito adulto acontece em dois ou três dias. Já a fase terrestre, do ciclo de vida dessa espécie de mosquito, é dada em aproximadamente 30 dias (I-OC/FIOCRUZ, 2021).

Os ovos da espécie de mosquitos *Aedes aegypti* possuem forma alongada e pequena (medem cerca de 0,4 mm). Logo após a postura pelas fêmeas, os ovos são brancos, mas rapidamente escurecem e se tornam negros e brilhantes. Eles adquirem resistência ao ressecamento em, aproximadamente, 15 horas, após isso são capazes de resistir a longos períodos de baixa umidade. Essa resistência permite que sobrevivam em locais secos por um longo intervalo de tempo até estarem em condições propícias de umidade e temperatura para a eclosão e a formação das larvas e, depois, do mosquito (LORENZ; VIRGINIO; BREVIGLIERI, 2018).

Interferir no ciclo gonotrófico dos mosquitos e/ou interromper os processos necessários para a produção de ovos viáveis podem ser uma solução para o controle do *Aedes aegypti* (ISOE *et al.*, 2019).

O comportamento dos mosquitos pode ser afetado por uma série de fatores ambientais como, por exemplo, temperatura e umidade. Porém, os fatores com maior interferência são aqueles que estão presentes no ambiente químico volátil que cerca o mosquito (WOODING *et al.*, 2020).

Os mosquitos possuem um sistema sensorial complexo para detectar e responder aos compostos voláteis (por exemplo, dióxido de carbono, amônia) em seu ambiente. A sobrevivência e reprodução desta espécie está diretamente ligada ao olfato, pois permite a localização e avaliação dos recursos, incluindo locais para alimentação e oviposição (HILL, EIGNELL, 2021).

De acordo com Wooding *et al.* (2020), comportamentos como o acasalamento, a oviposição, busca de hospedeiro e alimentação com açúcar são guiados pelo olfato (Figura 15).

Figura 15 – Comportamentos dos mosquitos guiados pelo olfato



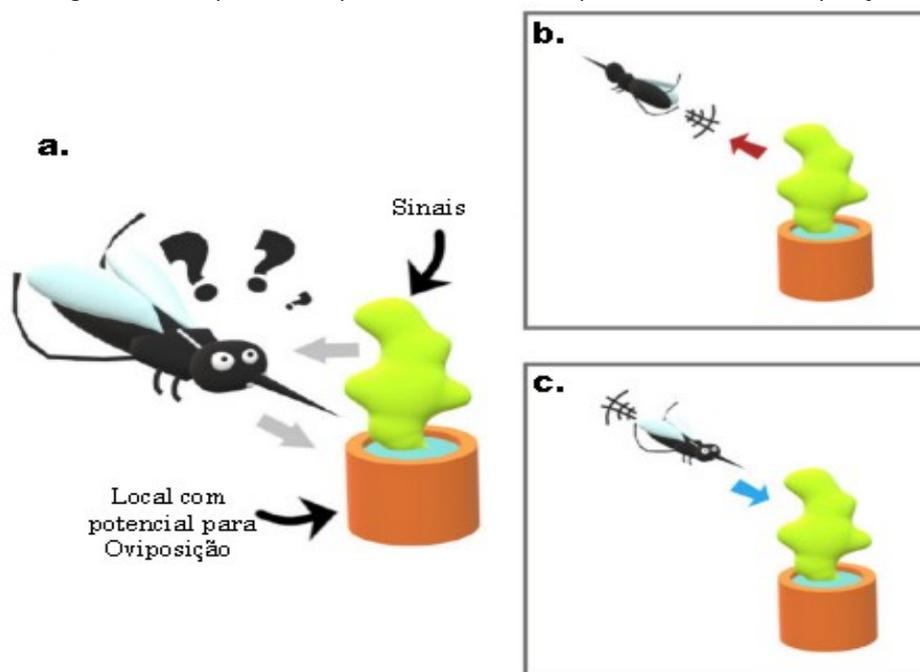
Fonte: Adaptado de Wooding *et al.* (2020).

Os mosquitos são sensíveis e respondem a diferentes misturas de voláteis, a identificação de sinais e pistas semioquímicas⁴ são fatores determinantes para a sobrevivência de diferentes espécies de mosquitos (WOODING *et al.*, 2020).

Diversos são os estudos que abordam a questão de quais substâncias podem atuar como pistas positivas ou negativas em diferentes espécies de mosquitos com relação aos seus comportamentos. Em estudos de Ganesan *et al.* (2006), sobre semioquímicos de origem de extrato de ovos de *Aedes aegypti* e seus efeitos no comportamento oviposicional de *Aedes aegypti*, foi constatado que a fêmea do mosquito é sensível a todos os compostos identificados e, dentre eles, os ácidos dodecafônico e (Z)-9-hexadecenóico apresentaram resposta oviposicional positiva significativa em diferentes concentrações, enquanto todos os ésteres apresentaram efeito oviposicional deterrente / repelente.

Quando as pistas ou sinais detectados pelos mosquitos são atrativos e estimulantes podem indicar a disponibilidade de alimentos e condições adequadas para a oviposição; enquanto pistas ou sinais repelentes e dissuasores podem indicar risco de predação, infecção ou competição, como ilustrado na Figura 16 (NAVARRO-SILVA; MARQUES; DUQUE, 2009; AFIF, GALIZIA, 2015; GIRARD *et al.*, 2021).

Figura 16 – Respostas comportamentais de mosquitos em locais de oviposição



a) Comportamento das fêmeas em resposta aos sinais olfativos, gustativos ou táteis; b) Sinais repulsivos; c) Sinais atrativos

Fonte: Adaptado de Girard *et al.* (2021).

⁴ Semioquímicos são as substâncias químicas envolvidas na comunicação entre os seres vivos. Semio vem do grego semeion = sinal. O termo semioquímicos significa, então, "sinais químicos".

Tendo em vista que o estabelecimento de uma espécie invasora, como o mosquito *Aedes aegypti*, depende do sucesso reprodutivo e da capacidade de dispersão no novo ambiente (KROTH *et al.*, 2019), a seleção de locais adequados pelas fêmeas de mosquitos para depositarem seus ovos é um fator chave para a sobrevivência de seus imaturos – ovos e larvas (NAVARRO-SILVA; MARQUES; DUQUE, 2009; DAY, 2016; GIRARD *et al.*, 2021), e, também, de extrema relevância na distribuição da espécie na natureza (CONSOLI, 1994).

Estando o mosquito da espécie *Aedes aegypti* adaptado ao ambiente urbano, seu controle é um grande desafio. Pois, para se conhecer a sua biologia, é preciso estudar a relação do inseto com o homem e com as variáveis do meio em que a espécie está inserida (BEZERRA *et al.*, 2010).

Atualmente, algumas estratégias para controle desta espécie de mosquito são realizadas por meio da interferência no ciclo gonotrófico, da interrupção dos processos necessários para a produção de ovos viáveis (ISOE *et al.*, 2019), do desenvolvimento larval (KANIS *et al.*, 2018) ou mesmo todas essas em todas as fases biológicas (DUSI *et al.*, 2022).

O uso do olfato para executar tarefas de forrageamento⁵, oviposição, acasalamento e busca de hospedeiros, pelos mosquitos, serviram de inspiração para desenvolver e construir dispositivos para a detecção de compostos orgânicos voláteis e diagnósticos que podem ser realizados com menos tempo e invasividade do que alguns métodos existentes (DIXON e VONDRA (2022).

Então, estudar a relação deste inseto como um possível sensor para detecção de voláteis de ativos microencapsulados durante bioensaios de oviposição, permite verificar a ação repelente ou atrativa possibilitando, assim, reconhecer as variáveis do meio e, com isso, identificar as preferências para a ovipostura e não somente a qualidade da água, mas, também, características do recipiente de oviposição.

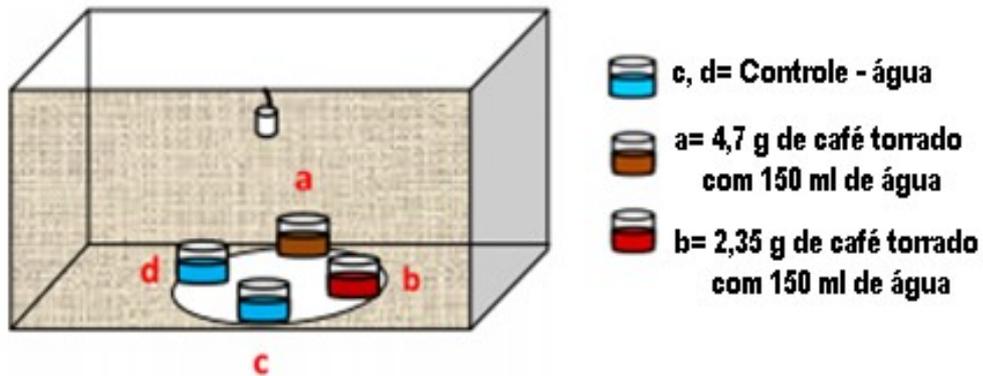
2.5.2 Ensaios de oviposição de mosquitos

O uso de óleos essenciais como dissuasores de oviposição para diferentes espécies de mosquitos é uma opção ambientalmente correta e se mostrou eficiente em diversos estudos, como os de Andrade-Ochoa *et al.* (2018) e Danga *et al.* (2018).

⁵ Forrageamento é a busca e a exploração de recursos alimentares. É uma habilidade particularmente importante, pois afeta a aptidão do animal, influenciando diretamente a sobrevivência e a reprodução do organismo.

Os bioensaios de oviposição em laboratório são realizados em gaiolas de bioensaio, utilizando recipientes para a postura dos ovos das fêmeas dos mosquitos. As Figuras 17, 18 e 19 retratam ensaios de ovipostura de mosquitos para análise de atratividade ou repelência de materiais.

Figura 17 – Ensaio de oviposição de mosquitos *Aedes albopictus* em gaiola de bioensaio

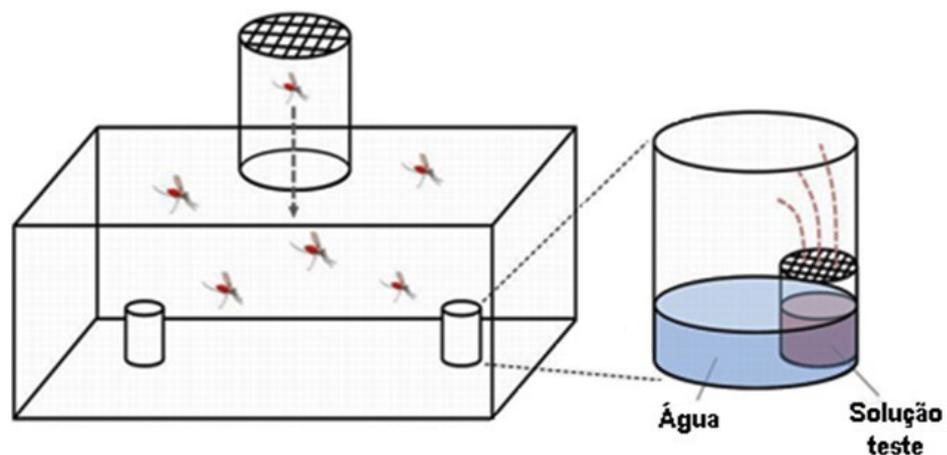


Fonte: Adaptado de Satho *et al.* (2015).

Neste ensaio (Figura 17), o material testado estava dissolvido em água e o objetivo desta análise era verificar a preferência de local de oviposição das fêmeas de *Aedes albopictus* em recipientes que continham diferentes quantidades de café e água (SATHO *et al.*, 2015).

Quando existe a necessidade de testar um material não diluído ou misturado na água do recipiente de oviposição, outros recipientes são inseridos no ovipositor, ou são dispostos próximos a eles, como mostra a Figura 18.

Figura 18 – Exemplo de ensaio de oviposição - mosquito *Anopheles coluzzii*, análise de repelência de material



Fonte : Adaptado de Suh *et al.* (2016).

O objetivo do estudo, conforme ensaio mostrado na Figura 18 foi analisar a base quimiossensorial, o comportamento e identificar compostos que podem modular a oviposição do mosquito *Anopheles coluzzii* (SUH *et al.*, 2016).

A escolha dos locais de oviposição pelas fêmeas do *Aedes aegypti* pode envolver, além das características visuais (como cor e tamanho do recipiente ovipositor, a cor da água e das características térmicas), outros elementos característicos, como sabores e odores, que também são relevantes para a ovipostura. A Figura 19 retrata um ensaio de oviposição das fêmeas *Aedes aegypti*.

Figura 19 – Estudo da repelência do óleo essencial da *Eugenia uniflora* frente ao mosquito *Aedes aegypti*



Fonte: Poster – FEBRACE (2015).

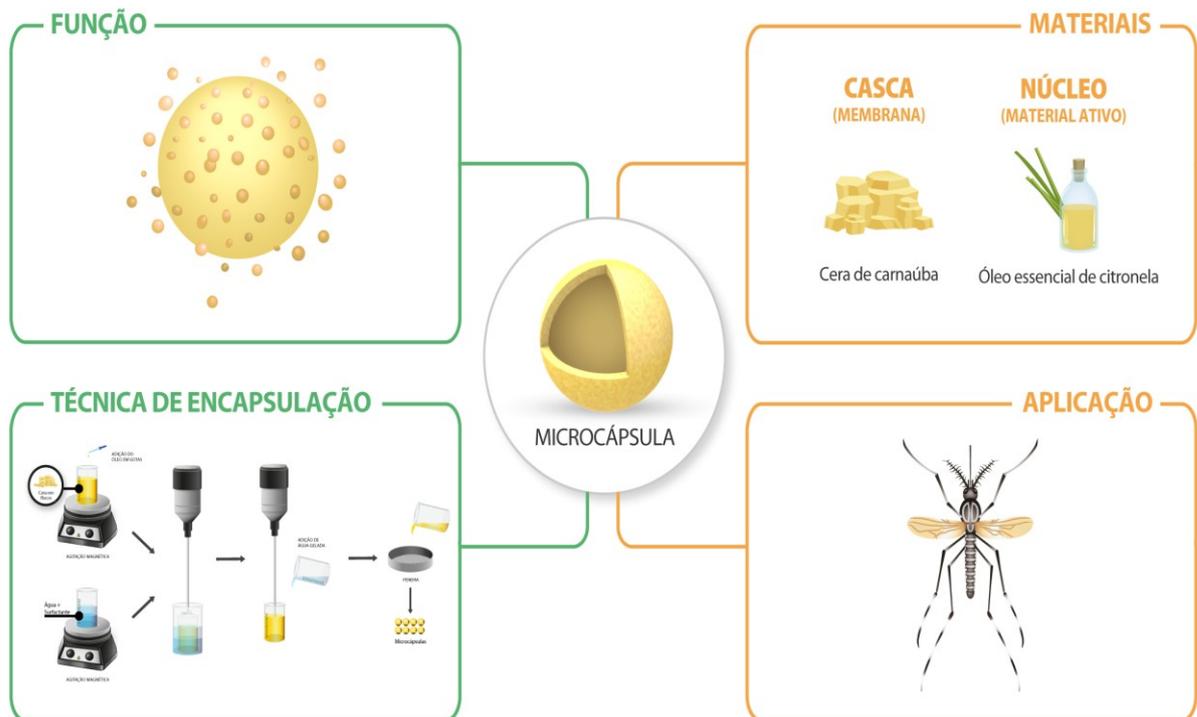
A Figura 19 mostra um ensaio de oviposição com *Aedes aegypti* fêmeas para estudo da repelência ou interferência de um óleo essencial no momento da ovipostura. Neste ensaio, o material testado estava diluído em água no interior do recipiente de oviposição com o objetivo de testar o óleo essencial da *Eugenia uniflora* quanto a sua repelência.

Então, estudar a relação desse inseto com diferentes materiais, durante a postura dos ovos, permite verificar a ação repelente ou de atração, possibilitando reconhecer as variáveis do meio e, com isso, identificar as preferências para a postura dos ovos – tanto com relação à qualidade da água quanto às características do recipiente de oviposição.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta pesquisa foi realizada de forma transdisciplinar, focada na seleção de Materiais relacionando Estrutura – Propriedade – Processos de fabricação e Aplicação. Por meio dessa interrelação foi possível desenvolver microcápsulas com materiais naturais, como mostra o resumo gráfico na Figura 20.

Figura 20 – Resumo gráfico do estudo

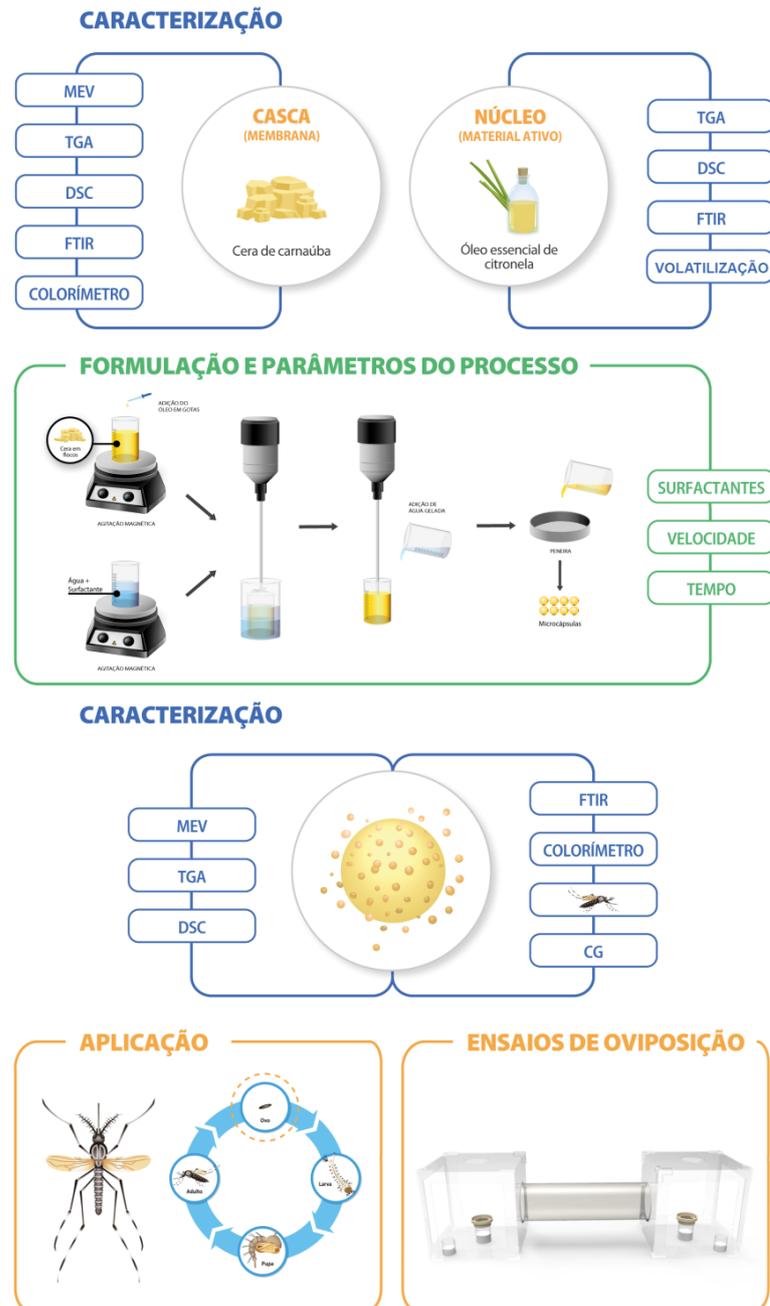


Fonte: A autora (2023).

A Figura 20 retrata de forma gráfica resumida a microencapsulação de óleo essencial de citronela em cera de carnaúba (estrutura, materiais) pela técnica de emulsificação (processo, encapsulação). Como resultado tem-se uma microcápsula matricial adequada ao uso em bioensaios com mosquitos (aplicação) cuja função é estender o tempo de repelência do óleo (propriedades, função).

Para o entendimento de todas as etapas da pesquisa, foi esquematizado um fluxograma com todo o processo, conforme a Figura 21.

Figura 21 – Fluxograma dos processos e ensaios

**ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS**

Fonte: A autora (2023).

3.1 MATERIAIS**3.1.1 Formulação das microcápsulas**

- Cera de carnaúba: Tipo 1, adquirida da empresa GM Comércio de Ceras e Derivados LTDA (Brasil).

- Óleo essencial: Óleo essencial de citronela (*Cymbopogon nardus*), adquirido da empresa BioEssência (Brasil).
- Emulsificantes: Surfactantes (Tween 20, Tween 80, Span 40, Span 60 e Span 80), adquiridos da empresa Sigma Aldrich (Alemanha).
- Água destilada – Laboratório de Seleção de Materiais (LDSM), utilizada como solvente.

3.1.2 Ensaio de verificação de volatilização

- Óleo essencial: Óleo essencial de citronela (*Cymbopogon nardus*), adquirido da empresa BioEssência (Brasil).
- Papel filtro: Papel filtro qualitativo, gramatura 80 g, espessura 185 mm, marca Unifil.
- Placas de cobre e zinco.
- Célula de volatilização desenvolvida pela autora.
- Dispositivo eletrônico de controle de volatilização – desenvolvido pela autora, Apêndice A.

3.1.3 Ensaio de Oviposição

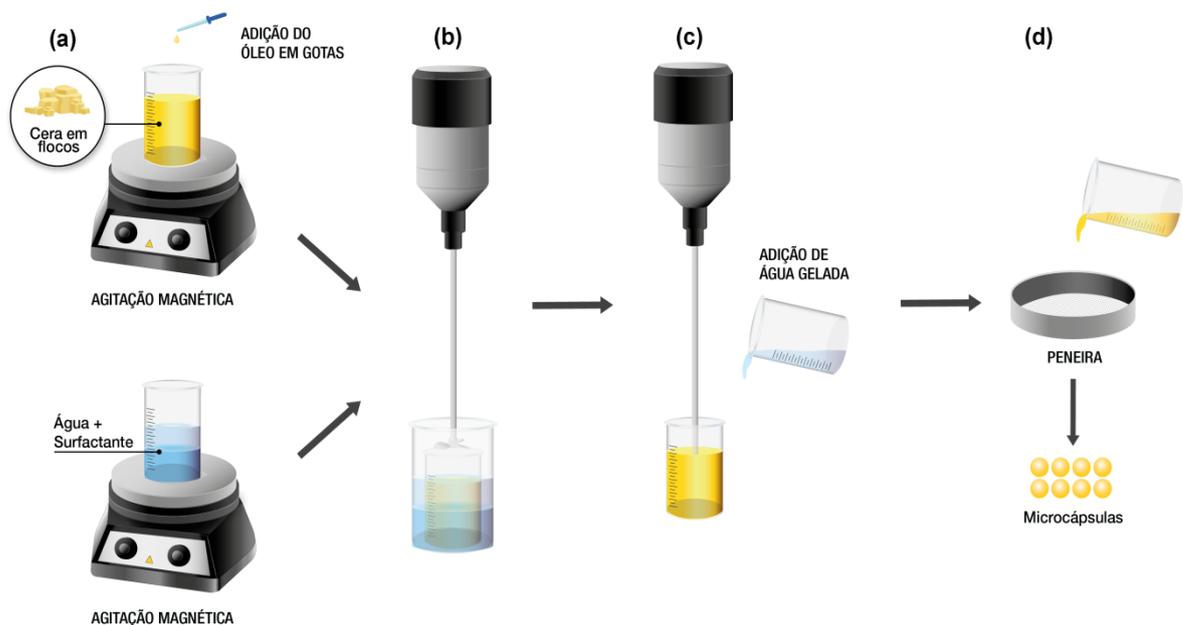
- Mosquitos *Aedes aegypti* cultivados em laboratório (ICBS).
- Microcápsulas (óleo essencial de citronela encapsulado em cera de carnaúba).
- Micropartículas de cera de carnaúba.
- Recipiente para oviposição.
- Peça para disposição das microcápsulas e micropartículas intitulada “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, com certificado de desenho industrial BR 302021003982-6, Apêndice C.
- Água destilada.
- Tiras de papel filtro (4x3 cm).
- Solução aquosa com mel de abelhas – alimento para os mosquitos.
- Sangue de carneiro desfibrinado – marca Newprov.

- Alimentador artificial.
- Gaiolas de Bioensaio em acrílico, desenvolvidas e produzidas pela autora, Apêndice B.
- Tudo de conexão entre as gaiolas intitulado “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO DE CONEXÃO DE GAIOLAS PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, com certificado de desenho industrial BR 30 2022 001454-0, Apêndice D.

3.2 PROCESSO DE MICROENCAPSULAÇÃO COM CERA DE CARNAÚBA

As microcápsulas de cera de carnaúba carregadas com óleo essencial de citronela (*Cymbopogon nardus*) foram obtidas pelo método de emulsificação com algumas modificações – Figura 22 (KAMBLE *et al.*, 2004; GONZALEZ-MIRA *et al.*, 2010; GOWDA *et al.*, 2011; MILANOVIC *et al.*, 2011, 2017).

Figura 22 – Técnica de emulsificação



(a) Agitação magnética a 95 °C e aquecimento dos materiais a 95 °C (b) emulsificação a 95 °C, (c) adição de água gelada para solidificação das microcápsulas e (d) separação das partículas sólidas do meio aquoso por peneira.

Fonte: A autora (2023).

3.2.1 Formulações

As formulações foram estabelecidas quantificando a fase oleosa (orgânica) e calculando o EHL desta fase.

A fase oleosa (cera de carnaúba + óleo essencial de citronela) da formulação é composta por 10 g de cera de carnaúba e 02 g de óleo. Já a fase aquosa (água destilada + surfactantes) é composta por 100 mL de água destilada e 02 g de surfactantes.

O EHL calculado da fase oleosa é 10,98. A combinação e quantificação dos surfactantes foram determinadas utilizando os dados apresentados na Tabela 1 (p. 37), através do cálculo de Griffin (Equação 2, p. 38), e são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Quantificação surfactantes por cálculo de Griffin

Amostras	Fase oleosa		Fase Aquosa				Total Surfactante
	(CC) (g)	(OEC) (g)	Água (mL)	Surfactante	(%) para HLB 10,98	Quant. (g)	Total (g)
MC_01	10,00	2,00	100	Tween 20	100,00	2,00	2,00
MC_02	10,00	2,00	100	Tween 20	42,80	0,86	2,00
				Span 40	57,20	1,14	
MC_03	10,00	2,00	100	Tween 20	52,33	1,05	2,00
				Span 60	47,67	0,95	
MC_04	10,00	2,00	100	Tween 20	53,87	1,08	2,00
				Span 80	46,13	0,92	
MC_05	10,00	2,00	100	Tween 80	100,00	2,00	2,00
MC_06	10,00	2,00	100	Tween 80	51,57	1,03	2,00
				Span 40	48,43	0,97	
MC_07	10,00	2,00	100	Tween 80	60,97	1,22	2,00
				Span 60	39,03	0,78	
MC_08	10,00	2,00	100	Tween 80	62,43	1,25	2,00
				Span 80	37,57	0,75	

Fonte: A autora (2023).

A Tabela 2 apresenta a quantificação dos surfactantes e a qualificação (nome das amostras) de acordo com a combinação dos surfactantes.

3.2.2 Emulsificação a quente

Para o desenvolvimento das amostras, foram utilizados: 10 g de cera de carnaúba, 02 g de óleo de citronela, 02 g de surfactante, 100 mL de água destilada (95°C) e 200 mL de água destilada (2 a 3°C).

A fase orgânica (cera e óleo) e aquosa (água e emulsificante) foram preparadas separadamente, a temperatura de 95 °C. Para a emulsificação, a fase aquosa foi adicionada à fase orgânica e homogeneizada por meio de agitação mecânica com velocidade de 1000 rpm, utilizando um agitador, Fisatom 713D, em banho-maria para manter a temperatura de 95°C. Cada emulsão foi resfriada com adição de 200 mL de água destilada e agitação mecânica com velocidade de 600 rpm. As microcápsulas resultantes do processo foram peneiradas em peneiras de 350 mesh, secas em estufa a 27 °C e acondicionadas em recipientes hermeticamente fechados.

De acordo com as referências desta técnica, o processo de emulsificação deve ser realizado com temperatura a 10 °C acima do ponto de fusão da cera (85 °C), aqui determinado em 95 °C.

As formulações foram processadas conforme o método retratado na Tabela 3.

Tabela 3 – Método processo

Amostras	Emulsificação – Fase oleosa + Fase aquosa			Resfriamento		
	Temp. (°C)	Vel. (rpm)	Tempo (min.)	Temp. (°C)	Vel. (rpm)	Tempo (min.)
	95	1000	5	2 - 3	600	2

Fonte: A autora (2023).

Os parâmetros de concentração dos materiais (velocidade, tempo e temperatura), durante o processo de microencapsulação, foram os mesmos para todas as formulações. Hanif *et al.* (2017) afirmam que além da técnica de microencapsulação, a concentração ou tipo de surfactante, a velocidade de agitação e o tempo de agitação podem modificar as características e estrutura de uma microcápsula.

3.3 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO

Os ensaios e caracterizações do presente trabalho foram tabelados para entendimento do experimental – Quadro 3.

Quadro 3 – Ensaios e caracterizações

Caracterização	Materiais					
	Cera	Óleo	Formulações MC_01 á MC_08	MP	MC_08	MC_08 60 DIAS
Colorimetria	X	X	X			
Estéreo microscópio			X			
MEV	X		X	X	X	X
FTIR	X	X	X	X	X	X
TGA	X	X	X	X	X	X
DSC	X	X	X	X	X	X
Cromatografia		X			X	X
Dispositivo Volatilização		X				
Mosquito como sensor				X	X	
Oviposição				X	X	

MC_01 a MC_08 e MC_08 60 dias – microcápsulas, MP - Micropartículas
Fonte: A autora (2023).

3.3.1 Colorímetro

O ensaio de aferição de cor foi realizado por meio de um colorímetro para avaliar a alteração de cor das microcápsulas quanto à diferença nas formulações.

O ensaio de colorimetria foi realizado por meio do Colorímetro – Delta Color, modelo Colorium 2, portátil com acessório DC-04, utilizando o software Lab7 para interpretação das leituras, do Laboratório de Design e Seleção de Materiais (LDSM), Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS).

A variação de cores, durante ou após a obtenção das microcápsulas, pode ocorrer devido às dimensões das microcápsulas. Um dos métodos já utilizados para análise e verificação da coloração de microcápsulas e micropartículas é o método CIELAB (sistema de identificação de cores).

O método CIELAB é utilizado para a verificação de cores em diversas áreas e setores, como na agricultura (RODRIGUES *et al.*, 2018); em produtos e materiais (SEDGHI, ALIMO-

HAMMADI e ZADEH, 2014; ZHU *et al.*, 2017, 2018; VENIL *et al.*, 2016) e no setor alimentício (HOLKEM *et al.*, 2016; KRITHIKA *et al.*, 2014).

Em pesquisas com nanofibras dos óxidos de titânio e tungstênio a análise de cores é utilizada para verificar os defeitos de percepção visual colorida (SILVA e ALVES, 2021); em ceras, o citado método é usado para análise de cor quanto ao resultado de diferentes processos de extração (NÚÑEZ-GARCÍA, 2022); em óleos essenciais têm o intuito de verificar, por meio de suas cores, a qualidade das folhas utilizadas para a produção dos óleos (GASPARIN *et al.*, 2014).

A análise da diferença de cores é normatizada por meio da Norma DIN 6174 (1979), que estabelece padrões colorimétricos de percepção humana para escala de valores de ΔE , para classificação nas diferenças de cor – Tabela 4.

Tabela 4 – Percepção humana para diferentes valores de ΔE^{*ab} , de acordo com a Norma DIN 6174 (1979)

Diferenças (ΔE)	Classificação
0,0 - 0,2	Imperceptível
0,2 – 0,5	Muito pequena
0,5 – 1,5	Pequena
1,5 – 3,0	Distinguível
3,0 – 6,0	Facilmente distinguível
Maior que 6,0	Muito grande

Fonte : Norma DIN 6174 (1979).

A cera de carnaúba foi utilizada como cor padrão para comparação das leituras das amostras. A escala de cores CIELAB foi usada para medir os parâmetros em L^* que representa a luminosidade de preto (0) a branco (100), a^* que representa a variação de cor de verde (-) a vermelho (+) e b^* que representa a variação de cor de azul (-) para amarelo (+). Os resultados em ΔE são a diferença entre a cor padrão e as amostras.

3.3.2 Dimensões

O diâmetro médio e a distribuição de tamanho de partícula foram estimados por imagens obtidas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) realizadas no equipamento Hitachi, modelo TM 3000, que gera imagens eletrônicas do tipo BSE (*Backscattered Electron*) com voltagem de aceleração de até 15 Kv.

3.3.3 Morfologia

A caracterização das microcápsulas foi realizada por meio de um Estéreo Microscópio (EM), Olympus SZX16, acoplado a uma câmera com resolução de 900 pares de linhas por milímetro.

As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram realizadas no equipamento Hitachi, modelo TM 3000, que gera imagens eletrônicas do tipo BSE (*Backscattered Electron*) com voltagem de aceleração de até 15 Kv. A análise no equipamento possibilita visualizar a morfologia, superfície e estrutura das microcápsulas, e verificar as possíveis alterações quanto há diferença nas formulações.

3.3.4 FTIR

A Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) é usada para identificar um composto, pesquisar a composição de uma amostra ou suas alterações químicas. Foi utilizado neste estudo para verificar as alterações químicas das microcápsulas das diferentes formulações.

Os espectros de FTIR da cera de carnaúba (CC), do óleo essencial de citronela (OEC), das micropartículas (MP) e das microcápsulas foram obtidos no espectrofotômetro Spectrum 100 / 83248, da PerkinElmer, com resolução de 4 cm^{-1} , realizado com 16 varreduras por amostra na região de absorção de $4000\text{ a }650\text{ cm}^{-1}$, por meio ATR (Reflectância Total Atenuada).

3.3.5 TGA

As Análises de Termogravimetria (TGA) foram realizadas no equipamento da marca TA Instruments, modelo SDT Q600, utilizando uma faixa de temperatura de 20 a 600 °C em um porta amostras de platina com $\pm 10\text{ mg}$ de amostra, sob atmosfera de nitrogênio (50 mL/min) e taxa de aquecimento de 10 °C/min.

Esta análise foi realizada para verificar a perda ou ganho de massa das amostras em função da temperatura. Além da informação direta de perda de massa em relação à temperatura (ou ao tempo), é possível obter a Termogravimetria Derivada (DTG), derivada da vari-

ação de massa em relação ao tempo ou à temperatura, registrada em função de uma dessas variáveis (CANEVAROLO, 2007).

Por meio da análise de TGA é possível verificar a estabilidade térmica de moléculas da casca e do núcleo das microcápsulas, antes e depois do encapsulamento, avaliar a porcentagem de perda de massa em faixas de temperatura predefinidas e, também, determinar de forma quantitativa o óleo essencial nas microcápsulas (VISHWAKARMA *et al.*, 2016; MILANOVIC *et al.*, 2017).

3.3.6 DSC - Differential scanning calorimetry

As curvas DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura) foram obtidas em um equipamento da marca TA Instruments, modelo Q20, usando um porta amostras de alumínio hermético com ± 7 mg de amostra em uma atmosfera de nitrogênio (50 mL/min) e taxa de aquecimento de 10 °C/min na faixa de temperatura de -20 a 200 °C.

A análise por DSC determina a natureza das reações (endotérmicas e exotérmicas) que ocorrem durante a decomposição térmica dos materiais e ajuda a investigar a natureza do complexo de inclusão (KFOURY *et al.*, 2014).

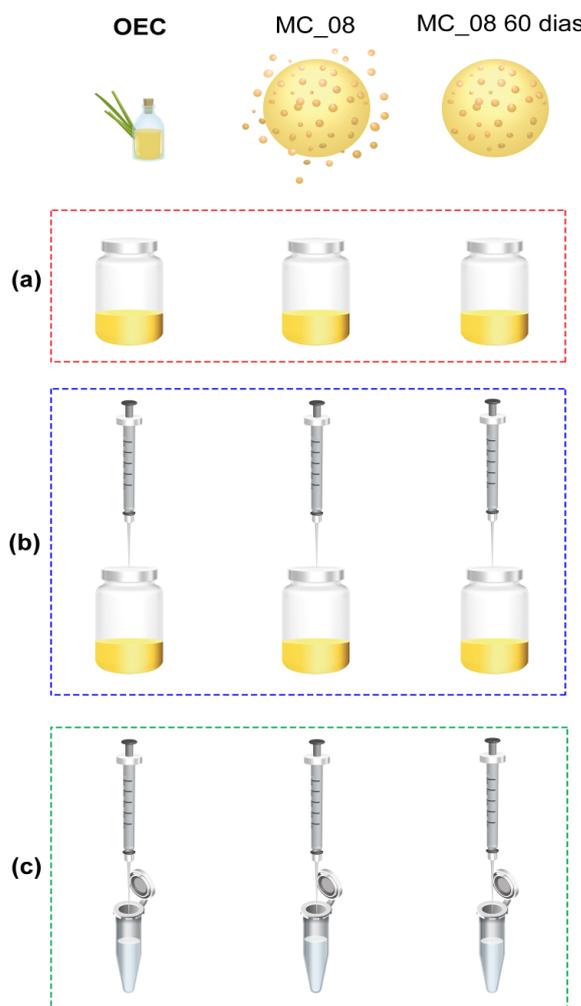
3.3.7 GC-MS cromatografia gasosa-espectrometria de massa

A Cromatografia Gasosa-Espectrometria de Massa foi realizada para identificar os compostos voláteis majoritários (citronelal, citronelol e geraniol) do óleo essencial de citrônella e da microcápsula utilizada nos bioensaios com mosquito.

OEC, MC_08 e MC_08 (60 dias) foram analisadas por GC-MS. A preparação das amostras, para o ensaio de cromatografia, ocorreu conforme o ilustrado na Figura 23.

Para este preparo, 05 microgramas de cada amostra foi acondicionada em um vial para cromatografia (3 mL). Os vials com as amostras foram dispostos em uma estufa por um período de duas horas a uma temperatura de 35°C (Figura 23a). Os voláteis foram retirados dos vials com uma seringa (para cromatografia gasosa) (Figura 23b) e injetados em 0,5 mL de acetonitrila (Figura 23c).

Figura 23 – Preparação das amostras para a análise de cromatografia



Fonte: A autora (2023).

A composição dos voláteis das amostras em acetonitrila (Figura 23c) foram detectadas usando cromatografia ultra gasosa Shimadzu GCMS-QP2010, acoplado a espectrometria de massas (Shimadzu, Kyoto, Japão) e amostrador automático modelo AOC-20i (Shimadzu, Kyoto, Japão).

A separação cromatográfica foi realizada em coluna capilar Restek (Torrance, CA, EUA) modelo Rtx®- 5MS (espessura do filme de 30 m × 0,25 mm × 0,25 μm). Hélio ultrapuro foi usado como gás de arraste a um fluxo constante de 1,3 mL min⁻¹. A temperatura do injetor foi ajustada para 280 °C e a temperatura inicial do forno foi ajustada para 60 °C, mantida por 3 min, aumentada para 200 °C a uma taxa de 4 °C min⁻¹, e então aumentada para 250 °C a 10 °C min⁻¹, totalizando 52 min da corrida cromatográfica.

Uma injeção automatizada usando um volume de 1 μL no modo dividido (proporção: 3) foi realizada. O espectrômetro de massa foi operado no modo de ionização eletrônica (EI)

a 70 eV. A fonte de íons foi ajustada para 280 °C e a interface para 280 °C. A identificação foi realizada no modo Scan usando um tempo de evento de 0,30 s em uma faixa de 40 – 500 m/z. Equipamentos alocados na Central Analítica da Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre/RS (UFCSPA).

3.4 ENSAIO DE VOLATIZAÇÃO

O sistema de detecção de volatilização (Figura 24) tem como finalidade registrar os valores de medida do sensoriamento da célula de volatilização (Figura 25) ao longo do tempo e, após mostrar os valores em um display para fácil leitura, gravar os valores em um arquivo tabela CSV.

Figura 24 – Análise volatilização do óleo essencial de citronela



a) dispositivo de detecção, b) célula de volatilização

Fonte: A autora (2023).

O sistema todo (Apêndice A e Figura 24) funciona ligado à uma fonte de 05 volts regulada. As medidas de tensão do sensor ADC são de 0V a 05V. Considerando que o valor digital do ADC é de 16 bits, é possível concluir que a resolução do ADC neste sistema é de 76.3 μ V. A taxa de atualização do display é de 60 segundos e a taxa de gravação do cartão SD é de 60 minutos.

A célula de volatilização (figura 25) é composta por eletrodos de cobre e zinco, o óleo essencial de citronela disposto em papel filtro funciona como eletrólito.

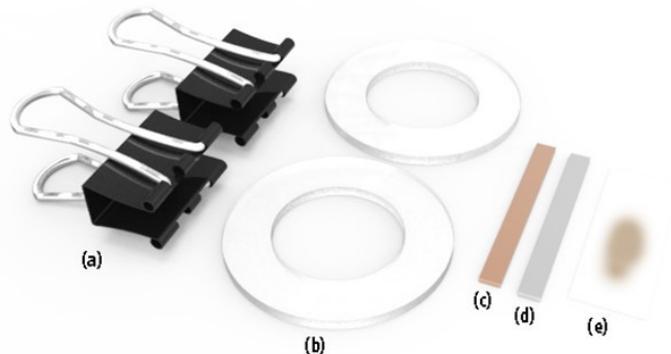
Figura 25 – Célula de volatilização



Fonte: A autora (2023).

A Figura 26 retrata de forma detalhada todos os componentes da célula de volatilização.

Figura 26 – Componentes célula de volatilização



a) Presilhas, b) argolas de acrílico, c) eletrodos (cobre e zinco) e e) eletrólito (papel filtro e óleo essencial de citronela)

Fonte: A autora (2023).

Durante a montagem da célula de volatilização, uma gota de óleo essencial é adicionada ao papel filtro. Após a montagem da célula (Figura 26), esta é conectada ao dispositivo de detecção (Figura 24 a), o qual inicia a leitura e gravação dos dados de perda de potencial desta célula.

3.5 APLICAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS – MOSQUITOS COMO SENSORES E ENSAIO DE OVIPOSIÇÃO

3.5.1 Mosquitos

A pesquisa foi conduzida utilizando mosquitos *Aedes aegypti*, cepa Rockefeller. A linhagem do mosquito foi obtida a partir de ovos do laboratório de Pesquisa em Biologia de Insetos, do Setor de Parasitologia, Departamento de Microbiologia, UFRGS.

Para a formação e manutenção da colônia de mosquitos *Aedes aegypti* utilizadas nos ensaios, os ovos aderidos em papel filtro foram colocados em bandejas com água filtrada. Após a eclosão dos ovos, as larvas foram mantidas nas bandejas e alimentadas com ração de gato. As pupas foram retiradas diariamente e realocadas em outro recipiente até a forma adulta. Os mosquitos adultos foram mantidos em gaiolas de 30x30x30cm, a fonte de carboidrato foi de uma solução aquosa com mel de abelhas e o repasto sanguíneo, para as fêmeas, foi realizado por meio de um alimentador artificial com sangue de carneiro desfibrinado, marca Newprov, em temperatura média de 37 °C.

Para a preparação dos mosquitos, fêmeas fecundadas e alimentadas foram separadas em gaiolas (20x20x20cm) 48 horas antes dos experimentos, a fim de obedecer ao seu ciclo gonotrófico para a produção dos ovos.

3.5.2 Método para utilização dos mosquitos como sensores de volatilização

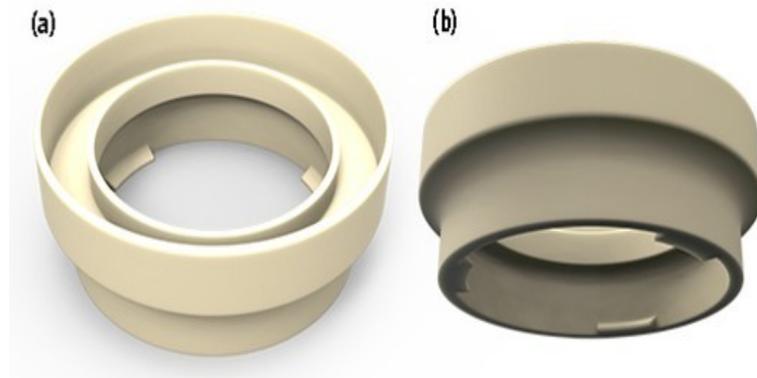
Para a utilização dos mosquitos como sensores de volatilização em bioensaios de oviposição, foi necessário desenvolver uma peça para a disposição das microcápsulas a serem testadas, visto que essas não poderiam ter contato com a água do recipiente de oviposição.

A peça (dispositivo) denominada “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, com certificado de desenho industrial BR 302021003982-6 (Apêndice B), foi desenvolvida para auxiliar no teste das microcápsulas em bioensaios de oviposição de mosquitos *Aedes aegypti*.

O dispositivo é constituído de peça única, em material polimérico, produzido por injeção ou impressão 3D. Possui estrutura de tamponamento com abertura central, com borda superior em formato de calha (para disposição dos materiais a serem testados) e parte inferior com estrutura de acoplamento, que pode incluir um sistema de rosca ou encaixe dependendo do tipo de recipiente ao qual será acoplado.

O dispositivo pode ser desenvolvido para qualquer formato, para encaixe com rosca ou acoplamento em recipiente de ensaio, desde que possua local para a disposição de materiais e que não permita o contato dos materiais em teste com a água ou o suporte de ovipositora (Figura 27).

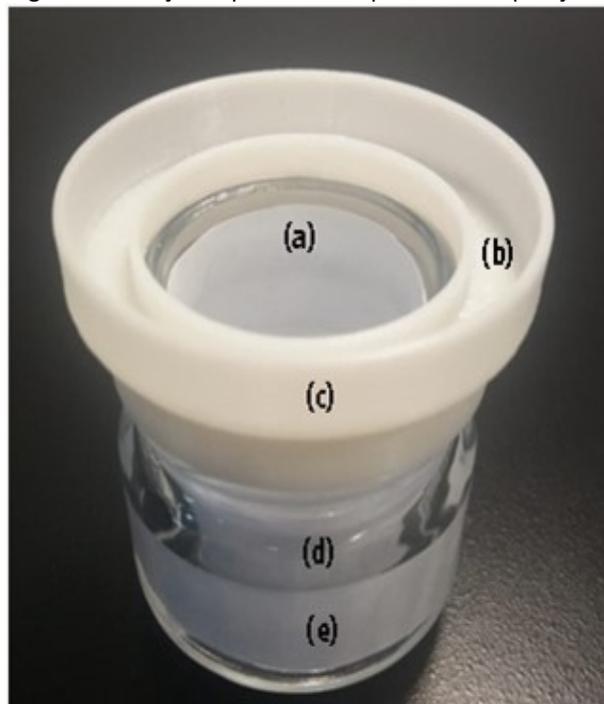
Figura 27 – Estrutura do invento, com parte inferior para acoplamento em sistema de rosca



a) Imagem 3D - Vista superior, b) Imagem 3D – Vista lateral
Fonte: A autora (2023).

O uso deste dispositivo (Figuras 27, 28) nos ensaios de oviposição permite a testagem de diversos materiais tendo o mosquito como sensor, sem interferência e contato com a água e o suporte de ovipostura. Facilita a visualização e contagem dos ovos colocados pelas fêmeas porque não sofre interferência da água ou de micro-organismos que possam interferir positiva ou negativamente na postura dos ovos. Assim, é possível utilizar os mais variados tipos de atrativos ou repelentes para oviposição, visto que os resultados são obtidos com um mínimo de erro ou desvio.

Figura 28 – Peça acoplada ao recipiente de oviposição



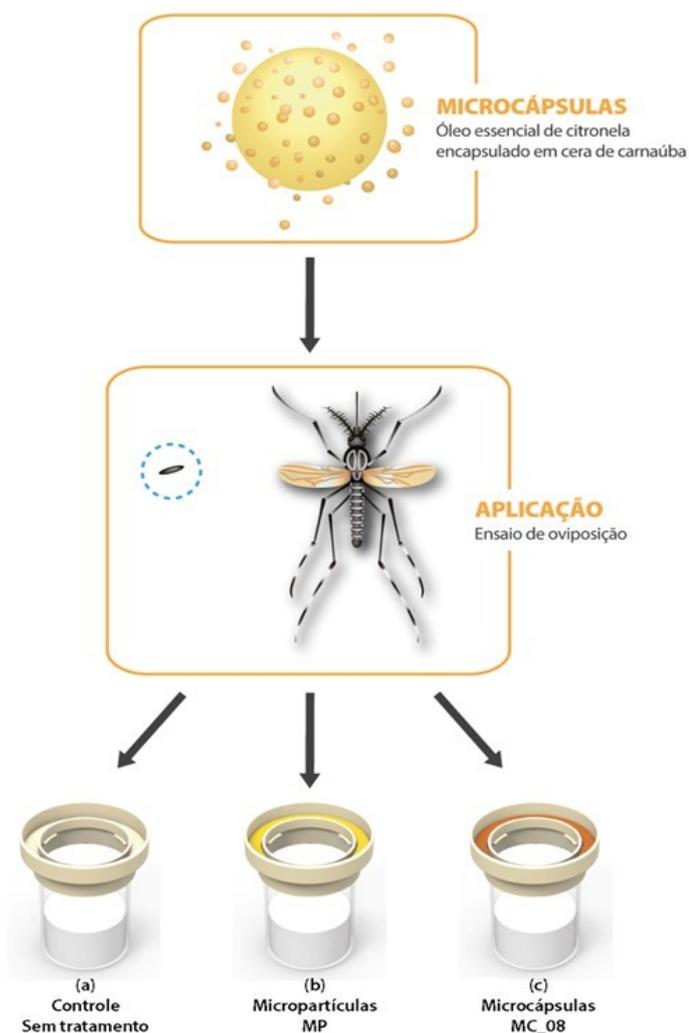
a) Suporte para ovipostura (papel filtro), b) local para disposição dos materiais em teste, c) peça denominada “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, com certificado de desenho industrial BR 302021003982-6, d) recipiente de vidro para oviposição, e) água destilada.

Fonte: A autora (2023).

Para os ensaios de oviposição, utilizando os mosquitos como sensor, o ovipositor (recipiente de vidro para oviposição – Figura 28d) foi preenchido com 20 mL de água e suas extremidades internas preenchidas com um papel filtro do tamanho de 4 x 3 cm. Na parte superior do recipiente foi acoplada a peça para disposição dos materiais (Figura 28).

Todos os ensaios foram realizados com peça denominada “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, com certificado de desenho industrial BR 302021003982-6, acoplada ao recipiente de oviposição (Figura 28c).

Figura 29 – Recipientes de oviposição, distribuição dos tratamentos



a) peça acoplada sem tratamento (dispositivo vazio) – Controle; b) peça acoplada ao ovipositor com micropartículas (MP) e c) peça acoplada ao ovipositor com microcápsulas (MC).

Fonte: A autora (2023).

A formulação utilizada para os experimentos foi a MC_08 (tween 80 e span 80).

Conforme ilustrado na Figura 29, foram adicionados 760 mg dos tratamentos (Figura 29 (b) e (c)) micropartículas de cera de carnaúba (MP) ou óleo essencial de citronela microencapsulado em cera de carnaúba (MC_08), nos ensaios.

Para avaliar a possível interferência da cera e dos surfactantes nos experimentos, também foram desenvolvidas micropartículas de cera (sem óleo essencial de citronela) com os mesmos parâmetros de formulação da MC_08.

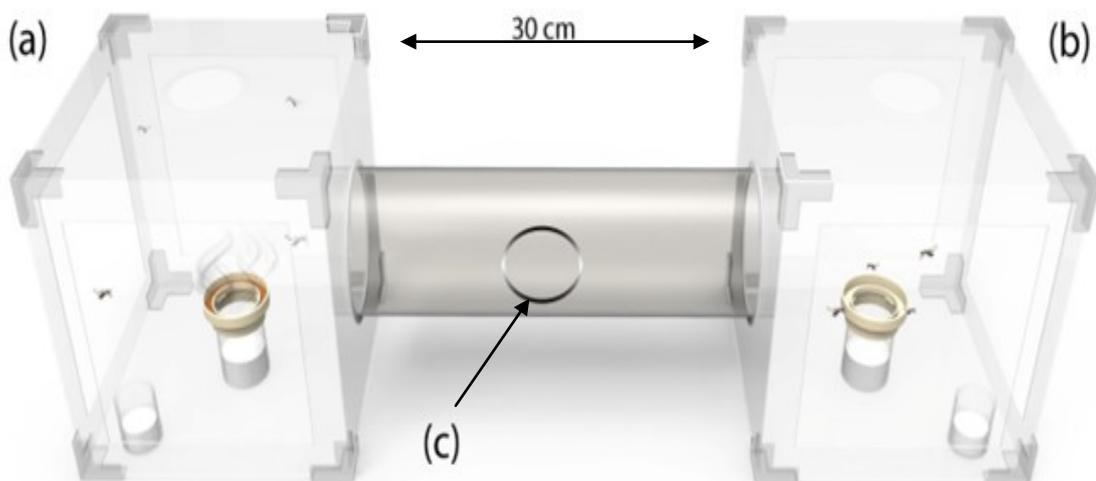
3.5.3 Experimentos de oviposição

Todos os ensaios de oviposição foram realizados em triplicata, pois um número maior de repetições garante uma normalização estatística melhor dos dados e, por consequência, um menor intervalo de confiança (esse tipo de experimento pode apresentar um erro considerável, quando realizado um experimento único). Além do recipiente de vidro para oviposição e do dispositivo para os tratamentos, em cada gaiola foi disposta uma solução aquosa com mel de abelhas como alimento para os mosquitos (fêmeas fecundadas e alimentadas).

3.5.3.1 Teste de múltipla escolha

Utilizando duas gaiolas (20x20x20cm) conectadas por um duto em acrílico, com 30 cm de comprimento e 10 cm de diâmetro, denominado “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO DE CONEXÃO DE GAIOLAS PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, certificado de desenho industrial BR 30 2022 001454-0, (Apêndice D) – Figura 30.

Figura 30 – Gaiolas, teste com chance de escolha

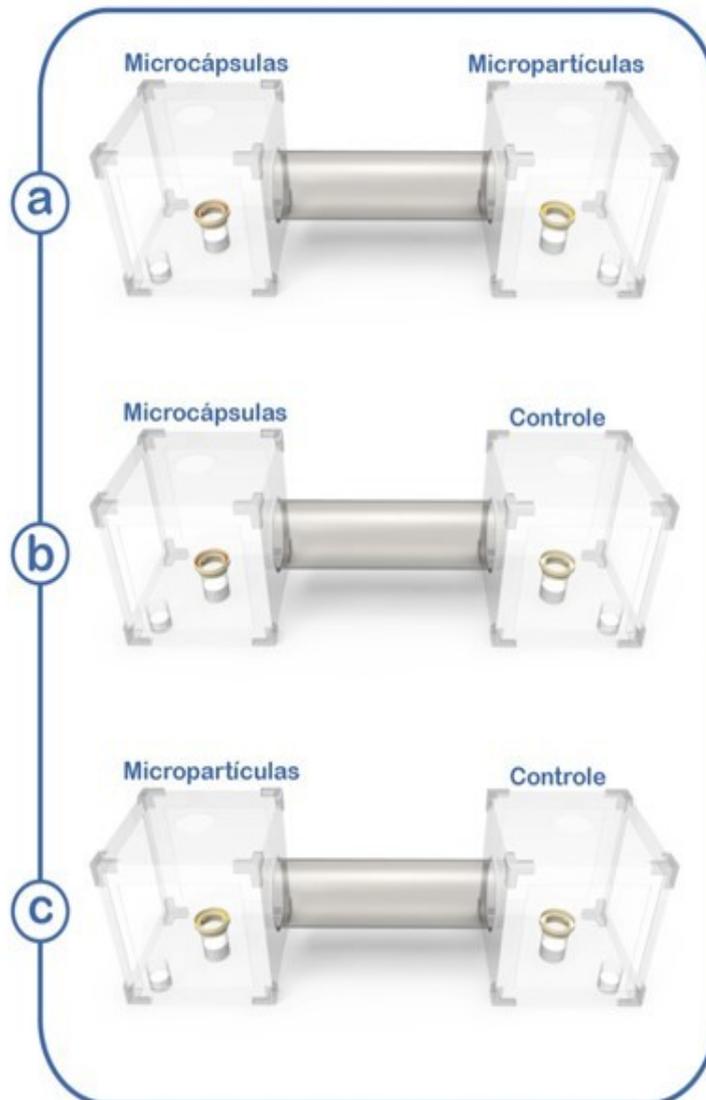


a) Material em teste, b) controle (sem tratamento), c) orifício de inserção dos mosquitos (fêmeas fecundadas e alimentadas).

Fonte: A autora (2023).

Para o teste de preferência de oviposição, foram realizados três diferentes ensaios para garantir a segurança dos resultados, sem nenhum tipo de viés quanto aos excipientes do tratamento ou da própria população dos mosquitos utilizada. Todos os testes foram realizados em triplicata, conforme Figura 31.

Figura 31 – Testes com chance de escolha



Fonte: A autora (2023).

Para cada teste foram utilizados oito mosquitos (fêmeas fecundadas e alimentadas).

Os mosquitos foram dispostos nas gaiolas pelo orifício de inserção do duto entre as gaiolas e, após 48 horas, os papéis filtro foram retirados, fotografados e a contagem dos ovos ocorreu no programa ImageJ. Para cada teste foi realizado um teste T para verificar possíveis mudanças significativas entre os tratamentos (Significativo <0.05).

3.5.3.2 Teste sem chance de escolha

Para este teste, os mosquitos foram isolados com o dispositivo em gaiolas separadas, sendo oferecido apenas um dos três tratamentos em cada teste. Para garantir a segurança e padronização, os testes com os três tratamentos foram realizados ao mesmo tempo, possibilitando utilizar mosquitos que fizeram o mesmo repasto sanguíneo. No interior de cada gaiola, foram dispostos o recipiente ovipositor com a peça para disposição de materiais e a solução aquosa com mel de abelhas (Figura 32).

Figura 32 – Gaiola, teste sem chance de escolha



Fonte: A autora (2023).

Para cada ensaio foram utilizados cinco mosquitos (fêmeas fecundadas e alimentadas). Os ensaios foram realizados em triplicata, conforme a Figura 33.

Figura 33 – Testes sem chance de escolha



Fonte: A autora (2023).

Após 48 horas, os papéis filtro foram retirados, fotografados e a contagem dos ovos ocorreu no programa ImageJ. Foi realizado um One-Way ANOVA e múltiplas comparações, através do teste de Tuckey, para verificar possíveis mudanças significativas entre os tratamentos (Significativo <0.05).

4 RESULTADOS

4.1 MICROCÁPSULAS

Após a obtenção das microcápsulas, as amostras foram acondicionadas em vidros de cromatografia gasosa, estanques de 10 mL (Figura 34), em local escuro, com temperatura média de 25 C°, para preservação das amostras e posterior caracterização.

Figura 34 – Microcápsulas acondicionadas em vidros de cromatografia



Fonte: A autora (2023).

As microcápsulas foram caracterizadas conforme demonstrado no Quadro 3 (p. 55). Após as caracterizações, uma das formulações foi utilizada para os bioensaios com mosquitos, a amostra MC_08.

Mosquitos fêmea da espécie *Aedes aegypti* foram utilizados como sensores de volatilização durante os ensaios de oviposição, por um período de 48 horas. Para verificar a volatilização da amostra utilizada nos bioensaios, esta foi caracterizada novamente por FTIR, TGA e DSC, após 60 dias em contato com o ambiente.

Micropartículas de cera de carnaúba (MP) foram produzidas com os mesmos surfactantes que a microcápsula utilizada nos testes de bioensaios, com o objetivo de verificar se a cera ou os surfactantes teriam influência nos ensaios com os mosquitos. Elas foram caracterizadas por MEV, FTIR, TGA e DSC.

4.2 COLORIMETRIA

As amostras apresentaram diferenças de coloração entre as formulações processadas, conforme pode ser observado na Figura 35.

A cera de carnaúba pura foi utilizada como cor padrão. O resultado da análise de colorimetria é retratado na Tabela 5 e na Figura 35.

Tabela 5 – Coloração das microcápsulas nas diferentes formulações

Formulações	Resultado Colorímetro			
	Δa	Δb	ΔL	ΔE
MC_01	-5,83	-11,71	16,6	18,28
MC_02	-0,39	-0,08	2,24	2,27
MC_03	-3,33	-3,46	11,81	12,27
MC_04	-4,79	-8,24	14,73	15,80
MC_05	-2,26	-0,55	8,76	8,99
MC_06	-0,67	1,84	5,54	5,67
MC_07	-0,9	2	6,6	6,74
MC_08	-2,59	-1,39	10,32	10,59

Obs.: Δ^* são os resultados dos valores em comparação com a cor padrão.

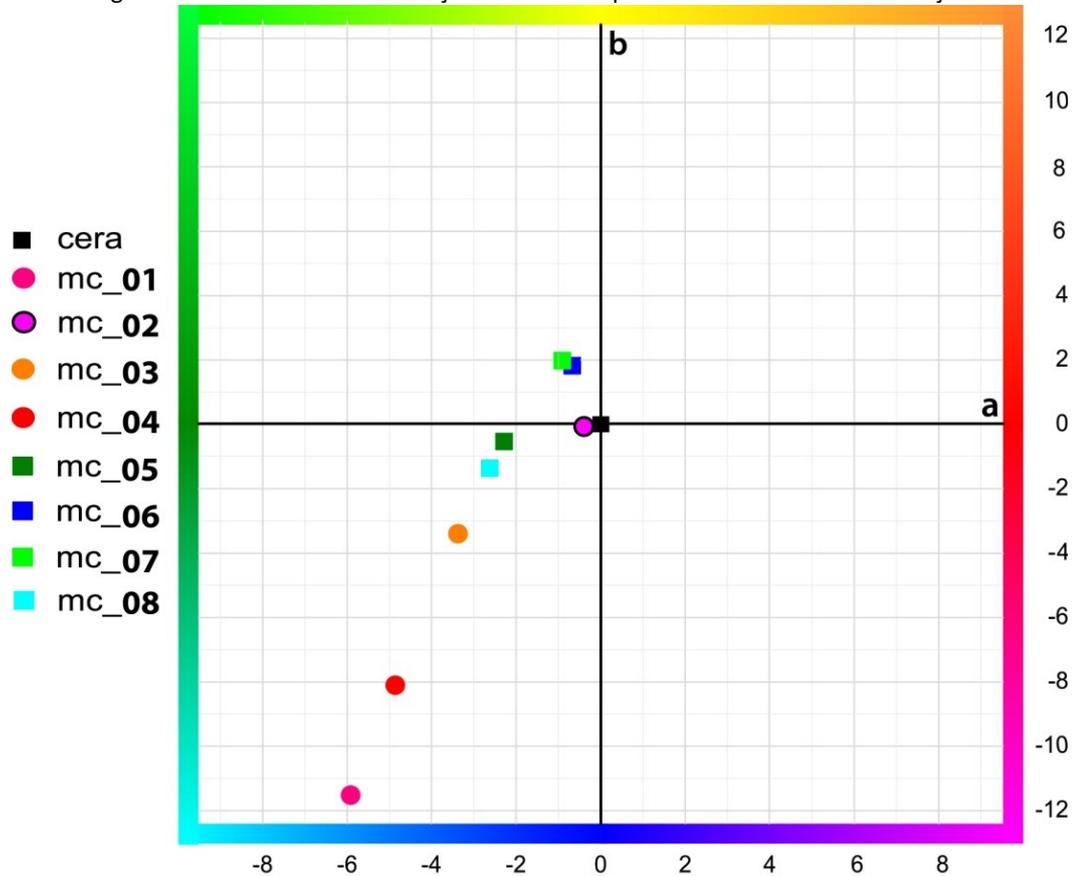
Fonte: A autora (2023).

A Tabela 5 e a Figura 35 mostram que as formulações somente com Tween 20 ou Tween 20 combinados com Span 60 ou Span 80 (MC_01, MC_03 e MC_04) apresentaram maior variação de cor em comparação com a cor padrão (CC). Foi observado que a luminosidade dessas amostras também se mostrou superior, determinados por ΔL : onde L^* é uma medida da escala de cinza.

Por meio da análise dos valores de ΔE apresentados na Tabela 5, com relação à cor determinada como padrão (CC), percebe-se que a maior alteração de cor e maior luminosidade ocorreram na amostra MC_01 e as menores variações de cor e luminosidade na amostra MC_02.

Para visualizar a diferença de coloração das amostras (onde a+ vermelho e a- verde e b+ amarelo e b - azul), em comparação com a cor padrão, os resultados foram graficados pelo método CIELAB, conforme mostra Figura 35.

Figura 35 – Colorímetro - coloração das microcápsulas nas diferentes formulações



Fonte: A autora (2023).

As amostras compostas por Tween 80 apresentaram colorações próximas ao padrão da cera de carnaúba. A amostra MC_02, composta por Tween 20 e Span 40, foi a amostra que apresentou a coloração mais próxima da cor padrão.

As amostras acondicionadas por 60 dias foram analisadas e não apresentaram alterações em suas medidas de cor com relação a esta análise (Tabela 5 e a Figura 35).

Esta análise retratou a diferença de cor e luminosidade entre todas as amostras em comparação com a cor padrão.

Por meio desse método é possível trabalhar com seleção de materiais, controle de cores de matéria prima e análise de alterações de cores durante processos produtivos.

4.3 DIMENSÕES

Esta análise permitiu estimar as dimensões aproximadas das microcápsulas das diferentes formulações. As amostras foram analisadas dois dias após seu processamento (Tabela 6).

Tabela 6 – Dimensões microcápsulas

Amostras	Surfactante	Dimensões μm
		02 dias
MC_01	Tween 20	03 - 60
MC_02	Twee20 Span 40	20 - 230
MC_03	Tween 20 Span 60	12 - 170
MC_04	Tween 20 Span 80	08 - 100
MC_05	Tween 80	14 - 120
MC_06	Tween 80 Span 40	10 - 130
MC_07	Tween 80 Span 60	15 - 150
MC_08	Tween 80 Span 80	10 - 155

Fonte: A autora (2023).

Por meio desta análise foi possível verificar o indicativo da influência do tamanho das microcápsulas com relação às suas colorações. Pois, quanto maior a microcápsula menor é a diferença de cor com relação à cor padrão (CC).

Após sessenta dias as amostras (acondicionadas) foram analisadas novamente e não apresentaram alterações em suas dimensões, isso, devido a não terem entrado em contato com o ar, umidade, temperatura e luminosidade. Indicando que se acondicionadas corretamente podem ser utilizadas após longos períodos posteriores a sua produção.

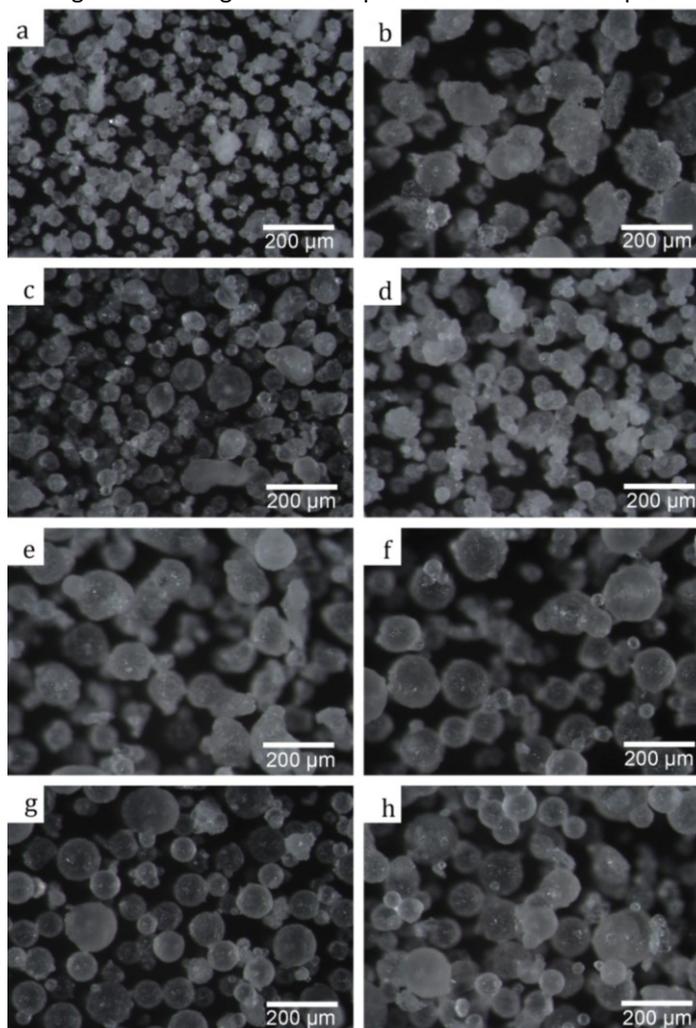
4.4 MORFOLOGIA DAS MICROCÁPSULAS

A análise da morfologia e da distribuição das microcápsulas e aglomerados, bem como dos agregados de cera de carnaúba com óleo essencial de citronela, foi realizado por EM e por MEV.

Para a análise por EM, as amostras foram peneiradas (malha de 150 μm) e dispostas em um suporte com fita de carbono. As imagens foram obtidas com escala de 200 μm .

Pode ser verificado, na Figura 36, que a morfologia das microcápsulas é de agregados – pequenos aglomerados e partículas com formato esférico. A morfologia e, principalmente, a distribuição difere consideravelmente nas diferentes formulações (de MC_01 a MC_08).

Figura 36 – Imagens microcápsulas estéreio microscópio



(a) microcápsula MC_01, (b) microcápsula MC_02, (c) microcápsula MC_03, (d) microcápsula MC_04, (e) microcápsula MC_05, (f) microcápsula MC_06, (g) microcápsula MC_07 e (h) microcápsula MC_08.

Fonte: A autora (2023).

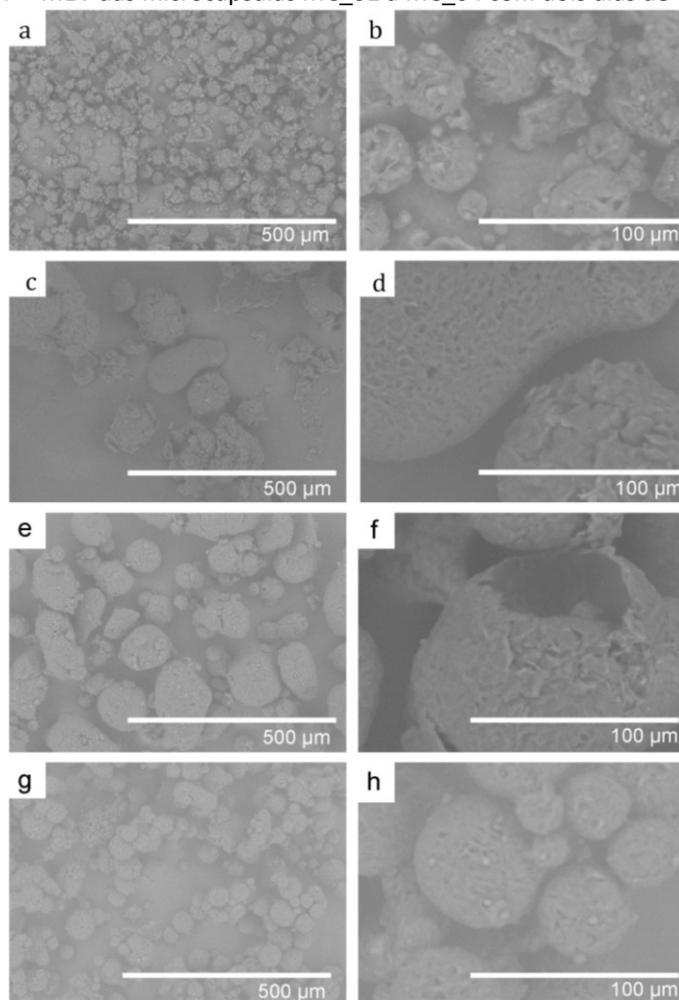
Na Figura 36 (a), é possível observar as microcápsulas (MC_01), compostas somente com o surfactante Tween 20, inferiores as demais amostras. Também apresentam tendência à formação de aglomerados. Já na Figura 36 (b), nas imagens das amostras MC_02, pode-se observar a formação de partículas irregulares e algumas partículas esféricas, com formato irregular e dimensões superiores ao restante das amostras, com aparência de agregado de partículas.

As Figuras 36 (c), (d), (e), (f), (g) e (h) apresentam partículas esféricas com diferentes dimensões (inferiores a 200 μm).

A morfologia da superfície das microcápsulas também foi investigada por meio de MEV. É possível observar que as microcápsulas de cera de carnaúba com núcleo de óleo essencial de citronela, assim como em estudos de Milanovic *et al.* (2010) e Yilmaztekin *et al.* (2019), as microcápsulas, na maioria das formulações, apresentaram formato esférico em dimensões não uniformes, com porosidade superficial decorrentes do encapsulamento do OEC na matriz da CC. Foram obtidas imagens no MEV após dois dias de processamento das amostras (não peneiradas) e 60 dias (peneiradas, malha 150 μm) do processamento das amostras acondicionadas em recipientes herméticos, a aproximadamente 25C°.

As imagens obtidas por meio do MEV das amostras MC_1 a MC_4 apresentaram agregados e microcápsulas aglomeradas e esféricas em diferentes dimensões, como mostra a Figura 37.

Figura 37 – MEV das microcápsulas MC_01 a MC_04 com dois dias de obtenção



(a, b) amostras MC_01, (c, d) amostras MC_02, (e, f) amostras MC_03 e (g, h) amostras MC_04.

Fonte: A autora (2023).

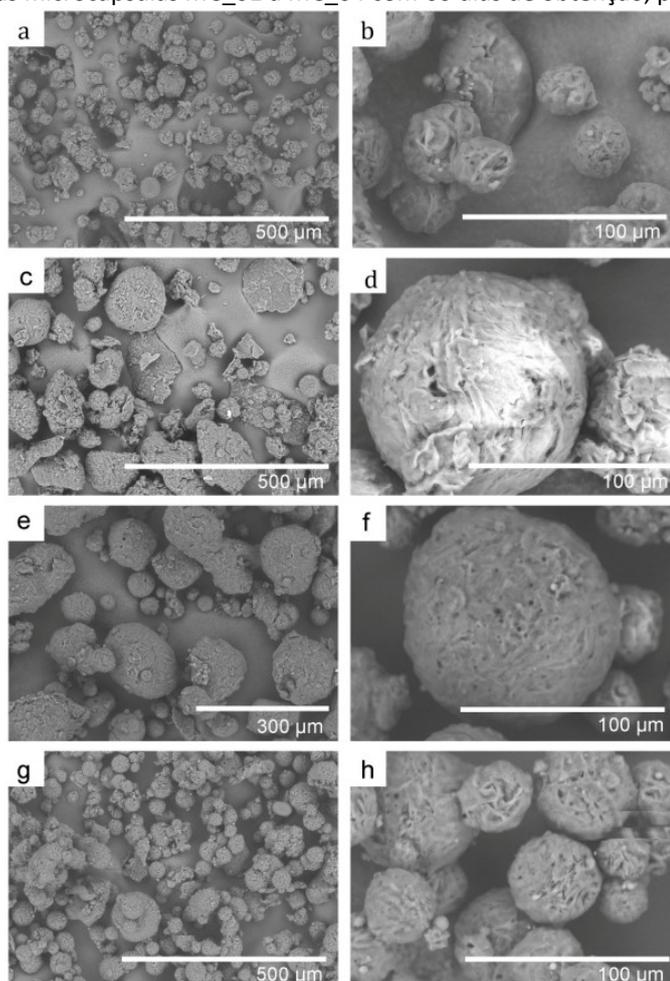
É possível observar pequenas esferas espalhadas na superfície das esferas maiores (Figura 37 (b, h)), o que indica a formação de microcápsulas menores depositadas na superfície. As amostras MC_01 apresentaram dimensões entre 03 μm e 60 μm .

As amostras MC_02 (Figura 37 (c, d)), compostas por Tween 20 e Span 40, nas imagens obtidas por MEV, apresentaram formatos irregulares de partículas, em sua maioria agregados e pouca formação de partículas esféricas.

As amostras MC_03 e MC_04 (Figura 37 (e, f g e h)) apresentaram formatos esféricos de partículas com formação de aglomerados e partículas esféricas com dimensões superiores às amostras de MC_01 obtidas utilizando somente o surfactante Tween 20 (Tabela 6).

As amostras de MC_01 a MC_04, peneiradas (150 μm), com 60 dias de obtenção (acondicionadas em recipientes hermeticamente fechados a uma temperatura média de 25° C), permaneceram com as mesmas características que as amostras com dois dias de obtenção – Figura 38.

Figura 38 - MEV das microcápsulas MC_01 a MC_04 com 60 dias de obtenção, peneiradas (150 μm)



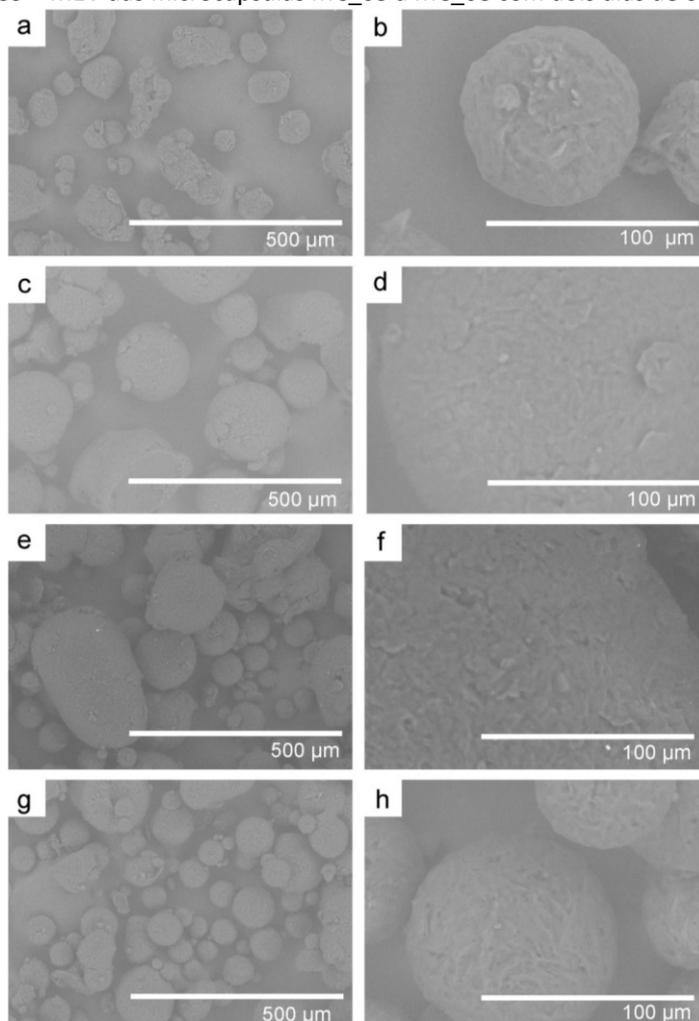
(a, b) amostras MC_01, (c, d) amostras MC_02, (e, f) amostras MC_03 e (g, h) amostras MC_04.

Fonte: A autora (2023).

Conforme Figura 38, as amostras não apresentaram alterações de estrutura após os 60 dias do seu processamento. Porém, é possível observar pequenos poros nas superfícies das amostras, o que pode indicar a liberação do óleo essencial por difusão em contato com o ar, ou a liberação forçada do óleo essencial por ação do vácuo do MEV durante a caracterização das amostras.

As amostras de microcápsulas obtidas com o uso de surfactante Tween 80, MC_05 a MC_08, apresentaram formatos irregulares e esféricos e presença de agregados – Figura 39.

Figura 39 – MEV das microcápsulas MC_05 a MC_08 com dois dias de obtenção



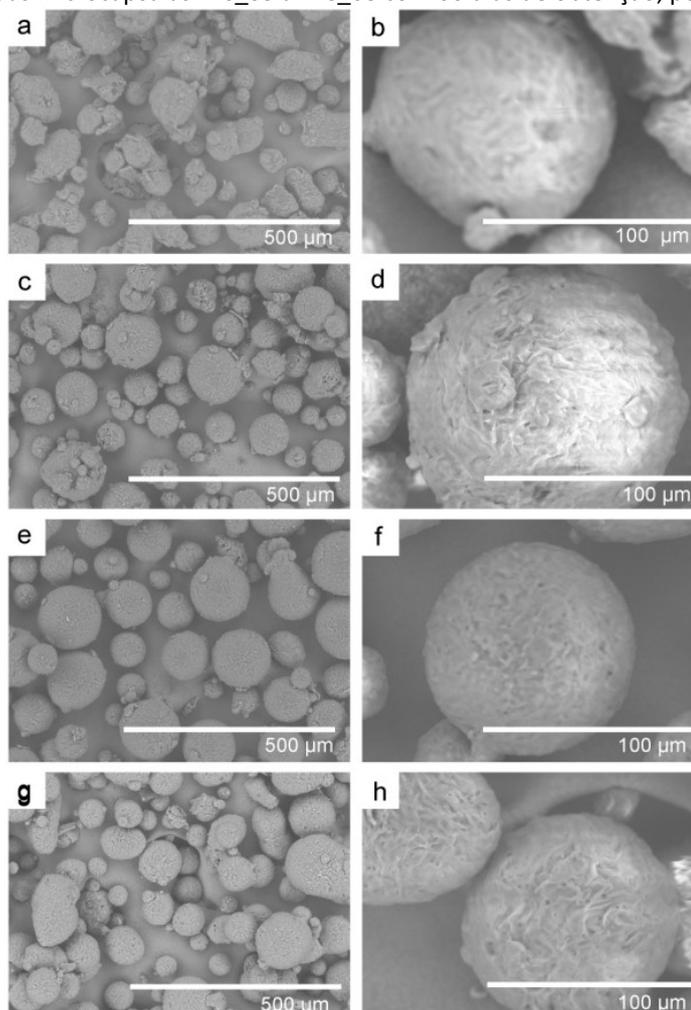
(a, b) amostras MC_05, (c, d) amostras MC_06, (e, f) amostras MC_07 e (g, h) amostras MC_08.

Fonte: A autora (2023).

Conforme Figura 39 e Figura 40, foi possível observar que as microcápsulas obtidas com surfactante Tween 80 em sua formulação apresentam estrutura esférica e casca regular, porém rugosa.

As amostras peneiradas apresentaram menor quantidade de partículas agregadas, bem como não apresentaram modificação na estrutura da casca após os 60 dias de processamento – Figura 40.

Figura 40 – MEV das microcápsulas MC_05 a MC_08 com 60 dias de obtenção, peneiradas (150 μm)



(a, b) amostras MC_05, (c, d) amostras MC_06, (e, f) amostras MC_07 e (g, h) amostras MC_08.

Fonte: A autora (2023).

As amostras MC_06, compostas por Tween 80 e Span 40, apresentaram microcápsulas em formato esférico com dimensões entre 10 e 130 μm , com superfície rugosa (Figura 40 (c, d)).

As amostras MC_07, compostas por Tween 80 e Span 60, apresentaram formato oval e esférico de partículas com pequena formação de agregados (Figura 40 (e, f)).

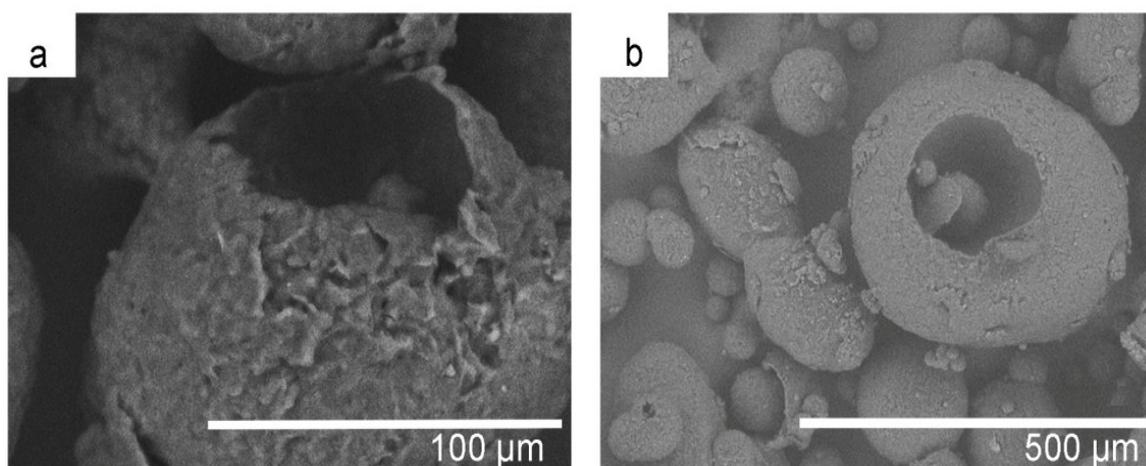
Pequenos pontos escuros foram observados na superfície da casca das microcápsulas (Figura 40), em comparação com as microcápsulas com dois dias de obtenção – Figura 39. O que pode indicar a difusão do ativo (óleo essencial de citronela) presente na matriz, após os

60 dias de processamento, ou a liberação forçada do óleo essencial por ação do vácuo do MEV durante a caracterização das amostras.

A formação de agregados e aglomerados pode ser resultado da presença de pequenas quantidades de OEC na superfície das microcápsulas, como identificado em estudo semelhante de Soltanzadeh *et al.* (2021).

As amostras MC_03 e MC_07, com Span 60 em suas formulações, apresentaram quebra na casca das microcápsulas – Figura 41.

Figura 41 – MEV de microcápsulas



Imagens MEV, (a) MC_03, (b) microcápsula MC_07.

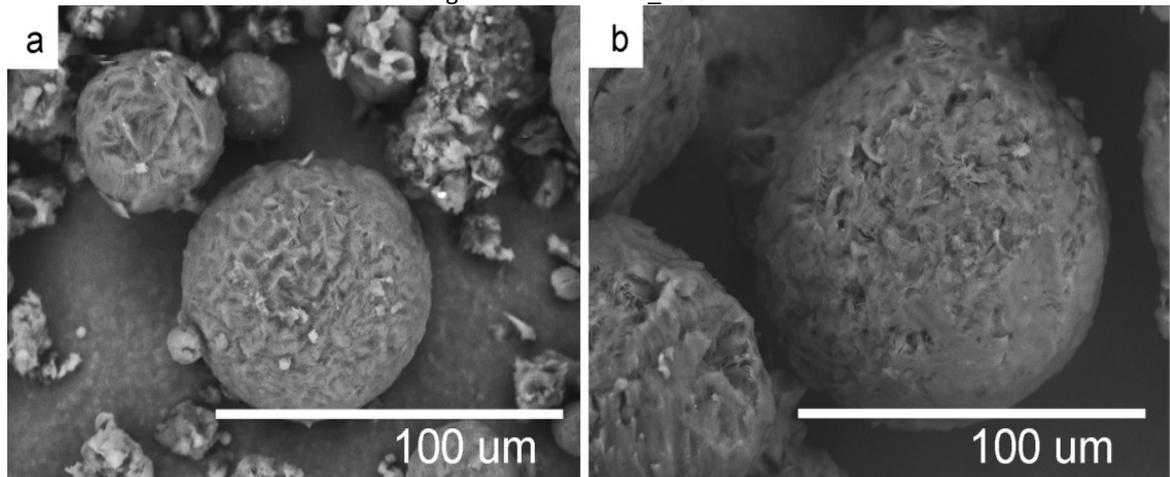
Fonte: A autora (2023).

Na Figura 41 é possível notar que as duas formulações – MC_03 composta por surfactante Tween 20 e Span 60 (Figura 41a) e MC_07 microcápsulas composta por surfactante Tween 80 e Span 60 (Figura 41b) – mostram microcápsulas quebradas, o que indica estruturas frágeis em relação às demais formulações.

4.4.1 Morfologia das microcápsulas e micropartículas utilizadas nos bioensaios com mosquitos

As análises de morfologia das microcápsulas (MC_08) e das micropartículas (MP), por meio de MEV, foram realizadas com o intuito de retratar as diferenças entre as duas amostras (Figura 42) utilizadas nos bioensaios com mosquitos.

Figura 42 – MEV MC_08 e MP



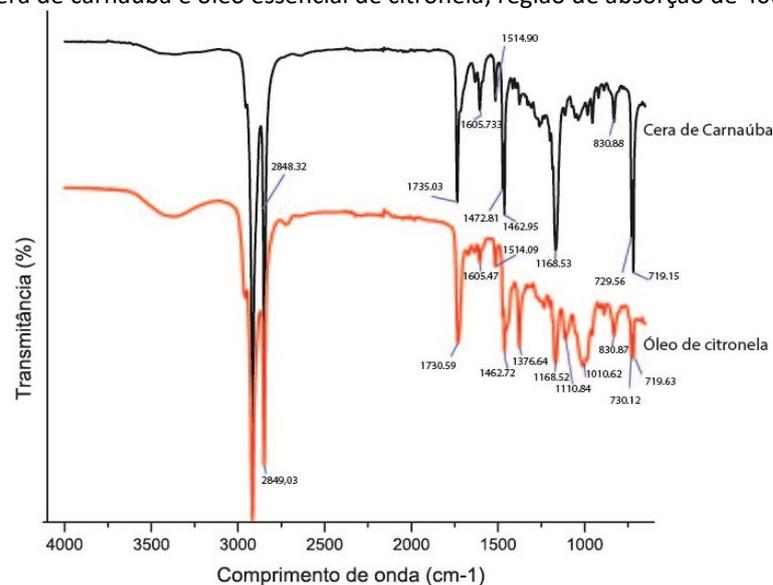
(a) microcápsulas (MC_08), (b) micropartícula (MP).

Fonte: A autora (2023).

É possível verificar formações de partículas esféricas menores na formulação das microcápsulas (Figura 42a) com relação às micropartículas (Figura 42b). As duas amostras apresentaram estrutura esférica e superfície rugosa. As micropartículas não apresentaram formações de agregados ou aglomerados.

4.5 ANÁLISE QUÍMICA

Os espectros de FTIR obtidos da cera de carnaúba (CC) e do óleo essencial de citronela (OEC) utilizados nas formulações estão representados na Figura 43.

Figura 43 – Cera de carnaúba e óleo essencial de citronela, região de absorção de 4000 a 650 cm^{-1} 

Fonte: A autora (2023).

O espectro de infravermelho da cera de carnaúba (CC) (Figura 43) apresenta bandas de absorção características dessa cera (MENESES *et al.*, 2019; INVERNIZZI *et al.*, 2018; LOZHECHNIKOVA *et al.*, 2017; MARIE-FLORENCE *et al.*, 2007; OLIVEIRA *et al.*, 2019), como a intensa banda de absorção em 1735 cm^{-1} correspondente a vibração de estiramento das carbonilas presentes nos ésteres ; em 1168 cm^{-1} vibração de alongamento da ligação CO , bem como as vibrações de metileno a 2916 cm^{-1} e 2848 cm^{-1} que se referem as vibrações simétricas e alongamento assimétrico de ligações C-O.

Os picos em 1472 cm^{-1} e 1466 cm^{-1} correspondem as vibrações de alongamento atribuídas ao CH₂ das ligações (OLIVEIRA *et al.*, 2019). É possível observar também duas bandas distintas em 729 cm^{-1} e 719 cm^{-1} , que se referem as vibrações de alongamento da ligação C-C e indicam alta natureza cristalina da cera analisada (ROBERTSON, VAN REENEN e DUVESKOG, 2020).

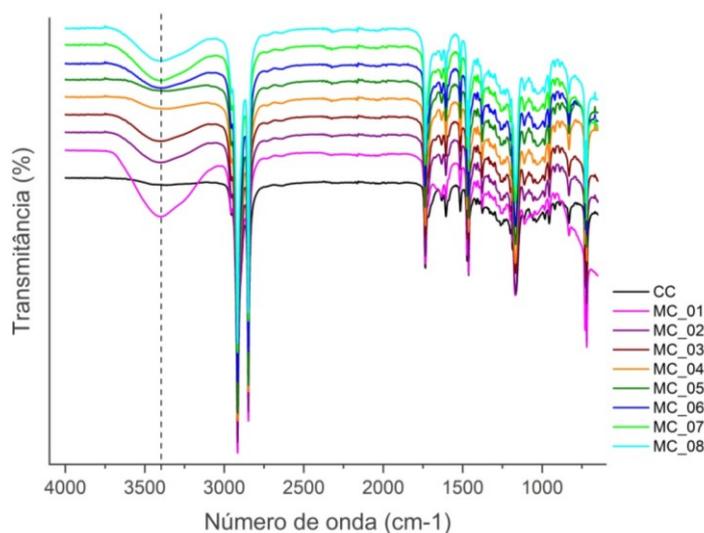
As bandas apresentadas para o óleo essencial de citronela (OEC) (Figura 43) correspondem à composição química de grupos funcionais das substâncias naturais presentes nos óleos (SONGKRO *et al.*, 2012).

Os principais picos de absorção se apresentam em 3415 cm^{-1} e correspondem ao estiramento das ligações do grupo O – H, pico em 2849 cm^{-1} que coincide com o alongamento aldeídico C – H, o pico de 1010 cm^{-1} que condiz com o estiramento C – O, o pico de 1730 cm^{-1} que refere-se ao alongamento C = O, os picos de 1514 cm^{-1} , 1462 cm^{-1} e 1376 cm^{-1} correspondentes a deformação do grupo C – O – H (AZIZ *et al.*, 2016).

Além dos acima citados, podem ser observados um pico em 830 cm^{-1} que representa o estiramento de alcenos C - H di ou tri-substituídos (RIHAYAT *et al.*, 2020) e vibrações atribuídas à presença de grupo C - H vinílico aromático a 730 cm^{-1} e 719 cm^{-1} (TIMUNG *et al.*, 2016).

Para identificar o OEC nas microcápsulas, as diferentes amostras foram analisadas utilizando os espectros da cera de carnaúba (CC) como controle. Os espectros de FTIR obtidos nas diferentes amostras são representados na Figura 44, com análise em cada região característica dos picos de adsorção do OEC.

Figura 44 – FTIR - região de absorção de 4000 a 650 cm^{-1}



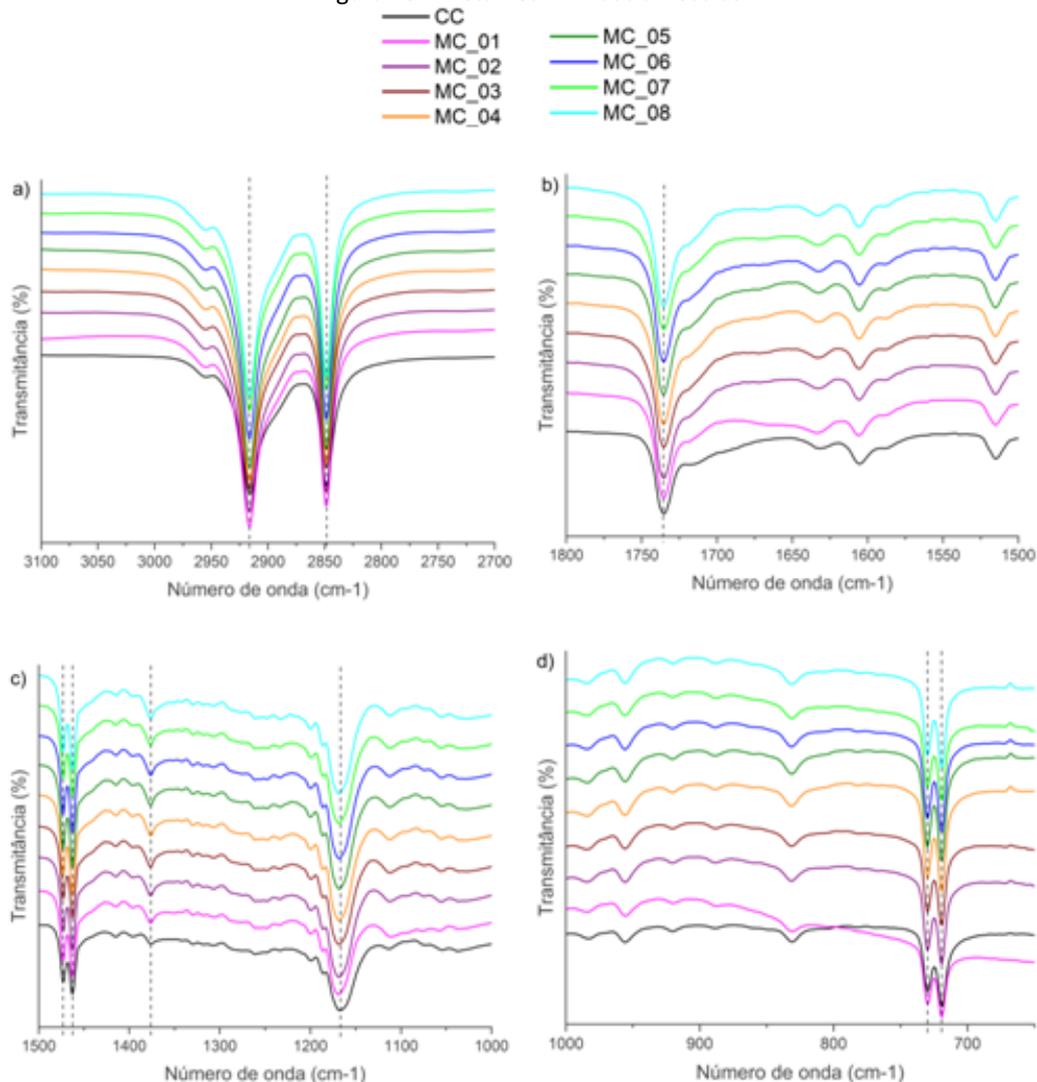
Fonte: A autora (2023).

A Figura 44 apresenta os espectros da região de absorção de 4000 a 650 cm^{-1} da CC como referência e das microcápsulas nas diferentes combinações de surfactantes. Nos espectros das microcápsulas, é possível observar alteração das bandas de absorção em 3415 cm^{-1} que correspondem ao estiramento das ligações do grupo O – H, que pode ser indicativo do óleo essencial ou umidade, visto que as formulações foram processadas com água destilada.

De acordo com estudos realizados por De Oliveira, Paula e Paula (2014), as bandas de absorção características de compostos aromáticos em óleos são: 1600, 1580 e 1440 cm^{-1} . Assim, conforme a Figura 45, foi possível verificar a presença do OEC nas microcápsulas devido ao deslocamento e sobreposição de picos do óleo sobre os picos da cera que podem ter sido mascaradas pela matriz (OLIVEIRA, PAULA e PAULA, 2014; MADUREIRA *et al.*, 2015).

Na faixa que compreende 1500 a 1000 cm^{-1} (Figura 45c), foi possível observar o alongamento da banda 1376 cm^{-1} correspondente a deformação do grupo C – O – H (AZIZ *et al.*, 2016) e característica da presença do OEC. Além disso, foram notadas as bandas a 1473 cm^{-1} decorrente das vibrações de alongamento atribuídas ao CH₂ das ligações (OLIVEIRA *et al.*, 2019) e, aproximadamente, a 1464 cm^{-1} , o que pode ser decorrente da sobreposição das bandas a 1462 cm^{-1} e 1466 cm^{-1} que correspondem, respectivamente, a deformação do grupo C – O – H no OEC e vibrações de alongamento atribuída ao CH₂ das ligações no CC (AZIZ *et al.*, 2016; OLIVEIRA *et al.*, 2019).

Figura 45 – Detalhes FTIR das amostras



(a) região de absorção de 3100 a 2700 cm^{-1} , (b) região de absorção de 1800 a 1500 cm^{-1} , (c) região de absorção de 1500 a 1000 cm^{-1} e (d) região de absorção de 1000 a 650 cm^{-1} .

Fonte: A autora (2023).

O alongamento do pico de absorção em 2849cm^{-1} (figura 45a), observado em todos os espectros das microcápsulas, sugere a microencapsulação do OEC (pico característico em 2849cm^{-1} – Figura 43) na matriz de cera (SONGKRO *et al.*, 2012).

Foi verificado o alongamento dos picos de absorção com menor intensidade nas microcápsulas, em 1605cm^{-1} , 1514cm^{-1} e 1462cm^{-1} (C=C de aromáticos), em comparação com a CC (Figura 45b).

Na faixa que compreende 1500 a 1000 cm^{-1} (Figura 45c), foi possível observar o alongamento da banda 1376cm^{-1} correspondente a deformação do grupo C – O – H (AZIZ *et al.*, 2016) e característica da presença do OEC. Além disso, foram notadas as bandas a 1473cm^{-1} decorrente das vibrações de alongamento atribuídas ao CH₂ das ligações (OLIVEIRA *et al.*,

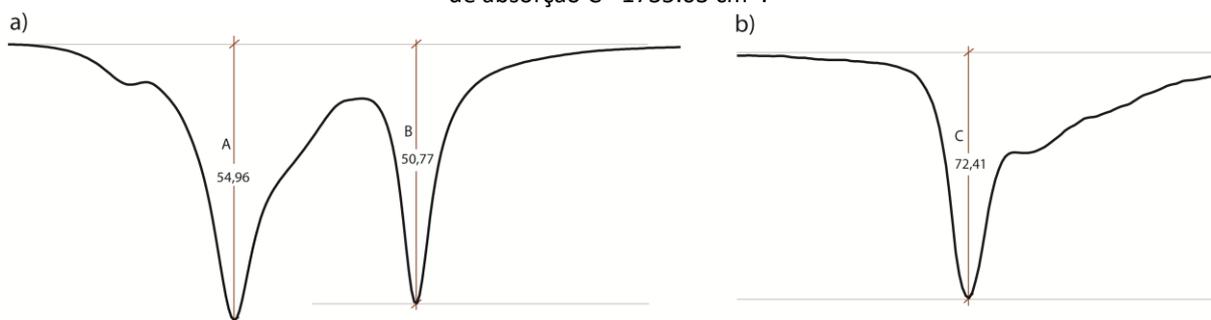
2019) e, aproximadamente, a 1464 cm^{-1} , o que pode ser decorrente da sobreposição das bandas a 1462 cm^{-1} e 1466 cm^{-1} que correspondem, respectivamente, a deformação do grupo C – O – H no OEC e vibrações de alongamento atribuída ao CH₂ das ligações no CC (AZIZ *et al.*, 2016; OLIVEIRA *et al.*, 2019).

A Figura 45d apresenta o alongamento das bandas de absorção em 730 cm^{-1} e 719 cm^{-1} , que podem ser atribuídos a interação das ligações do grupo C-H vinílico aromático do OEC com a ligação C-C da cera de CC provocando alteração na estrutura cristalina, indicando a interação do óleo com a cera (ROBERTSON, VAN REENEN e DUVESKOG, 2020; TIMUNG *et al.*, 2016).

Através das análises de FTIR não foi possível informar a eficiência da microencapsulação do OEC em CC, contudo, foi possível verificar a presença das bandas características do OEC presentes nas microcápsulas.

Além disto, Muscat *et al.* (2014), em seus estudos, concluíram que os surfactantes apresentam picos característicos de absorção semelhantes aos picos característicos do espectro da cera de carnaúba em 2916 cm^{-1} , 2848 cm^{-1} e 1736 cm^{-1} . Portanto, quando comparados com o espectro de referência da CC, o alongamento desses picos nos espectros de FTIR das microcápsulas pode ter sido influenciado pela interação dos surfactantes com a cera, resultando no seu alongamento, apontando o alongamento e pontos de referência de cota das referidas bandas de absorção (Figura 45).

Figura 46 – FTIR – Cera de carnaúba (controle), (a) picos de absorção A - 2916 cm^{-1} e B - 2848.32 cm^{-1} , (b) picos de absorção C - 1735.03 cm^{-1} .



Fonte: A autora (2023).

Para verificar a influência dos surfactantes nas microcápsulas, os espectros das amostras foram dimensionados, seguindo modelo da Figura 46, para análise do alongamento dos

espectros das microcápsulas comparados com os espectros da cera de carnaúba, conforme mostra a Tabela 7.

Tabela 7 – Alongamento de bandas de absorção características dos surfactantes

Sample	Surfactantes	Pico A		Pico B		Pico C	
		Distância pico A	Diferença amostra e controle	Distância pico B	Diferença amostra e controle	Distância pico C	Diferença amostra e controle
CC		69,9	0	64,74	0	77,35	0
MC_01	Tween 20	106,11	36,21	96,54	31,8	114,92	37,57
MC_02	Tween 20 Span 40	96,36	26,46	81,89	17,15	102,97	25,62
MC_03	Tween 20 Span 60	109,24	39,34	98,32	33,58	123,3	45,95
MC_04	Tween 20 Span 80	107,32	37,42	97,89	33,15	113,56	36,21
MC_05	Tween 80	108,56	38,66	96,88	32,14	110,77	33,42
MC_06	Tween 80 Span 40	99,61	29,71	88,16	23,42	104,33	26,98
MC_07	Tween 80 Span 60	105,35	35,45	95,52	30,78	109,58	32,23
MC_08	Tween 80 Span 80	109,03	39,13	96,96	32,22	127,77	50,42

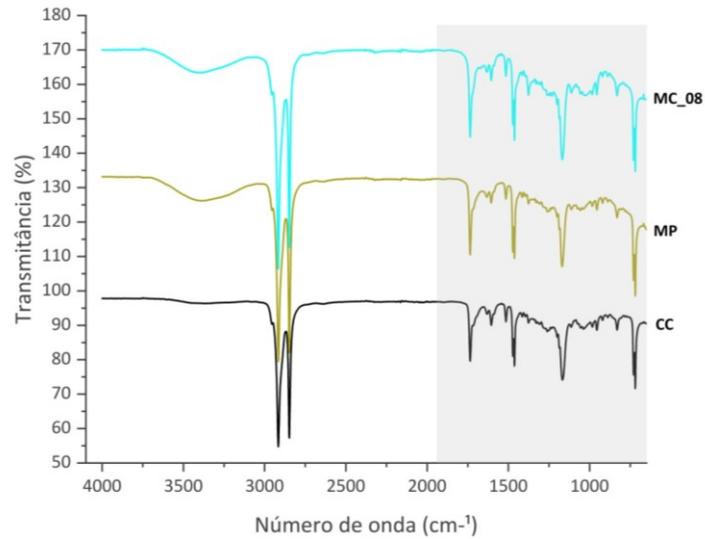
Fonte: A autora (2023).

Com base nos dados apresentados na Tabela 7, todas as amostras apresentaram alongamento nos picos referenciados. As amostras compostas por Span 40 em suas formulações apresentaram menor interferência nos picos analisados, enquanto as amostras compostas pelas demais combinações de surfactantes apresentaram maior interferência.

4.5.1 FTIR – microcápsulas e micropartículas utilizadas nos bioensaios com mosquitos

Os espectros de FTIR da cera de carnaúba (CC), microcápsulas (MC_08) e micropartículas (MP) são apresentados na Figura 47. Esta análise foi realizada para retratar as diferenças entre as duas amostras utilizadas nos bioensaios com mosquitos.

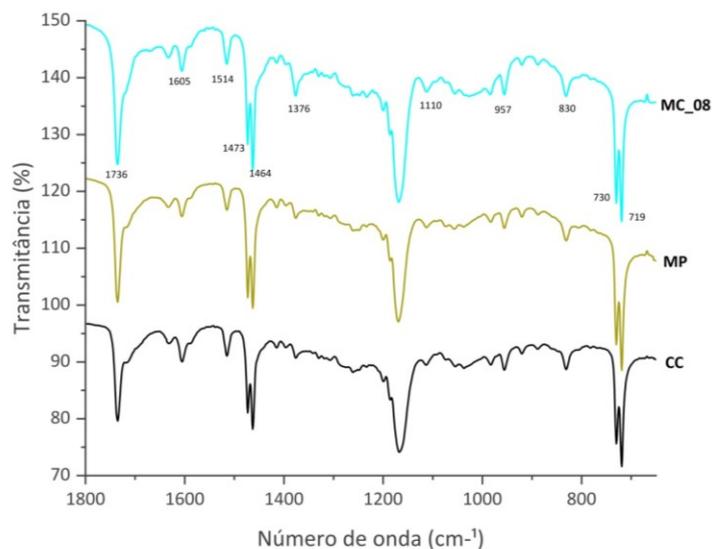
Figura 47 – FTIR – região de absorção de 4000 a 650 cm^{-1} , amostras MC_08, MP e CC



Fonte: A autora (2023).

Foi possível observar, nos espectros da MC_08, o alongamento da banda 1376 cm^{-1} correspondentes a deformação do grupo C – O – H (AZIZ *et al.*, 2016) característico da presença do OEC. Além disso, foram notadas as bandas a 1473 cm^{-1} decorrentes das vibrações de alongamento atribuídas ao CH₂ das ligações (OLIVEIRA *et al.*, 2019) e, em aproximadamente, a 1464 cm^{-1} que pode ser decorrente da sobreposição das bandas a 1462 cm^{-1} e 1466 cm^{-1} que correspondem, respectivamente, a deformação do grupo C – O – H no OEC e vibrações de alongamento atribuída ao CH₂ das ligações na CC (AZIZ *et al.*, 2016; OLIVEIRA *et al.*, 2019).

Figura 48 – FTIR – região de absorção de 1800 a 650 cm^{-1} , amostras MC_08, MP e CC



Fonte: A autora (2023).

Também foi verificado o alongamento dos picos de absorção com menor intensidade em 1605 cm^{-1} , 1514 cm^{-1} e 1462 cm^{-1} (C=C de aromáticos) nas microcápsulas em comparação com as MP e a CC (Figura 48).

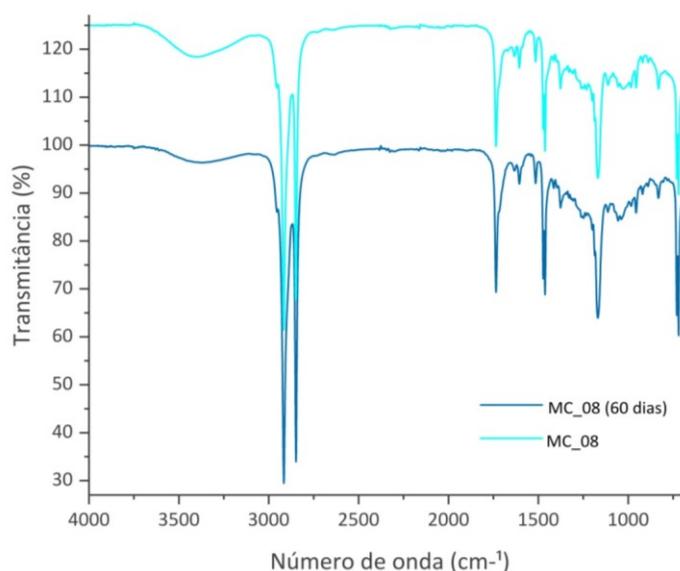
O espectro da Figura 48, da amostra MC_08, também apresenta um pico alongado em 830 cm^{-1} que representa o estiramento de alcenos C - H di ou tri-substituídos (RIHAYAT, *et al.*, 2020), bem como vibrações atribuídas à presença de grupo C - H vinílico aromático a 730 cm^{-1} e 719 cm^{-1} (TIMUNG *et al.*, 2016) identificados no óleo essencial de citronela.

Nos espectros das MP, foi observada alteração das bandas de absorção em 3415 cm^{-1} que correspondem ao estiramento das ligações do grupo O - H, também detectadas nas MC_08, podendo ser indicativo de umidade, visto que as formulações foram processadas com água destilada.

4.5.2 FTIR – microcápsulas MC_08 e MC_08 (60 dias)

Os espectros de FTIR obtidos da amostra MC_08 e MC_08 (60 dias) são apresentados na Figura 49, para verificar a possível volatilização do óleo essencial das microcápsulas em 60 dias expostos no ambiente, a uma temperatura média de $26\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 49 – FTIR – região de absorção de 4000 a 650 cm^{-1} , amostras MC_08 e MC_08 60 dias



Fonte: A autora (2023).

Conforme observado na Figura 49, não foram constadas diferenças nas bandas de absorção, o que indica a presença do óleo essencial de citronela nas microcápsulas após 60 dias. Porém, foi observada alteração das bandas de absorção em 3415 cm^{-1} , que correspondem ao estiramento das ligações do grupo O – H, detectadas em maior intensidade nas MC_08, e diminuição do alongamento desta banda em MC_08 após 60 dias em contato com o ambiente, podendo ser indicativo de diminuição de umidade.

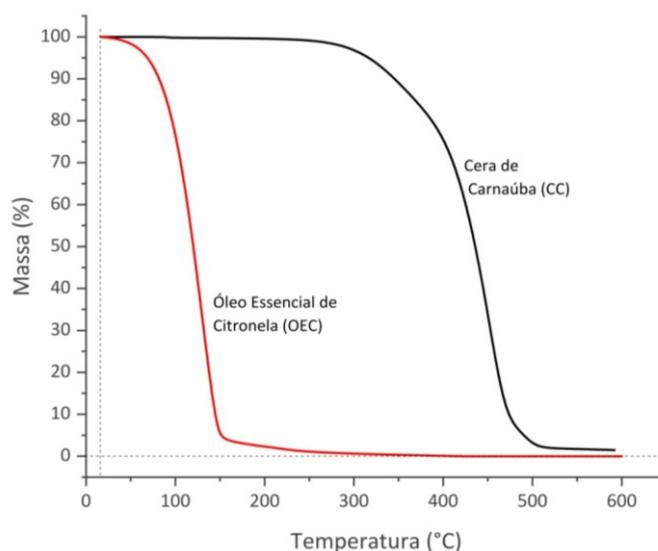
4.6 COMPORTAMENTO TÉRMICO – TGA E DSC

4.6.1 Análise Termogravimétrica – CC, OEC e amostras MC_01 a MC_08

O comportamento térmico das amostras foi verificado por meio de TGA a uma faixa de temperatura de 20 a 600 °C e DSC em uma faixa de temperatura de - 20 a 220 °C.

Uma vez que o método utilizado para a produção das microcápsulas necessitou de aquecimento a, aproximadamente, 95 °C, a produção dessas pode ter sofrido comprometimento, já que o óleo essencial de citronela possui alta volatilidade. Sendo assim, a análise da TGA pode ser útil para determinar a mudança de massa após o processo de obtenção das amostras e, conseqüentemente, o teor de EOC nas amostras (GALVÃO *et al.*, 2020). O TGA da cera de carnaúba (CC) apresenta três perdas de massa que se sobrepõem entre as temperaturas de 200 °C e 550 °C, indicando um processo de degradação complexo (Figura 50).

Figura 50 – TGA – CC e OEC



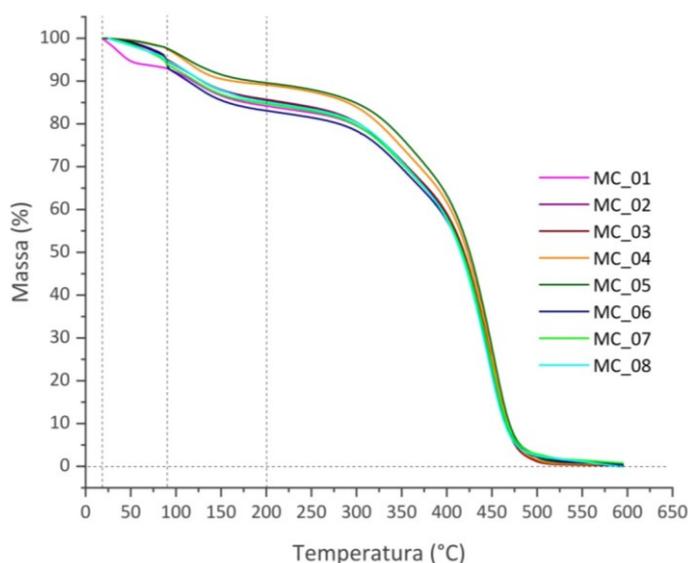
Fonte: A autora (2023).

A primeira perda de massa da CC tem temperatura inicial de degradação (Ti) em torno de 250 °C, demonstrando que a cera em questão apresenta boa estabilidade térmica. Além disso, a maior perda de massa (60%) se dá entre os dois primeiros picos de máxima da derivada (348,5 °C e 455,5 °C, respectivamente) que engloba a faixa indicada por Freitas *et al.* (2016), entre 333,8 °C e 389,5 °C, correspondente a queima do PCO-C (pó cerífero original) que é formado por uma mistura de substâncias, especialmente ésteres, que revestem as células da epiderme das folhas da carnaúba e dão origem a cera.

Já o óleo essencial mostra Ti em torno de 25,3 °C e temperatura final de degradação (Tf) em 171,5 °C, com perda de massa de 96,9% neste intervalo que apresenta apenas um patamar de perda, indicando que este óleo é altamente volátil. Além disso, os valores estão de acordo com o trabalho de Bezerra *et al.* (2016), que apresenta a faixa de variação de massa entre 30 °C e 200 °C do óleo essencial de citronela (Figura 50).

Por meio da análise termogravimétrica, foi possível indicar a presença de óleo essencial de citronela, de forma quantitativa, nas microcápsulas de cera de carnaúba (Figura 51).

Figura 51 – TGA das microcápsulas – amostras MC_01 a MC_08



Fonte: A autora (2023).

As curvas termogravimétricas das microcápsulas (Figura 51) revelam perdas de massa distintas para cada componente, indicando decomposição térmica em diferentes estágios.

A análise dos dados das curvas de TGA (Figura 50) mostrou um mecanismo de degradação em dois grupos. O primeiro, no intervalo de 30 °C até 225 °C, indicando as propriedades térmicas do OEC, e o segundo apontando a perda de massa da cera de carnaúba no intervalo de 225 a 550 °C.

Com exceção das amostras MC_04 e MC_05, todas as demais amostras apresentaram, no primeiro grupo, dois eventos térmicos. O primeiro evento ocorreu na faixa de 20 a 100°C, que corresponde a perda de massa inicial do OCE e que pode ser decorrente de resíduo de óleo não encapsulado, o que confirma os resultados das microscopias ou retenção de água. O segundo evento ocorre entre 100 e 225 °C e indica um retardamento para a liberação do óleo essencial e conseqüente encapsulamento do óleo essencial de citronela.

As amostras MC_04 e MC_05 apresentaram apenas um patamar de perda, próximo ao do segundo evento térmico (entre 100 e 225 °C), indicando que a quantidade de material residual foi menor, com encapsulamento mais efetivo.

A perda de massa nesse grupo variou entre 11 e 19%, enquanto no segundo grupo variou entre 81 e 89% de massa. Sendo que a amostra MC_06 indicou maior percentual de perda massa no primeiro grupo (18,53 %), o que pode indicar que esta amostra encapsulou mais óleo do que as outras ou pode ser indicação de retenção de água. Entretanto, a variação do percentual de massa entre 100 e 225 °C foi pequena, indicando que não houve grande influência na quantidade do material encapsulado devido ao aquecimento (Tabela 8).

Tabela 8 – Percentual de perda de massa – TGA

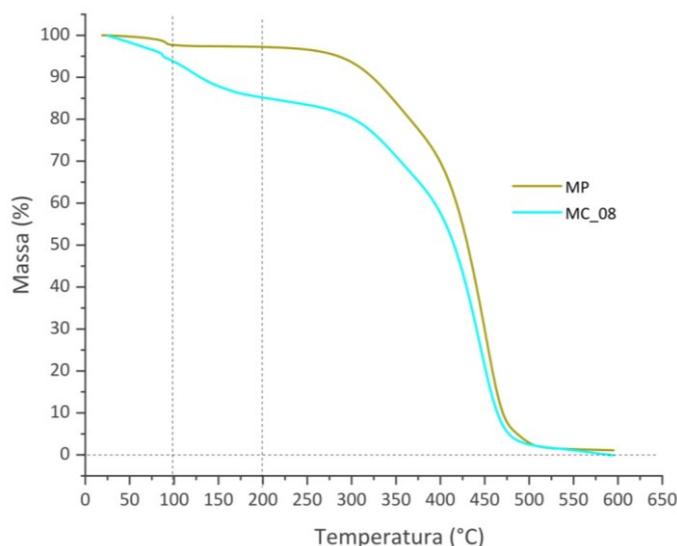
Amostras	Percentual de perda de massa – TGA (%)				Massa residual (%)
	30 á 100 °C	100 á 225 °C	Total 20 á 225 °C	225 á 600 °C	Total em 600 °C
OEC	-	-	98,39	1,61	0
CC	-	-	-	98,53	1,47
MC_01	6,24	10,11	16,35	82,94	0,71
MC_02	6,36	9,09	15,45	83,79	0,76
MC_03	5,70	9,58	15,28	84,60	0,12
MC_04		11,55	11,55	88,00	0,45
MC_05		11,10	11,10	88,18	0,72
MC_06	8,02	10,51	18,53	81,13	0,34
MC_07	6,98	9,97	16,95	82,27	0,78
MC_08	5,75	9,91	15,66	84,44	0

Fonte: A autora (2023).

4.6.2 Análise Termogravimétrica – amostras utilizadas nos ensaios com mosquitos

A Figura 52 apresenta os termogramas obtidos por TGA, retratando a perda de massa e o padrão de degradação térmica das micropartículas (MP) e microcápsulas (MC_08).

Figura 52 – TGA das micropartículas (MP) e das microcápsulas MC_08.



Fonte: A autora (2023).

A análise dos dados das curvas de TGA (Figura 52) demonstrou um mecanismo de degradação das micropartículas (MP) em dois grupos. Sendo o primeiro no intervalo de 30 °C até 100 °C, indicando uma perda massa de, aproximadamente, 2 %, o que pode ser indicação de umidade ou presença residual dos surfactantes. O segundo grupo aponta a perda de massa da cera de carnaúba no intervalo de 100 a 550 °C.

Já as microcápsulas revelaram perdas de massa distintas para cada componente, indicando decomposição térmica em diferentes estágios (Figura 52). A análise dos dados das curvas de TGA mostraram um mecanismo de degradação em dois grupos. Sendo o primeiro no intervalo de 30°C até 225°C, indicando as propriedades térmicas do OEC, e o segundo aponta a perda de massa da cera de carnaúba no intervalo de 225 a 550 °C.

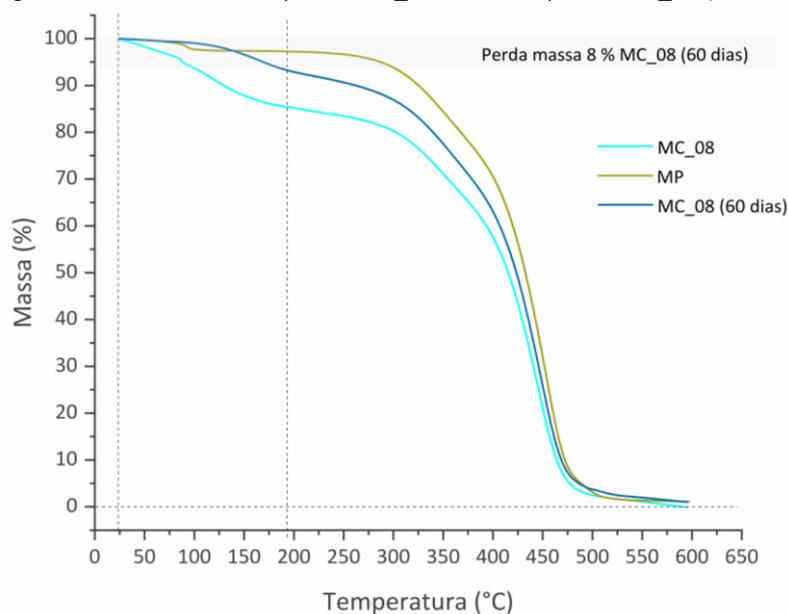
Esse resultado indica que o OEC está encapsulado na matriz de cera e que o encapsulamento permite a retenção deste óleo até, aproximadamente, 225 °C.

4.6.3 Análise Termogravimétrica – amostra MC_08 e MC_08 (60 dias)

A Figura 53 apresenta os termogramas obtidos por TGA, os quais foram realizados para analisar e quantificar a diferença de perda de massa entre as amostras de microcápsulas MC_08 e amostras de microcápsulas MC_08 expostas em ambiente com temperatura média de 26 °C.

É possível observar, por meio da Figura 53, as curvas de TGA, as quais mostraram um mecanismo de degradação em dois grupos. Sendo que o primeiro indica as propriedades térmicas do OEC e o segundo aponta a perda de massa da cera de carnaúba.

Figura 53 – TGA – microcápsulas MC_08 e microcápsulas MC_08 (60 dias)



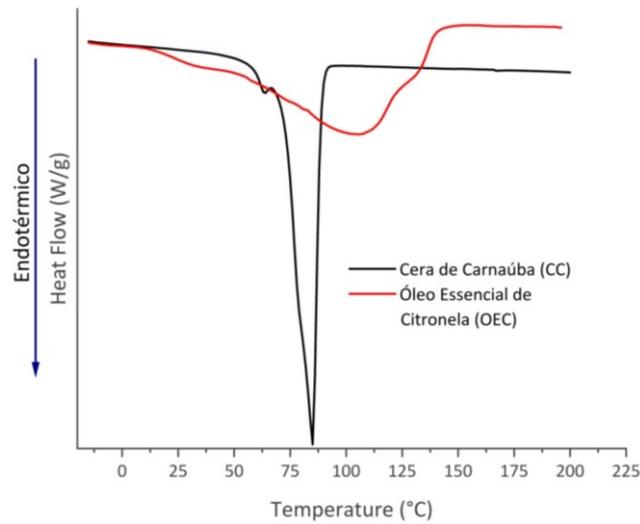
Fonte: A autora (2023).

É possível verificar ainda, na Figura 53 e na Tabela 8, um indicativo de encapsulamento do óleo essencial de citronela de 15,66% em cera de carnaúba na amostra MC_08. O termograma da Amostra MC_08 (60 dias) (Figura 53) aponta um percentual de 8% de massa de óleo essencial de citronela presente nas microcápsulas. Esse resultado indica uma liberação lenta do óleo essencial microencapsulado em cera de carnaúba, a uma temperatura média de 26 °C, durante os 60 dias expostos.

4.6.4 Análise de DSC – CC, OEC e amostras MC_01 a MC_08

A curva de DSC (Figura 54) da cera de carnaúba mostrou pico endotérmico com temperatura de início de fusão extrapolada (Tonset) aos 84,89 °C e entalpia de 217,4 J/g, resultados similares aos apontados pelos estudos realizados por Villalobos-Hernandes e Müller-Goymann (2006), Zhang *et al.* (2011) e Meneses *et al.* (2019).

Figura 54 – DSC – CC e OEC



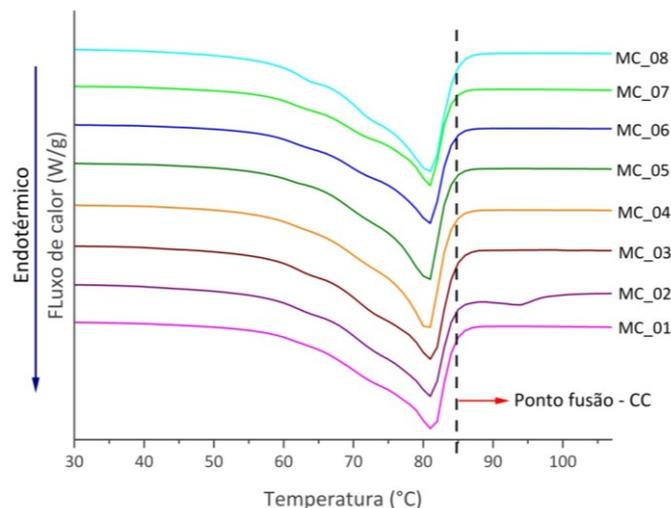
Fonte: A autora (2023).

A amostra do óleo essencial de citronela (Figura 54), possivelmente pela oxidação e vaporização da amostra, apresentou um pico endotérmico atribuído à sua volatilização, com Tonset de, aproximadamente, 107 °C e entalpia de 343,9 J/g.

As curvas DSC para todas as misturas, em comparação com a CC pura, apontaram uma diminuição no ponto de fusão e da entalpia de fusão (Tabela 9 e Figura 55).

A alteração nos picos de fusão é dada pela interferência do OEC na organização cristalina da CC. Uma matriz menos ordenada favorece uma maior capacidade de carga de ingredientes ativos, pois uma estrutura em malha, com o aumento do número de vazios, é capaz de acomodar um número maior de outras moléculas (GALVÃO *et al.*, 2020).

Figura 55 – DSC (a) da cera de carnaúba e do óleo essencial de citronela e (b) das microcápsulas – amostras MC_01 a MC_08



Fonte: A autora (2023).

Quanto maior a desorganização da estrutura da matriz da CC, maior será a quantidade de óleo (ativo) incorporado na matriz e menor será a energia de absorção de calor empregada para que a fusão aconteça – conforme pode ser observado com a diminuição da entalpia das amostras, quando comparadas à entalpia de cera que varia em até 40,4%, demonstrando que houve formação das microcápsulas (PEREIRA *et al.*, 2019). O que leva a conclusão de que as misturas mais efetivas são as MC_06 e MC_07, pois apresentaram menor valor de entalpia em comparação às demais amostras.

Tabela 9 – Temperaturas extrapoladas de início de fusão (Tonset), temperatura de final extrapolado de fusão (Tend), temperatura de transição vítrea (Tg), entalpia de fusão e percentual de cristalinidade das amostras analisadas em DSC

Amostras	Fusão/fases de transição			
	T onset (°C)	Tg (°C)	T end(°C)	ΔH (J/g)
OEC	48,08	106,65	145,65	343,9
CC	71,96	84,89	96,67	217,4
MC_01	70,95	81,16	90,50	157,9
MC_02	68,89	80,99	88,71	171,6
MC_03	69,78	81,11	88,02	173,6
MC_04	71,33	80,59	88,13	168,2
MC_05	70,06	80,87	88,56	154,7
MC_06	70,66	80,77	88,45	142,2
MC_07	71,94	80,86	88,34	138,9
MC_08	67,98	80,77	89,20	167,3

Fonte: A autora (2023).

A inserção de óleos essenciais em estruturas em cera, proteínas e gelatinas indicou resultados semelhantes quanto a diminuição da Tg (temperatura de transição vítrea) das misturas (PEREIRA *et al.*, 2019), fato comprovado pela diminuição da transição vítrea das amostras de MC_01 a MC_08 em, aproximadamente, 20%, em comparação a CC pura (Tabela 9).

4.6.5 DSC – amostras utilizadas nos ensaios com mosquitos

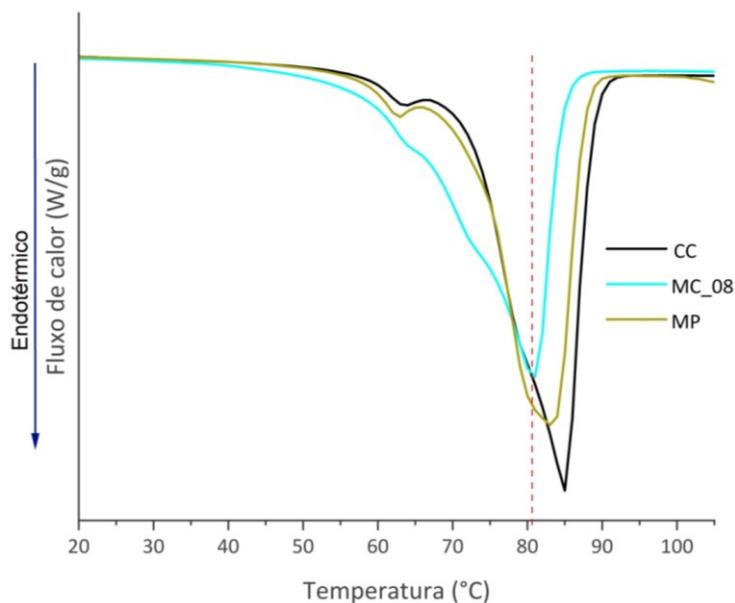
As curvas DSC das MP e MC_08, em comparação com a CC pura, apontaram uma diminuição no ponto de fusão e da entalpia de fusão, possível de verificar na Figura 56 e Tabela 10.

Tabela 10 – DSC – CC, MP e MC_08

Amostras	Fusão/fases de transição			
	T onset (°C)	Tg (°C)	T end(°C)	ΔH (J/g)
CC	71,96	84,89	96,67	217,4
MP	72,74	82,98	91,07	201,8
MC_08	67,98	80,77	89,20	167,3

Fonte: A autora (2023).

Figura 56 – DSC – cera de carnaúba (CC), micropartículas (MP) e microcápsulas (MC_08)



Fonte: A autora (2023).

A diminuição do pico de fusão das MP, verificado na Figura 56, ocorre devido às alterações da estrutura da cera de carnaúba emulsificada e processada em micropartículas, pois ocorrem pequenas alteração em sua estrutura cristalina.

A alteração nos picos de fusão e a considerável diminuição da entalpia de fusão da MC_OEC, em relação as MP e CC, são dadas pela microencapsulação do OEC na cera de carnaúba.

4.6.6 DSC – amostras MC_08 e MC_08 (60 dias)

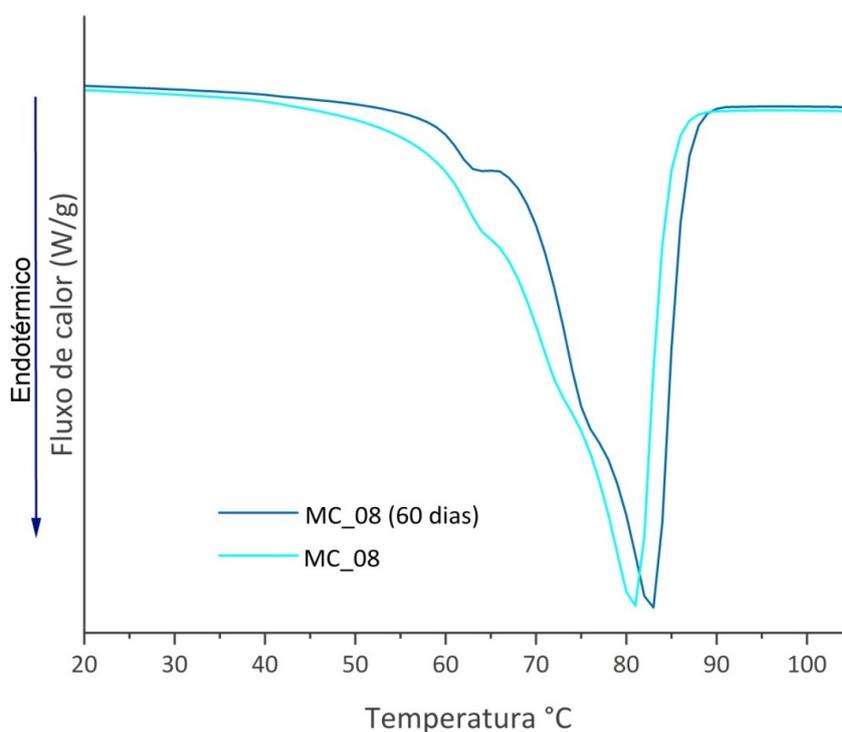
A curva de DSC da amostra MC_08 (60 dias), em comparação com a amostra MC_08, apontou um aumento no ponto de fusão e da entalpia de fusão. Conforme pode ser verificado na Figura 57 e na Tabela 11.

Tabela 11 – DSC – MC_08 e MC_08 (60 dias)

Amostras	Fusão/fases de transição			
	T onset (°C)	Tg (°C)	T end(°C)	ΔH (J/g)
MC_08	67,98	80,77	89,20	167,3
MC_08 (60 dias)	68,72	82,74	92,14	177,2

Fonte: A autora (2023).

Figura 57 – DSC – microcápsulas MC_08 e microcápsulas MC_08 (60 dias)



Fonte: A autora (2023).

O aumento do ponto de fusão e da entalpia de fusão da amostra MC_08 (60 dias), em comparação com a amostra MC_08, é um indicativo de que parte do OEC microencapsulado volatilizou das amostras. Pois, com uma menor quantidade de OEC na matriz das microcápsulas, maior é a energia de absorção de calor empregada para que a fusão das microcápsulas aconteça.

4.7 GC-MS CROMATOGRAFIA GASOSA-ESPECTROMETRIA DE MASSA

Por meio da cromatografia gasosa foi possível identificar os componentes majoritários nas amostras, conforme demonstrado na Tabela 12 e na Figura 58.

Tabela 12 – GC-MS do OEC, MC_08 e MC_08 (60 dias)

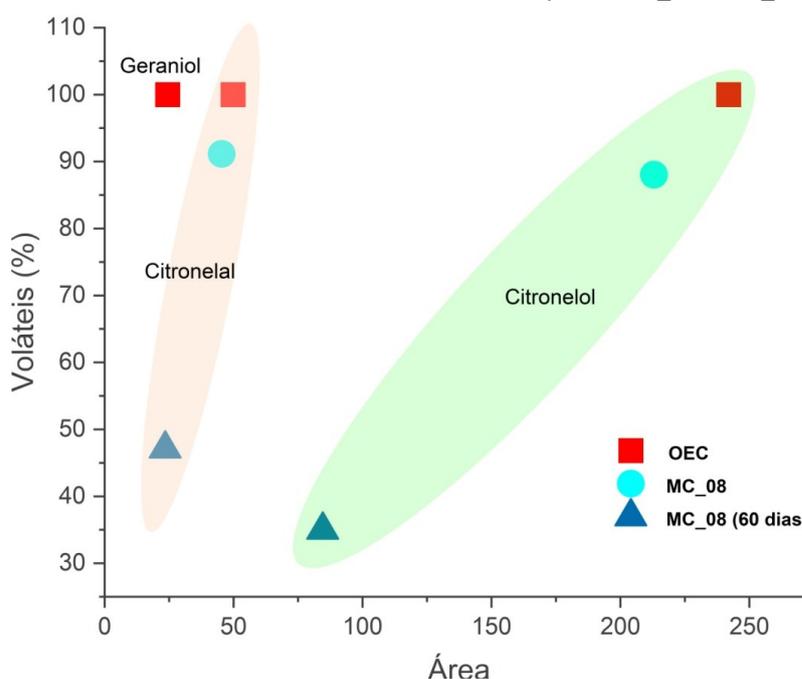
Amostra	Cromatografia					
	Citronelol		Citronelal		Geraniol	
	Área	%	Área	%	Área	%
OEC	241,986	100,0	49,834	100,0	24,4	100,0
MC_08	213,017	88,0	45,415	91,1	*	*
MC_08 (60 dias)	84,614	35,0	23,467	47,1	*	*

Fonte: A autora (2023).

É possível verificar, tanto na Tabela 12 quanto Figura 58, a identificação dos compostos majoritários do OEC utilizados na microencapsulação em cera de carnaúba (CC), o citronelol, o citronelal e o geraniol, também identificados em outros estudos (HAZARIKA *et al.*, 2020; BORGES *et al.*, 2021; SAWADOGO *et al.*, 2022).

Os resultados de GC-MS da amostra MC_08 identificaram somente os compostos de citronelol e citronelal, o geraniol não foi detectado, indicando que não ocorreu a microencapsulação desse composto. É possível verificar também que, com relação ao OEC puro, ocorreu uma perda de 12% de citronelol e 9% de citronelal durante o processamento das microcápsulas (Figura 58 e Tabela 12).

Figura 58 – CG-MS do óleo essencial de citronela microcápsulas MC_08 e MC_08 (60 dias)

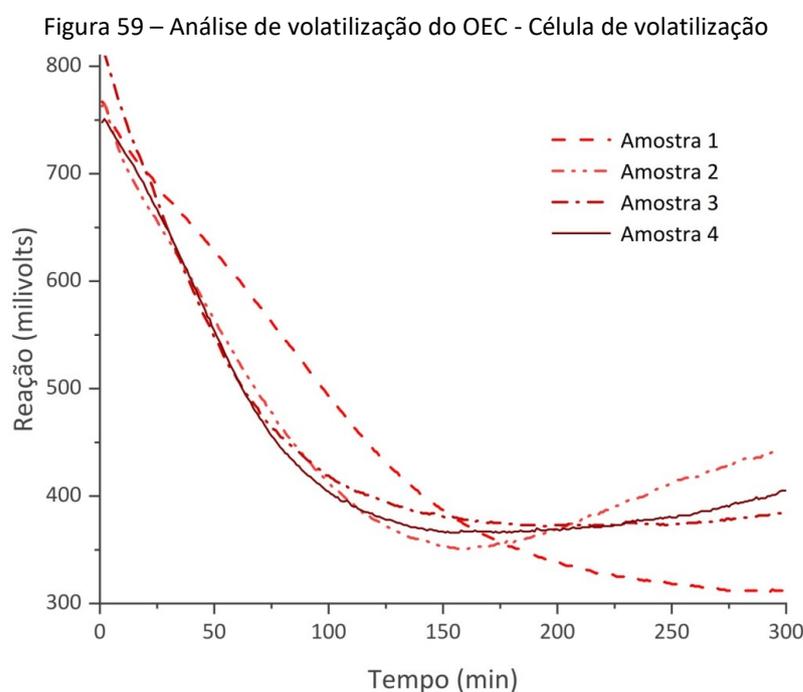


Fonte: A autora (2023).

A amostra MC_08 (60 dias) apresentou uma perda de 60,23% de citronelol e 48,30% de citronelal, em comparação com a amostra MC_08. Esse resultado indica que estes compostos volatilizaram no período em que as microcápsulas foram expostas ao ambiente, confirmando o que foi apontado nos resultados de TGA – que também demonstraram a presença de OEC nas amostras MC_08 (60 dias).

4.8 RESULTADO ENSAIO VOLATILIZAÇÃO – OEC

Para analisar a volatilização do OEC, foram realizadas quatro repetições de ensaios de volatilização em temperatura média ambiente de 29°C, conforme Figura 59.



Fonte: A autora (2023).

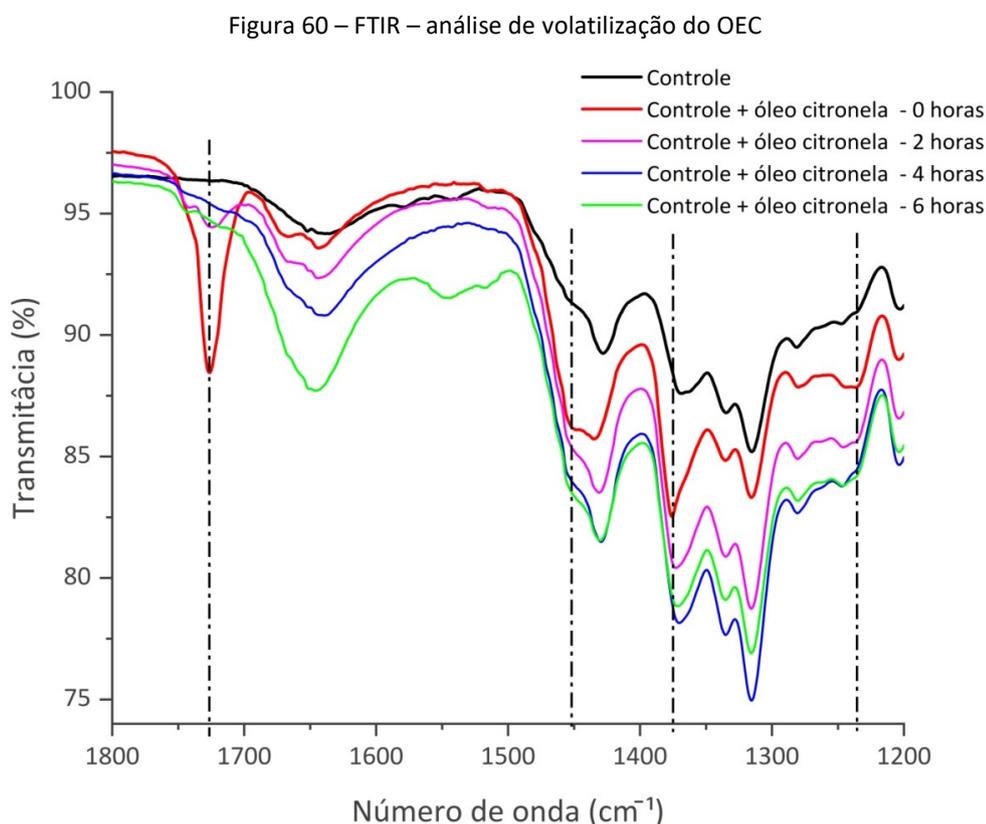
De acordo com a Figura 59, as amostras de OEC apresentaram perda de potencial e o tempo médio para estabilização da reação foi dada entre 120 e 150 min.

Neste experimento, a perda de potencial é dada pela reação entre eletrodos e o eletrólito. O tempo da perda de potencial corresponde ao tempo médio de volatilização do OEC apresentado em outros estudos (ATKOVSKA *et al.*, 2021).

Não foi possível caracterizar as microcápsulas por meio desta análise, visto a liberação lenta do OEC microencapsulado em CC e, também, as propriedades isolantes de energia da cera.

Para validar o ensaio de volatilização, foi realizada uma análise do OEC em FTIR com o intuito de verificar a possível identificação da perda de voláteis em um período de seis horas.

Um papel filtro qualitativo, gramatura 80 g, espessura 185 mm, marca Unifil, com dimensões de 10 mm x 20 mm, foi utilizado como controle. A leitura dos espectros do controle foi realizada por meio de FTIR. Ao controle foi adicionada uma gota do OEC e foram feitas verificações dos espectros do OEC no controle em zero, duas, quatro e seis horas após a impregnação do óleo no papel filtro. Os resultados das aferições podem ser verificados na Figura 60.



Fonte: A autora (2023).

As bandas apresentadas para o óleo essencial de citronela (OEC) (Figura 60) correspondem à composição química de grupos funcionais das substâncias naturais presentes nos óleos, o pico de 1730 cm^{-1} que se refere ao alongamento $\text{C}=\text{O}$, os picos de 1462 cm^{-1} e 1376 cm^{-1} correspondentes a deformação do grupo $\text{C}-\text{O}-\text{H}$ (AZIZ *et al.*, 2016).

A perda dos componentes voláteis do óleo essencial de citronela é observada na Figura 60, por meio dela é possível constatar a redução da intensidade das bandas em 1724 cm^{-1} , quando se comparam aos registros da amostra controle.

É possível observar que ocorre uma perda significativa do componente identificado neste pico de absorção nas duas primeiras horas de ensaio. Em quatro e seis horas esta banda de absorção não é mais identificada nas amostras, indicando a volatilização deste composto do OEC. Em 1450 cm^{-1} é verificado uma alteração no pico de absorção e em 1376 cm^{-1} um alongamento de pico, em comparação com a amostra controle, os quais apresentam pequenas alterações durante as seis horas de período desse ensaio.

4.9 APLICAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS NOS DISPOSITIVOS – MOSQUITOS COMO SENSORES E ENSAIO DE OVIPOSIÇÃO

4.9.1 Resultado dos dispositivos desenvolvidos para os ensaios

Os resultados quanto à utilização do dispositivo denominado “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, com certificado de desenho industrial BR 302021003982-6, em bioensaios de oviposição, apresentaram um excelente desempenho, pois, por meio desse dispositivo (utilizando os mosquitos como sensores) foi possível identificar de maneira qualitativa a microencapsulação do óleo essencial na cera de carnaúba e sua volatilização.

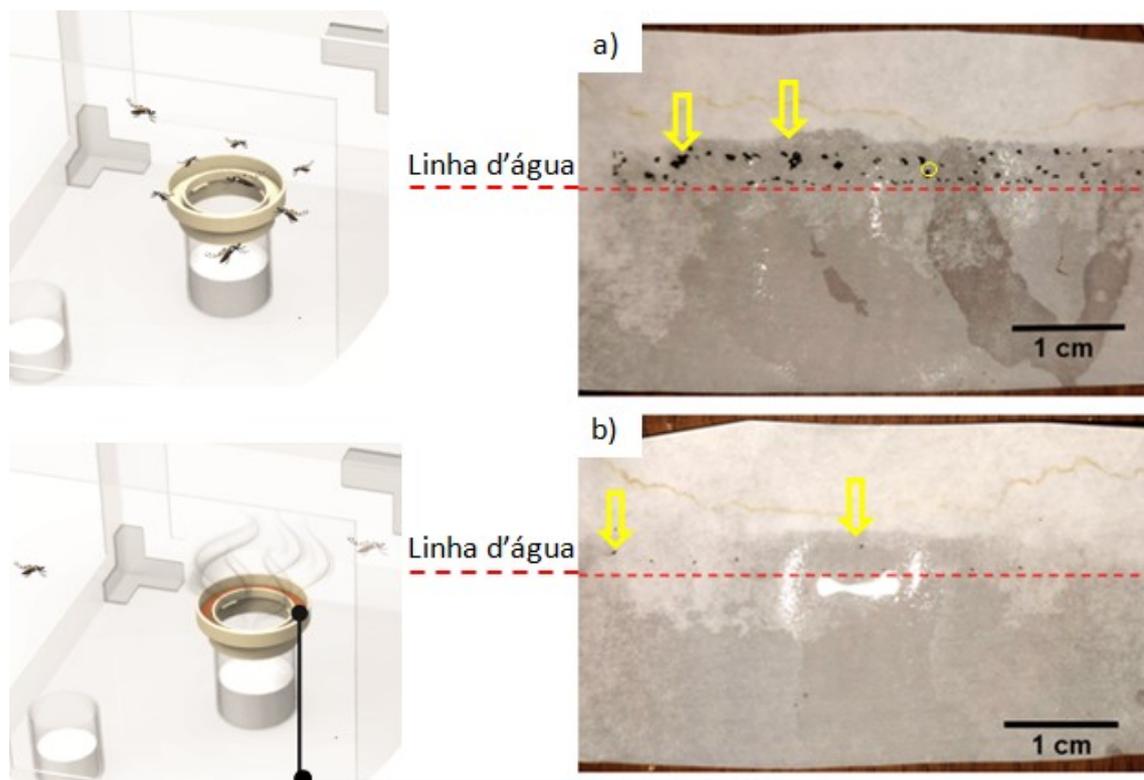
Além disso, foi possível verificar a ação repelente dos voláteis liberados pelas microcápsulas aos mosquitos *Aedes aegypti*, inibindo a postura de ovos por um período de 48 horas sem que estivessem imersas em água dentro do recipiente de oviposição. Esses resultados indicam que as proximidades dos locais de oviposição também podem influenciar na escolha dos criadouros de *Aedes aegypti*, e não somente a qualidade da água em que os ovos serão depositados (HARIKARNPAKDEE e CHUCHOTE, 2018).

O duto desenvolvido para os ensaios com chance de escolha – denominado “CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO DE CONEXÃO DE GAIOLAS PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS”, certificado de desenho industrial BR 30 2022 001454-0, Apêndice C, Figura 30 (p. 68)) – foi de extrema importância para a seleção dos locais de oviposição pelas

fêmeas do *Aedes aegypti* sem que um tratamento interferisse no outro, disponibilizando livre acesso de uma gaiola a outra para a seleção do local adequado para a ovipostura.

Para os resultados dos ensaios de oviposição, os papéis filtro foram retirados dos recipientes de oviposição e fotografados (Figura 61), a contagem dos ovos ocorreu no programa ImageJ.

Figura 61 – Fotografias – papéis filtros MP e MC_08



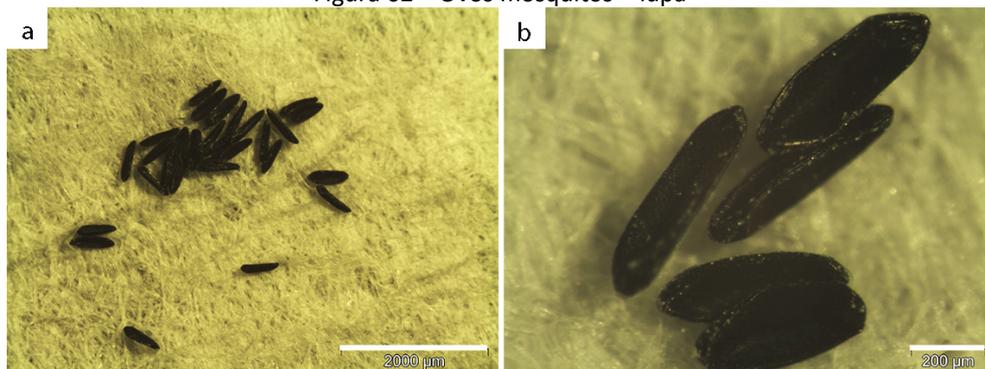
(a) micropartículas - MP, (b) microcápsulas - MC_08

Fonte: A autora (2023).

A Figura 61 retrata o resultado de uma das triplicatas do ensaio com chance de escolha entre os tratamentos com micropartículas (MP) e com as microcápsulas (MC_08). Nessa imagem, é possível observar grande número de ovos, acima da linha d'água, no ensaio com o tratamento contendo as micropartículas e poucos ovos, acima da linha d'água, no ensaio com as microcápsulas, comprovando que a presença do óleo essencial de citronela tem efeito para a dissuasão da oviposição e que a cera de carnaúba não inibe a postura dos ovos.

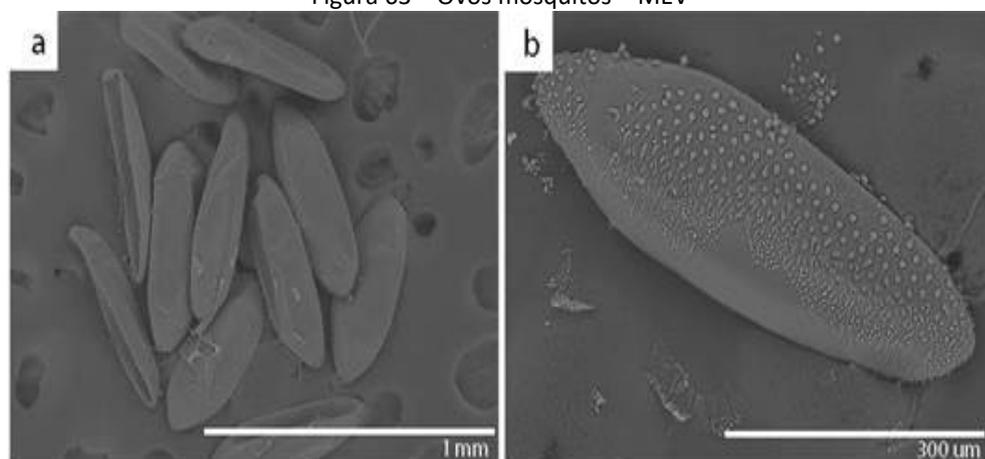
Os ovos coletados nos ensaios foram analisados por lupa e MEV, e apresentaram as características descritas na literatura (Figura 62 e Figura 63).

Figura 62 – Ovos mosquitos – lupa

(a) Ovos de *Aedes aegypti* (2000 µm), (b) Ovos de *Aedes aegypti* (200 µm)

Fonte: A autora (2023).

Figura 63 – Ovos mosquitos – MEV

(a) Ovos de *Aedes aegypti* (1mm), (b) Ovo de *Aedes aegypti* (300 µm)

Fonte: A autora (2023).

É possível analisar as dimensões dos ovos (que medem, aproximadamente, 0,5 mm), a forma elíptica e a estrutura de casca – que é resistente a dessecação (Figura 63).

4.9.2 Ensaio oviposição com chance de escolha

Estes experimentos consistem em analisar a preferência dos locais de oviposição, utilizando duas gaiolas conectadas por um duto com uma amostra distinta em cada gaiola. Cada experimento foi realizado em triplicata, para verificar a constância durante os ensaios.

Para os ensaios de oviposição com chance de escolha, os resultados são apresentados conforme Tabela 13 e Figura 64. Por meio destas análises é possível verificar a quantidade de ovos depositados nos recipientes de oviposição e a diferença entre os tratamentos testados.

Tabela 13 – Contagem dos ovos, ensaios com chance de escolha

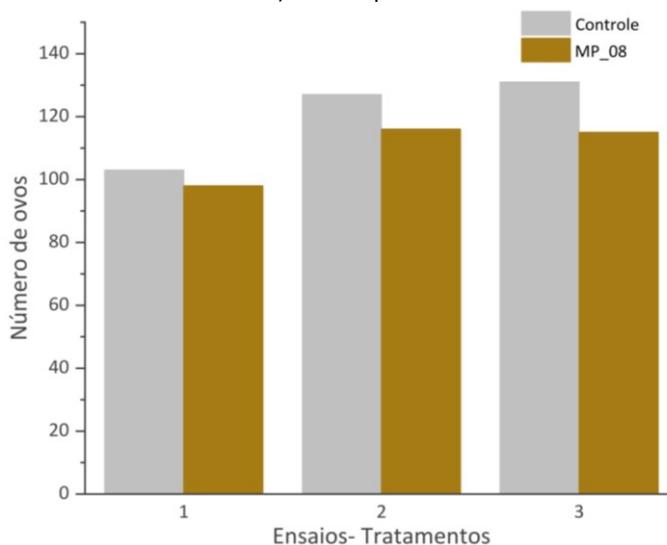
Tratamento	Teste de sem chance escolha				
	Réplica 01	Réplica 02	Réplica 03	Média	Desvio Padrão
Experimento 01					
Controle	103	127	131	120,33	12,89
MP	98	116	115	109,67	13,31
Experimento 02					
MP	199	264	201	221,30	30,18
MC_08	12	10	13	11,67	1,23
Experimento 03					
Controle	274	302	210	262	38,24
MC_08	0	5	2	2,33	2,05

Fonte: A autora (2023).

4.9.2.1 Experimento 01 – Sem tratamento (controle) e micropartículas (MP)

Este experimento foi realizado para verificar se a cera de carnaúba teria interferência negativa nos ensaios de preferência de oviposição. Foi possível verificar pouca diferença na postura de ovos entre o local sem tratamento, o controle e o local com as micropartículas de cera de carnaúba (MP) (Tabela 13 e Figura 64).

Figura 64 – Experimento 01: gráfico de preferência de oviposição com chance de escolha, controle (sem tratamento) e micropartículas



Fonte: A autora (2023).

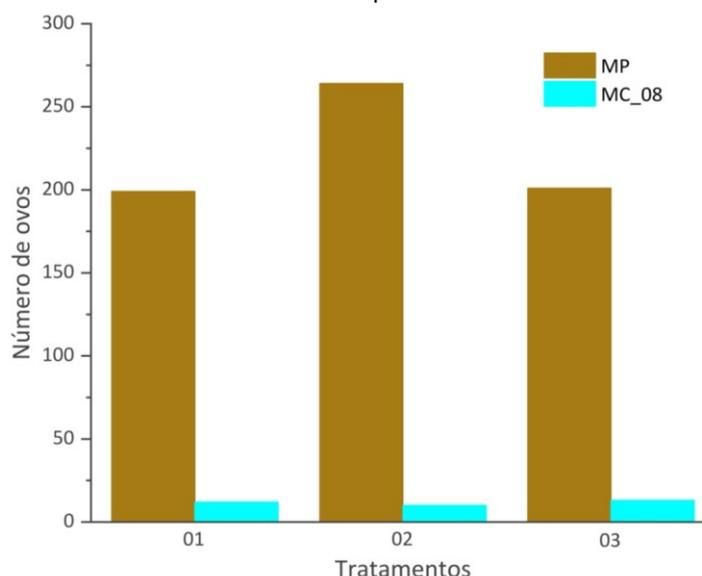
Por meio da Figura 64 é possível verificar pequena preferência de oviposição pelos locais com o elemento controle. É possível indicar também que a CC não exerce efeito repelente em ensaios de oviposição das fêmeas dos mosquitos *Aedes Aegypt*.

Os recipientes contendo o elemento controle apresentam uma contagem média de 120,33 ovos, com desvio padrão de 12,89 ovos. Já recipientes contendo as micropartículas apresentaram uma contagem média de 109,67 ovos, com desvio padrão de 13,31 ovos.

4.9.2.2 Experimento 02 – Micropartículas de CC (MP) e microcápsulas (MC_08)

Este experimento foi realizado para verificar a preferência de local de oviposição com micropartículas de CC (MP) e local de oviposição com microcápsulas (MC_08). Foi possível verificar (Figura 65) que as fêmeas do mosquito *Aedes aegypti* tiveram preferência em ovipositar no local com micropartículas.

Figura 65 – Experimento 02: gráfico de preferência de oviposição com chance de escolha, micropartículas e microcápsulas



Fonte: A autora (2023).

Por meio da Figura 65 é possível verificar grande diferença de número de ovos entre as duas amostras testadas nas triplicatas dos experimentos. É possível indicar que o OEC microencapsulado em CC, a amostra MC_08, exerceu efeito repelente em ensaios de oviposição das fêmeas dos mosquitos *Aedes aegypti*.

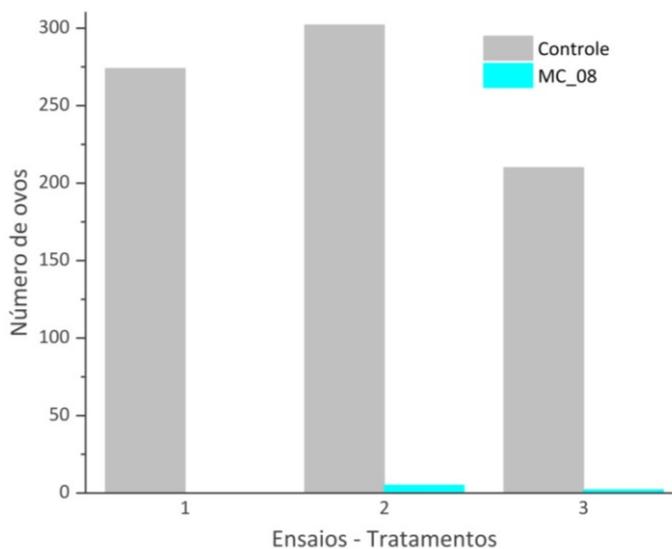
Os recipientes contendo as micropartículas apresentam uma contagem média de 221,30 ovos, com desvio padrão de 30,18 ovos. Já recipientes contendo as microcápsulas apresentaram uma contagem média de 11,67 ovos, com desvio padrão de 1,23 ovos.

4.9.2.3 Experimento 02 – Sem tratamento (controle) e microcápsulas (MC_08)

Este experimento foi realizado para verificar o efeito repelente em ensaios de oviposição, por meio da análise do local com recipiente de oviposição sem tratamento (controle) e do local com recipiente de oviposição com as microcápsulas de OEC (MC_08).

Foi possível verificar o efeito dissuasor das microcápsulas nos ensaios de oviposição. As fêmeas dos mosquitos *Aedes aegypti* tiveram preferência em ovipositar no local onde o recipiente de oviposição não possuía nenhum tratamento (Figura 66).

Figura 66 – Experimento 03: gráfico de oviposição com chance de escolha, controle e microcápsulas



Fonte: A autora (2023).

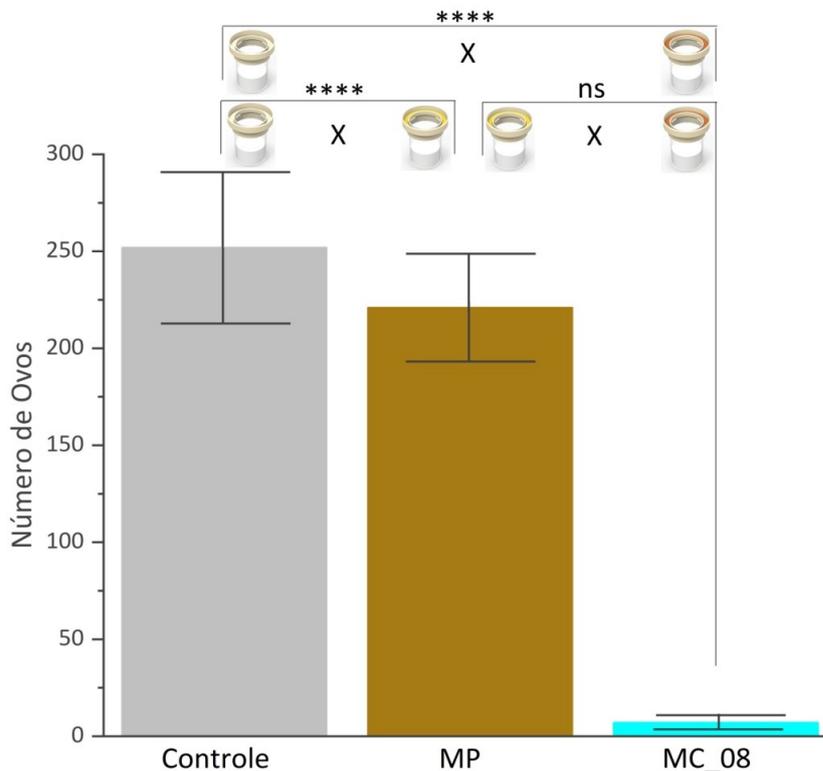
Por meio da Figura 66 é possível verificar grande diferença de número de ovos entre as duas amostras testadas nas triplicatas dos experimentos. É possível indicar também que o OEC microencapsulado em CC, a amostra MC_08, exerceu efeito repelente em ensaio de oviposição das fêmeas dos mosquitos *Aedes aegypti*.

Os recipientes contendo o elemento controle apresentam uma contagem média de 262 ovos, com desvio padrão de 38,24 ovos. Já recipientes contendo as microcápsulas apresentaram uma contagem média de 2,33 ovos, com desvio padrão de 2,05 ovos.

Na análise dos resultados dos experimentos realizados em triplicata não foi encontrada diferença significativa (teste T: $p = 0,1473$, $t = 2,308$, $df = 2$) entre MP ($\bar{x} = 220,3$ ovos) e

controle ($\bar{x} = 242$ ovos), demonstrando que a cera sozinha não desempenha papel repelente para oviposição.

Figura 67 – Gráfico de oviposição com chance de escolha, análise mediada triplicata dos três experimentos



Fonte: A autora (2023).

No entanto, uma diferença significativa foi encontrada entre MC_08 ($\bar{x} = 11,67$ ovos) e MP ($\bar{x} = 221,3$ ovos) (teste t: $p = 0,0110$, $t = 9.458$, $df = 2$) e MC_08 ($\bar{x} = 2,33$ ovos) versus controle ($\bar{x} = 262$ ovos) (teste t: $p = 0,0104$, $t = 9.735$, $df = 2$). O que demonstra que o impacto na diferença do número de ovos durante a oviposição dá-se pela presença de citronela microencapsulada na cera de carnaúba (Figura. 67).

4.9.3 Teste sem chance escolha

Estes experimentos consistem em analisar os locais de oviposição sem chance de escolha. Em sua realização foram utilizadas: uma gaiola com um único elemento de análise, uma gaiola com o recipiente de oviposição sem tratamento, uma gaiola com o recipiente de oviposição com micropartículas e outra gaiola contendo o recipiente de oviposição com as

microcápsulas. Os resultados destes experimentos realizados em triplicata são apresentados na Tabela 14 e Figura 68.

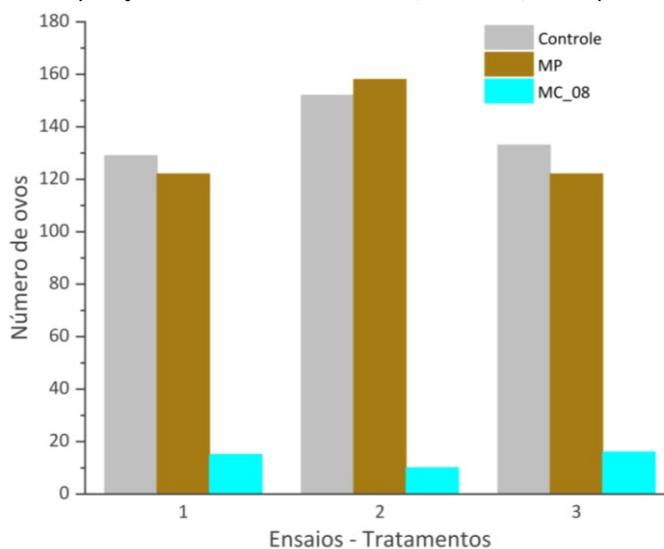
Tabela 14 – Contagem dos ovos, ensaios com chance de escolha

Tratamento	Teste de sem chance escolha				
	Réplica 01	Réplica 02	Réplica 03	Média	Desvio Padrão
Controle	129	152	133	138	10,03
MP	122	158	122	134	16,97
MC	15	10	16	13,67	2,62

Fonte: A autora (2023).

Como mostra a tabela 14, foi possível verificar o efeito dissuasor das microcápsulas nos ensaios de oviposição sem chance de escolha. A Figura 68 apresenta o gráfico dos ensaios realizados em triplicata pelo qual é possível verificar que, mesmo sem chance de escolha, as microcápsulas exercem um efeito repelente sobre as fêmeas do mosquito *Aedes aegypti*.

Figura 68 – Gráfico de oviposição sem chance de escolha, controle, micropartículas e microcápsulas

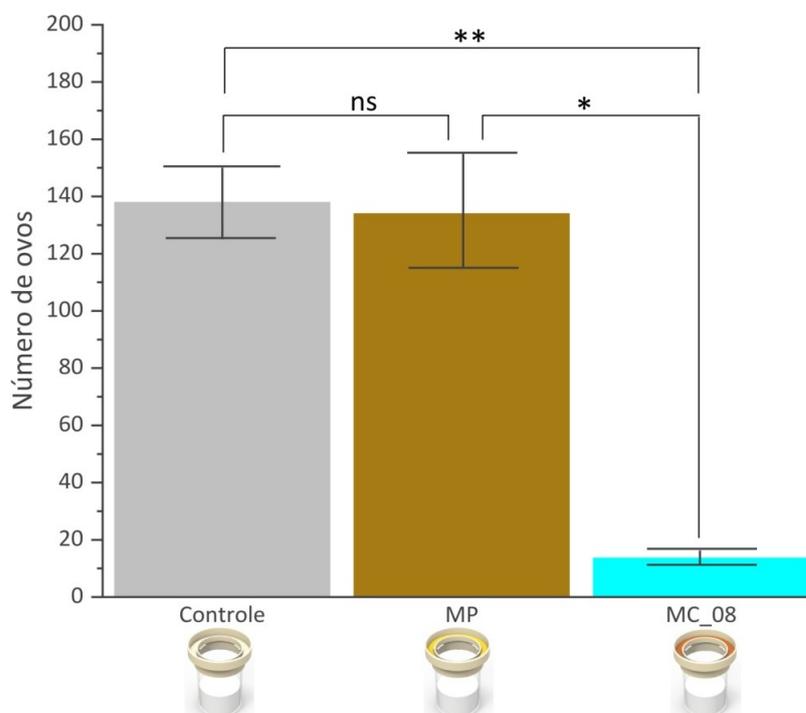


Fonte: A autora (2023).

Os recipientes contendo o elemento controle apresentam uma contagem média de 138 ovos, com desvio padrão de 10,03 ovos. Os recipientes contendo as micropartículas apresentaram uma contagem média de 134 ovos, com desvio padrão de 16,97 ovos. Já recipientes contendo as microcápsulas apresentaram uma contagem média de 13,67 ovos, com desvio padrão de 2,62 ovos.

Por meio da análise estatística dos resultados de oviposição sem chance de escolha é possível observar que a média de ovos postos em cada tratamento foi: controle: $\bar{x} = 138$; MP: $\bar{x} = 134$ e MC_08: $\bar{x} = 13,67$ (Figura 69).

Figura 69 – Gráfico com análise estatística de oviposição sem chance de escolha, controle, micropartículas e microcápsulas



Fonte: A autora (2023).

Ao ser aplicado o teste ANOVA One-way ($p = 0,0093$, $F = 101,0$, $DF = 2$), foi identificada uma diferença significativa entre oviposição nos testes sem escolha. Ao fazer análises múltiplas (teste de Tuckey), identificou-se que essa diferença não foi significativa entre controle versus MP ($p = 0,7494$), mas foi significativa entre controle versus MC_CEO ($p = 0,0092$) e MP versus MC_08 ($p = 0,0236$), mais uma vez demonstrando que a presença de citronela microencapsulada foi responsável pelas mudanças no comportamento de oviposição de *Aedes aegypti* fêmeas (Figura 69).

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 CONCLUSÃO

Este estudo mostrou que a microencapsulação de óleo essencial de citronela em cera de carnaúba pode ser formulada empregando pares de surfactantes não-iônicos (Tween, Span) sob condições pré-estabelecidas de EHL. Assim, para a obtenção de microcápsulas, o EHL calculado das formulações da fase oleosa e dos surfactantes empregados nas emulsões é condição essencial.

Entre as amostras de referência, MC_01 e MC_08, houve significativa alteração na morfologia das microcápsulas, bem como a presença de agregados e aglomerados. Ademais, as dimensões, a rugosidade da casca das microcápsulas e a reminiscência de CC sem encapsular também são afetadas pelo HLB e surfactantes.

O método de preparo (emulsificação a quente, seguindo os mesmos parâmetros de processo para todas as formulações) para a obtenção das microcápsulas mostrou-se estável para todas as formulações testadas. No entanto, cada formulação apresentou características distintas de morfologia de casca, de tamanho das microcápsulas e da quantidade de óleo encapsulado.

Por meio do FTIR, foi possível verificar a incidência dos picos de OEC nas microcápsulas. O alongamento das bandas de absorção, em 730 cm^{-1} e 719 cm^{-1} , podem ser atribuídos a interação do OEC com a matriz de CC provocando alteração na estrutura cristalina da cera.

Por meio da análise termogravimétrica, foi possível indicar a microencapsulação do OEC, de forma quantitativa, pois foram observadas perdas de massa para todas as amostras de microcápsulas dentro da faixa da porcentagem de OEC puro.

Os resultados de DSC registraram picos endotérmicos para todas as amostras. Foram registradas temperaturas de fusão e entalpia mais baixas em todas as microcápsulas, em comparação com a CC pura, o que indica alteração na estrutura cristalina da cera que confirma os ensaios de FTIR e aponta a ocorrência da microencapsulação.

Por meio da cromatografia gasosa, foi possível identificar a microencapsulação de citronelal e citronelol, compostos majoritários do OEC, na amostra MC_08 que foi utilizada nos ensaios com mosquitos. Foi possível indicar que a perda do composto geraniol do OEC pode ter ocorrido durante o processo de emulsificação a quente. Esta análise também cons-

tatou que a referida amostra ainda possuía parte do OEC microencapsulado após 60 dias em contato com o ambiente, indicando que parte do OEC pode estar contido no centro protegido pela cera.

A análise de volatilização das microcápsulas, utilizando os mosquitos como sensores, se deu de forma qualitativa. A utilização dos dispositivos criados para esta análise possibilitou a verificação do efeito real da liberação lenta do OEC das microcápsulas sobre as fêmeas de *Aedes aegypti* em ensaios de oviposição. Foi possível indicar também que os dispositivos criados para testar as microcápsulas podem ser utilizados para testar diferentes materiais em bioensaios com insetos voadores.

A aplicação da amostra MC_08, em bioensaios de oviposição de mosquitos da espécie *Aedes aegypti*, indicou efeito dissuasor à oviposição durante o período de 48 horas de ensaios. Indicou ainda que a cera de carnaúba não possui efeito repelente a esses mosquitos.

A transdisciplinaridade deste estudo possibilitou o desenvolvimento de microcápsulas com materiais naturais que podem contribuir com o controle dos mosquitos *Aedes aegypti* de uma maneira mais ecológica.

O desenvolvimento dos dispositivos, também de forma transdisciplinar, empregados neste estudo, possibilitou não só a análise das microcápsulas desenvolvidas, mas, também, indicaram a possibilidade de estudar diferentes materiais para o controle deste inseto tão pequeno e tão temido: o mosquito *Aedes aegypti*.

Como indicação, para iniciar produções em maior escala, pode-se sugerir que seja utilizado o procedimento da amostra MC_08 que se mostrou mais promissora dentre os estudos.

5.2 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Verificar o tempo real de permanência do óleo essencial nas microcápsulas em diferentes condições de temperatura e umidade.
- Estudar demais potencialidades de aplicação das formulações quanto à repelência à picada de mosquitos.
- Avaliar a potencialidade de repelência em outras classes de insetos.

- Realizar estudos microbiológicos com as microcápsulas para avaliar a eficácia dos componentes ativos em meio ao cultivo de plantas.
- Estudar diferentes meios de aplicação e impregnação em superfícies.

REFERÊNCIAS

- AFIF, Ali; GALIZIA, Giovannii C. Chemosensory cues for mosquito oviposition site selection. **Journal of medical entomology**, [s. l.], v. 52, n. 2, p. 120-130, 2015. DOI: <https://doi.org/https://doi.org/10.1093/jme/tju024>. Disponível em: <https://academic.oup.com/jme/article/52/2/120/887356>. Acesso em: 5 fev. 2021.
- AFNOR - Association Française de Normalisation. Disponível em: www.afnor.org. Acesso em 10 dez 2018.
- ALONSO, Diego Peres *et al.* Gene expression profile of *Aedes aegypti* females in courtship and mating. **Scientific Reports**, v. 9, n. 1, p. 1-9, 2019. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-52268-5>. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-019-52268-5>. Acesso em 12 dez. 2020.
- ALVAREZ, Vera. A. *et al.* Functional Textiles for Skin Care by Active Substance Encapsulation. **Journal of Textile Engineering & Fashion Technology**, v. 2, n. 6, p. 538–545, 2017. Doi: 10.15406/jteft.2017.02.00082 Disponível em: <http://medcraveonline.com/JTEFT/JTEFT-02-00082.pdf>. Acesso em 18 abr. 2018.
- ANDRADE, Milene Aparecida *et al.* Essential oils of *Cinnamomum zeylanicum*, *Cymbopogon nardus* and *Zingiber officinale*: Composition, antioxidant and antibacterial activities. **Revista Ciencia Agronomica**, v. 43, n. 2, p. 399–408, 2012. Doi: <http://10.1590/S1806-66902012000200025>. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/262465898_Essential_oils_of_Cinnamomum_zeylanicum_Cymbopogon_nardus_and_Zingiber_officinale_Composition_antioxidant_and_antibacterial_activities. Acesso em 15 dez. 2018.
- ANDRADE-OCHOA, Sergio *et al.* Oviposition Deterrent and Larvicidal and Pupaecidal Activity of Seven Essential Oils and their Major Components against *Culex quinquefasciatus* Say (Diptera: Culicidae): Synergism–antagonism Effects. **Insects**, v. 9, n. 1, p. 25, 2018. Doi: 10.3390/insects9010025. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2075-4450/9/1/25>. Acesso em 18 abr. 2019.
- ASBAHANI, Abdelhafed EL *et al.* Essential oils: From extraction to encapsulation. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 483, n. 1–2, p. 220–243, 2015. Doi: 10.1016/j.ijpharm.2014.12.069. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/272421690_Essential_oils_From_extraction_to_encapsulation. Acesso em 17 mar. 2018.
- ASHBY, Michael Farries; JOHNSON, Kara. **Materiais e design: arte e ciência da seleção de materiais no design de produto**. 2ª ed. Elsevier, 2011.
- ATKOVSKA, Katerina *et al.* Essential oils as green repellents against mosquito vectors. **Quality of Life**, Vol. 12, Issue 1-2, pp. 51-60, 2021. Doi: 10.7251/QOL2101051A . Disponível em:

https://www.researchgate.net/publication/349757639_Essential_Oils_as_Green_Repellents_Against_Mosquito_Vectors. Acesso em 21 set. 2021.

ÁVILA, D. S. C. *et al.* Microcapsules PCL with Essential Oil Citronella. *Advances in Tissue Engineering & Regenerative Medicine: Open Access*, v. 2, n. 2, p. 159–162, 2017. Doi: 10.15406/atroa.2017.02.00024. Disponível em: https://repositorio.pucrs.br/dspace/bitstream/10923/12813/2/Microcapsules_PCL_with_Essential_Oil_Citronella.pdf. Acesso em: 17 abr. 2019.

AYUSH, Garg; CHHIPA, Kapil; LALIT, Kunmar. Microencapsulation techniques in pharmaceutical formulation. *European Journal of Pharmaceutical and Medical Research*, v. 5, n. 03, p. 199–206, 2018. Disponível em: https://storage.googleapis.com/journal-uploads/ejpmr/article_issue/1519801331.pdf. Acesso em: 04 mar. de 2019.

AZIZ, Fitrah Rabani Abdul; JUNAIDAH, Jai; ISTIKAMAH, Subuki. Microencapsulation of citronella oil by complex coacervation using chitosan-gelatin (b) system: operating design, preparation and characterization. *MATEC Web of Conferences*, v. 69, p. 04002, 2016. DOI: 10.1051/mateconf/20166904002. Disponível em: https://www.matec-conferences.org/articles/mateconf/abs/2016/32/mateconf_iccpe2016_04002/mateconf_iccpe2016_04002.html Acesso em 16 out. 2017.

BALOGH, Tatiana Santana *et al.* Proteção à radiação ultravioleta: recursos disponíveis na atualidade em fotoproteção. *Anais Brasileiros de Dermatologia*, v. 86, n. 4, p. 732-742, 2011. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/abd/a/TY4cpMgMDSMRskf6XqSxF8f/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 16 fev. de 2018.

BEGUM, Gousia *et al.* A Review on Microencapsulation. *World J Pharm Sci*, 6(4): 25-36, 2018. Disponível em: <https://wjpsonline.com/index.php/wjps/article/view/review-manufacturing-evaluation-capsules>. Acesso em: 18 jan. de 2019.

BESERRA, Eduardo Barbosa *et al.* Efeito da qualidade da água no ciclo de vida e na atração para oviposição de *Aedes aegypti*. (L.) (Diptera: Culicidae). *Neotropical Entomology*, v. 39, n. 6, p. 1016-1023, 2010. DOI: 10.1590/S1519-566X2010000600026 Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ne/a/z7zwBvyszJ5GzNKS3f93dtP/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 10 dez. 2018.

BEZERRA, Fabrício. Maestá *et al.* Controlled release of microencapsulated citronella essential oil on cotton and polyester matrices. *Cellulose*, v. 23, n. 2, p. 1459–1470, 2016. DOI: 10.1007/s10570-016-0882-5. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10570-016-0882-5>. Acesso em: 08 dez. 2017.

BLEYAN, Davi; SVOBODA, Petr; HAUSNEROVA, Berenika. Specific interactions of low molecular weight analogues of carnauba wax and polyethylene glycol binders of ceramic injection moulding feedstocks. *Ceramics International*, v. 41, n. 3, p. 3975–3982, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.11.082>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884214018422#!>. Acesso em: 10 dez. 2017.

BORGES, Alceu Daniel Costa *et al.* Avaliação da composição química e atividade larvicida do óleo essencial de *cymbopogon nardus* no controle de *Aedes aegypti* na Amazônia Sul-ocidental. **Revista Holos**, v. 5, p. 1-13, 2021. DOI: 10.15628/holos.2021.9989. Disponível em: <https://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/9989>. Acesso em: 20 jan. 2022.

CANEVAROLO, Sebastião Vicente. **Técnica de Caracterização de Polímeros**. Artiliber editora, São Paulo, 2007.

CALLISTER, Willian; RETHWISCH David. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 8ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

CARVALHO, Isabel; ESTEVINHO, Berta Nogueira; SANTOS, Lúcia. Application of microencapsulated essential oils in cosmetic and personal healthcare products - A review. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 38, n. 2, p. 109–119, 2016. DOI 10.1111/ics.12232. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25923295/>. Acesso em: 20 jan. 2018.

CASANOVA, Francisa; SANTOS, Lúcia. Encapsulation of cosmetic active ingredients for topical application-a review. **Journal of Microencapsulation**, v. 33, n. 1, p. 1–17, 2016. DOI: 10.3109/02652048.2015.1115900. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.3109/02652048.2015.1115900>. Acesso em: 13 dez. 2018

CHENG, Shuk Yan *et al.* Development of Cosmetic Textiles Using Microencapsulation Technology. Research **Journal of Textile and Apparel**, v. 12, n. 4, p. 41–51, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1108/RJTA-12-04-2008-B005>. Disponível em: <https://www.semanticscholar.org/paper/Development-of-Cosmetic-Textiles-Using-Technology-Cheng-Yuen/6d3b6055ad0cfc25f718520ad1b5b2f4cc4434db>. Acesso em: 16 dez. 2018.

CONSOLI, Rotraut; OLIVEIRA, Ricardo Lourenço de. **Principais mosquitos de importância sanitária no Brasil** [online]. Rio de Janeiro: Editora FIOCRUZ, 1994. *E-book* (228 p.). ISBN 85-85676-03-5. Available from SciELO Books. Disponível em: <https://static.scielo.org/scielobooks/th/pdf/consoli-9788575412909.pdf>. Acesso em: 20 dez. 2018.

COSTA, Emerson Luís Nunes; SILVA, Rogério Fernando Pires da; FIUZA, Lidia Mariana. Efeitos, aplicações e limitações de extratos de plantas inseticidas. **Acta Biologica Leopoldensia**, v. 26, n. 2, p. 173-185, 2004. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/285798271_Efeitos_aplicacoes_e_limitacoes_de_extratos_de_plantas_inseticidas. Acesso em: 12 jan. 2020.

DALLA COSTA, Rodolfo Rolim. **Inserção de microcápsulas no processo de impressão a jato de tinta líquida por sistema termoeletrico**. Orientador Liane Roldo. 2012. 148 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós Graduação em Design e Tecnologia, Universidade Federal do

Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2013. Disponível em: <http://www.bibliotecadigital.ufrgs.br/da.php?nrb=000915174&loc=2014&l=e89fd56d47ea940e>. Acesso em fevereiro de 2019.

DANGA, Simon Pierre Yinyang *et al.* Mosquito oviposition-deterrent and ovicidal property of fractions and essential oils from *Plectranthus glandulosus* and *Callistemon rigidus* against *Aedes aegypti*, *Anopheles gambiae* and *Culex quinquefasciatus*. **International Journal of Biological and Chemical Sciences**, v.12, n.3, p. 1423-1436, 2018. DOI: 10.4314/ijbcs.v12i3.28. Disponível em: <https://www.ajol.info/index.php/ijbcs/article/view/179437>. Acesso em 10 dez. 2019.

DANTAS, Allan Nilson de Sousa *et al.* Characterization of carnauba wax inorganic content. **JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 90, n. 10, p. 1475–1483, 2013. DOI: 10.1007/s11746-013-2300-6. Disponível em: <https://aocs.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1007/s11746-013-2300-6> Acesso em 18 dez. 2018.

DAY, Jonathan. Mosquito oviposition behavior and vector control. **Insects**, v. 7, n. 4, p. 65, 2016. DOI: <https://doi.org/10.3390/insects7040065>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2075-4450/7/4/65>. Acesso em 10 dez. 2018.

DELTA COLLOR. **Delta Color**. Instrumentos para colorimetria. Disponível em: http://www.deltacolorbrasil.com/colorimetro_colorium.html. Acesso em: 10 de set. 2018.

DEUTSCHE INSTITUT FÜR NORMUNG. **DIN 6174**. Farbmetrische Bestimmung Von Farbabständen bei Körperfarben nach der CIELAB- Formel, Beuth Verlag, Berlim und Köln, 1979.

DEVI, L. Susmita *et al.* Carnauba wax-based composite films and coatings: recent advancement in prolonging postharvest shelf-life of fruits and vegetables. **Trends in Food Science & Technology**, 129, 296-305, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.09.019>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924224422003983?via%3Dihub>. Acesso em: 02 nov. 2022.

DILLY, Jaqueline *et al.* **Configuração aplicada a/em dispositivo para testes de materiais em bioensaios**. Titular: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituição de Ensino e Pesquisa. BR 302022001454-0. Depósito: 18 jan. 2022. Concessão: 18 jan. 2022.

DILLY, Jaqueline *et al.* **Configuração aplicada a/em dispositivo de conexão de gaiolas para testes de materiais em bioensaios**. Titular: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituição de Ensino e Pesquisa. BR 302022001454-0. Depósito: 12 abr. 2022. Concessão: 12 abr. 2022.

DIXON, Angela VONDRA, Isabelle. Biting Innovations of Mosquito-Based Biomaterials and Medical Devices. **Materials**, v. 15, n. 13, p. 4587, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma15134587>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/15/13/4587>. Acesso em: 15 ago. 2022.

DO, Thi Kieu Tiên *et al.* Authenticity of essential oils. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 66, p. 146–157, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.trac.2014.10.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0165993614002519?via%3Dihub>. Acesso em: 16 fev. 2018.

DUBEY, Rama.; SHAMI, Trilok Chand; BHASKER RAO, K. U. Microencapsulation technology and applications. **Defence Science Journal**, v. 59, n. 1, p. 82–95, 2009. DOI: <https://doi.org/10.14429/dsj.59.1489>. Disponível em: <https://publications.drdo.gov.in/ojs/index.php/dsj/article/view/1489/629>. Acesso em: 16 dez. 2018.

DUSI, Renata Garcia *et al.* Potential of garlic oil as a biopesticide against all *Aedes aegypti* life stages. **Industrial Crops and Products**, v. 181, p. 114780, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114780>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669022002631?via%3Dihub>. Acesso em: 04 out. 2022.

FILHO, Antônio Casella Arruda *et al.* Hypolipidemic activity of P-methoxycinnamic diester (PCO-C) isolated from *Copernicia prunifera* against Triton WR-1339 and hyperlipidemic diet in mice. **Environmental Toxicology and Pharmacology**, v. 56, p. 198–203, 2017. DOI: [10.1016/j.etap.2017.09.015](https://doi.org/10.1016/j.etap.2017.09.015). Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/28961514/>. Acesso em 10 dez. 2018.

FREITAS, Claisa Andréa Silva *et al.* Carnauba wax p-methoxycinnamic diesters: Characterisation, antioxidant activity and simulated gastrointestinal digestion followed by in vitro bioaccessibility. **Food Chemistry**, v.196, n. 1, p.1293-1300, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.10.101>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030881461530100X>. Acesso em: 20 jan. 2019.

GALVÃO, Juliana *et al.* Stearic acid, beeswax and carnauba wax as green raw materials for the loading of carvacrol into nanostructured lipid carriers. **Applied Sciences**, v.10, n. 18, 6267, 2020. DOI: <https://doi.org/10.3390/app10186267>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2076-3417/10/18/6267>. Acesso em: 19 jan. 2021.

GANESAN, Kumaran *et al.* Studies of *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) ovipositional responses to newly identified semiochemicals from conspecific eggs. **Australian Journal of entomology**, v. 45, n. 1, p. 75-80, 2006. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1440-6055.2006.00513.x>. Disponível em: Studies of *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) ovipositional responses to newly identified semiochemicals from conspecific eggs - Ganesan - 2006 - Australian Journal of Entomology - Wiley Online Library.. Acesso em 20 dez. 2019.

GASPARIN, Priscila Pigatto *et al.* Qualidade de folhas e rendimento de óleo essencial em hortelã pimenta (*Mentha x Piperita* L.) submetida ao processo de secagem em secador de leito fixo. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 16, p. 337-344, 2014. DOI: https://doi.org/10.1590/1983-084X/12_003. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/rbpm/a/XfXShs34VjMBqdLrMqW33dM/?lang=pt>. Acesso em: 15 dez. 2018.

GHAYEMPOUR, Soraya; MONTAZER, Majid. Micro/nanoencapsulation of essential oils and fragrances: Focus on perfumed, antimicrobial, mosquito-repellent and medical textiles. **Journal of Microencapsulation**, v. 33, n. 6, p. 497–510, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1080/02652048.2016.1216187>. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/02652048.2016.1216187?journalCode=imnc20>. Acesso em 12 dez. 2020.

GHOSH, Swapan Kumar (ed.). Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective. In: GHOSH, Swapan Kumar. **Functional Coatings: by Polymer Microencapsulation**. Alemanha: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006. E-book (357p.) ISBN: 9783527608478. DOI: 10.1002/3527608478. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527608478.ch1>. Acesso em: 18 set. 2018.

GIRARD, Maxime *et al.* Microorganisms associated with mosquito oviposition sites: Implications for habitat selection and insect life histories. **Microorganisms**, v. 9, n. 8, p. 1589, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/microorganisms9081589>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2076-2607/9/8/1589/htm>. Acesso em: 13 fev. 2022.

GNANKINÉ, Olivier; BASSOLÉ, Imaël Henri Nestor. Essential Oils as an Alternative to Pyrethroids' Resistance against Anopheles Species Complex Giles (Diptera: Culicidae). **Molecules**, v. 22, n. 10, pág. 1321, 2017. DOI: 10.3390/molecules22101321. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1420-3049/22/10/1321> Acesso em: 18 dez. 2018.

GOMAA, Yasmine *et al.* Formulation of wax oxybenzone microparticles using a factorial approach. **Journal of Microencapsulation**, v. 27, n. 7, p. 628–639, 2010. DOI: 10.3109/02652048.2010.506580. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.3109/02652048.2010.506580?journalCode=imnc>. Acesso em 20 fev. 2018.

GONZALEZ-MIRA, Elisabet. *et al.* Design and ocular tolerance of flurbiprofen loaded ultrasound-engineered NLC. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 81, n. 2, p. 412–421, 2010. DOI: 10.1016/j.colsurfb.2010.07.029. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0927776510004091#!> Acesso em: 23 mar. 2018

GOWDA, Devegowda *et al.* Encapsulation of Clozapine into beeswax microspheres: Preparation, characterization and release kinetics. **International Journal of PharmTech Research**, v. 3, n. 4, p. 2199–2207, 2011. DOI: <http://sedici.unlp.edu.ar/handle/10915/25639>. Disponível em: [https://sphinxsai.com/Vol.3No.4/pharm/pdf/PT=48\(2199-2207\)OD11.pdf](https://sphinxsai.com/Vol.3No.4/pharm/pdf/PT=48(2199-2207)OD11.pdf) Acesso em: 13 dez. 2018.

HANIF, Muhammad *et al.* Sustained release biodegradable solid lipid microparticles: Formulation, evaluation and statistical optimization by response surface methodology. **Acta Phar-**

maceutica, v. 67, n. 4, p. 441–461, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1515/acph-2017-0034>. Disponível em: <https://sciendo.com/article/10.1515/acph-2017-0034>. Acesso em: 15 ago. 2019.

HARIKARNPAKDEE, Saraporn; CHUCHOTE, Chomnapas. Oviposition Deterrent Efficacy and Characteristics of a Botanical Natural Product, *Ocimum gratissimum* (L.) Oil-Alginate Beads, 124 against *Aedes aegypti* (L.). **ScientificWorldJournal**, 2018. DOI: 10.1155/2018/3127214. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/30154681/>. Acesso em: 28 mar. 2021.

HARRON, Andrew *et al.* Analysis of sorghum wax and carnauba wax by reversed phase liquid chromatography mass spectrometry. **Industrial Crops and Products**, v. 98, p. 116–129, 2017. DOI: 10.1016/j.indcrop.2016.09.015. Disponível em: Acesso em: 28 ago. 2018.

HAZARIKA, Hemanga *et al.* Essential oil based controlled-release non-toxic evaporating tablet provides effective repellency against *Musca domestica*. **Acta Tropica**, v. 210, 2020. DOI: 10.1016/j.actatropica.2020.105620. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/32649995/>. Acesso em: 25 mar. 2021.

HAZARIKA, Hemanga, *et al.* The fabrication and assessment of mosquito repellent cream for outdoor protection. **Scientific reports** v. 12, n. 2180, p. 1-20, 2022.
HILL, Sharon R.; IGNELL, Rickard. Modulation of odour-guided behaviour in mosquitoes. *Cell and Tissue Research*, p. 1-12, 2022. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-022-06185-9>. Acesso em: 25 set. 2022.

HOLKEM, Augusto Tasch *et al.* Development and characterization of alginate microcapsules containing *Bifidobacterium* BB-12 produced by emulsification/internal gelation followed by freeze drying. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 71, p. 302-308, 2016. DOI: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.04.012>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0023643816301967>. Acesso em: 15 jun. 2019.

HOLLOWAY, Peter John; JEFFREE, Christopher. Epicuticular Waxes. **In: Encyclopedia of Applied Plant Sciences**. 2 ed. v. 2, Cambridge, Massachusetts: Academic Press, 2016. p. 374-386, ISBN: 9780123948076.

ICI AMERICAS INC. **The HLB System**: A time-saving guide to emulsifier selection. Wilmington, Delaware: Chemmunique, 1980. Disponível em: <https://firp-ula.org/2019/07/21/the-hlb-system-a-time-saving-guide-to-emulsifier-selection/>. Acesso em: 20 mar. 2018.

INVERNIZZI, Claudia *et al.* Mid and near-infrared reflection spectral database of natural organic materials in the cultural heritage field. **International Journal of Analytical Chemistry**, v. 2018, 2018. DOI: 10.1155/2018/7823248. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/ijac/2018/7823248/>. Acesso em: 14 abr. 2019.

IOC/Fiocruz – Instituto Oswaldo Cruz. Conheça o comportamento do mosquito *Aedes aegypti* e entenda a razão que leva este pequeno inseto a ser taxado desta forma. *In: IOC/Fiocruz –*

Instituto Oslvado Cruz. **Dengue vírus e vetor.**

<http://www.ioc.fiocruz.br/dengue/textos/oportunista.html>. Acesso em: 20 dez. 2021.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 105-C06.210**: Textiles – Tests for colour fastness – Part C01: Colour fastness to washing: Test 1. Geneva: ISO. 2010. 14 p.

ISOE, Jun *et al.* Identification and characterization of a mosquito-specific eggshell organizing factor in *Aedes aegypti* mosquitoes. **PLoS Biology**, v. 17, n. 1, p. e3000068, 2019. DOI: 10.1371/journal.pbio.3000068. Disponível em: <https://journals.plos.org/plosbiology/article?id=10.1371/journal.pbio.3000068>. Acesso em: 13 ago. 2020.

JAMEKHORSHID, Ahmad; SADRAMELI, Seyed Mojtaba; FARID, Mohammed. A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 31, p. 531–542, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.12.033>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032113008472>. Acesso em: 13 ago. 2019.

JUNIOR, Eli José Miranda Ribeiro *et al.* Chemistry, Biological Activities, and Uses of Carnauba Wax. In: **Gums, Resins and Latexes of Plant Origin: Chemistry, Biological Activities and Uses**. Cham: Springer International Publishing, 2022. p. 1-23. Doi: https://doi.org/10.1007/978-3-030-91378-6_37. Disponível em: https://link.springer.com/referenceworkentry/10.1007/978-3-030-91378-6_37. Acesso em: 10 out. 2022.

KAKRAN, Mitali; ANTIPINA, Maria N. Emulsion-based techniques for encapsulation in biomedicine, food and personal care. **Current Opinion in Pharmacology**, v. 18, p. 47–55, 2014. DOI: 10.1016/j.coph.2014.09.003 Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25233261/> Acesso em: 16 jul. 2018

KAMBLE, Ravindra *et al.* Melt solidification technique: incorporation of higher wax content in ibuprofen beads. **AAPS PharmSciTech**, v. 5, n. 4, p. e61, 2004. DOI: 10.1208/pt050461. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC2750486/> Acesso em: 30 set. 2019.

KANIS, Luiz Alberto *et al.* Piper ovatum (Piperaceae) extract/starch-cellulose films to control *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) larvae. **Industrial Crops and Products**, v. 122, p. 148-155, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.05.055>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669018304746?via%3Dihub>. Acesso em: 04 out. 2022.

KANOKPANONT, Sorada *et al.* Physico-chemical properties and efficacy of silk fibroin fabric coated with different waxes as wound dressing. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 55, p. 88–97, 2013. DOI: 10.1016/j.ijbiomac.2013.01.003 Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/23313451/>. Acesso em: 10 jul. 2018.

KENTIN, Esther; KAARTO, Heidi. An EU ban on microplastics in cosmetic products and the right to regulate. **Review of European, Comparative & International Environmental Law**, v. 27, n. 3, p. 254-266, 2018. DOI: 10.1111/reel.12269 Disponível em: <https://www.scienceopen.com/document?vid=d2266d3a-6e28-4cc1-9f9c-f3a68af9bec3>. Acesso em: 13 out. 2019.

KFOURY, Georgio *et al.* Tunable and Durable Toughening of Polylactide Materials Via Reactive Extrusion. **Macromolecular : material e engineering**, [s. l.], v. 299, n. 5, p. 583-595, 2014. DOI: <https://doi.org/> <https://doi.org/10.1002/mame.201300265>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/mame.201300265>. Acesso em: 25 mar. 2021.

KHERADMANDNIA, Soheila *et al.* Preparation and characterization of ketoprofen-loaded solid lipid nanoparticles made from beeswax and carnauba wax. **Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine**, v. 6, n. 6, p. 753–759, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.nano.2010.06.003>. Disponível em: Preparation and characterization of ketoprofen-loaded solid lipid nanoparticles made from beeswax and carnauba wax - ScienceDirect Acesso em: 13 out. 2018.

KINDLEIN JUNIOR, Wilson; BRESSAN, Felix; PALOMBINI, Felipe Luis. A importância do STEAM frente aos desafios da formação do ensino superior e da pesquisa multidimensional em Design. **Estudos em design Design articles**. Rio de Janeiro, RJ. Vol. 29, n. 1 (2021), p. 116-130, 2021. Disponível em: <https://estudosemdesign.emnuvens.com.br/design/article/view/1152>. Acesso em: 23 mai. 2022.

KOONCE, Samuel D.; BROWN, John. B. An historical review of the chemistry of carnauba wax. **Oil and Soap**, v. 21, n. 6, p. 167-170, 1944. <https://doi.org/10.1007/BF02549481>. Disponível em: <https://aocs.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1007/BF02549481> Acesso em: 11 out. 2018.

KORAĆ, Radava; KHAMBHOLJA, Kapil Potential of herbs in skin protection from ultraviolet radiation. **Pharmacognosy Reviews**, v. 5, n. 10, p. 164 – 173, 2011. DOI: 10.4103/0973-7847.91114. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3263051/>. Acesso em: 11 out. 2018.

KRISHNA SAILAJA, Abbaraju. A Review on Microcapsules. **CIBTech Journal of Pharmaceutical**, v. 4, n. 2, p. 26–33, 2015. Disponível em: <http://www.cibtech.org/cjps.htm>. Acesso em: 25 jun. 2018.

KRITHIKA, V. *et al.* Microencapsulation of paprika (*Capsicum annum* L) oleoresin by spray drying. 2014. **International Journal of Scientific & Engineering Research**, Volume 5, Issue 2, February-2014 974 ISSN 2229-5518. Disponível em: https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/82142788/Microencapsulation-of-Paprika-Capsicum-annum-L-Oleoresin-libre.pdf?1647264025=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3Dby_Spray_drying.pdf&Expires=1668092112&Signature=IcP-59OkpojdlbB2i9o7fdEiT3Dh7IEnRdxykNKofmRswuzRrxc0g5E6Eyi0aaVNjHi30Ppg6Vp6NKpPG

1h64FIFNn31eu6ldYLLBbSWenBYeNyGPvxCSu46ILEgCSjzkQESM9Yz91LTq32oBANKNiq~pCMz
L~DXHTQLZzj7zoFyzxg6e5FhTqPllryr1Xt85QOG7APJAHkhzLPX-ZjYXIB-
TwWQsufbzb-
hrr4gA2LxtO7lqqy0XK20M0FmJURsyZJ0jWT0v8qW6KNF9LfHdpBNUeZk9BDWFxBulFWCZvXE
Ev1ji6k8KJhFgfnix6FsuFwu-EDb6T4dp28dq9KotyA__&Key-Pair-Id=APKAJLOHF5GGSLRBV4ZA.
Acesso em: 02 fev. 2019.

KRO, H. J.; DAS, S.; TAYUNG, K. Antifungal activity of *Cymbopogon nardus* essential oil against some fungi contaminating cereals and pulses. **Research Journal of Life Sciences, Bioinformatics, Pharmaceutical and Chemical Sciences**, v. 3, n. 26, p. 26–36, 2017. DOI: 10.26479/2017.0304.03. Disponível em: http://rjlbpcs.com/articles.php?issue_id=16. Acesso em: 10 out. 2018.

KROTH, N. *et al.* Oviposition preferences of the mosquito *Aedes aegypti* Linnaeus, 1762 (Culicidae): an urban environment bioassay. **Bulletin of entomological research**, v. 109, n. 6, p. 762-770, 2019. Doi: 10.1017/S000748531900021X. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/31213206/>. Acesso em: 25 ago. 2021.

LAN, Yaqi. Waxes. In: MELTON, Laurence; SAHIDI, Fereidoon; VARELIS, Peter. (Org.). **Encyclopedia of Food Chemistry**. USA: Academic Press, 2019. p. 312-316, ISBN: ISBN 9780128140451. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081005965223445>. Acesso em: 10 mar. 2020.

LIANG, Li. *et al.* Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, n. 1, p. 143–182, 2015. Disponível em: Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications - PubMed (nih.gov) Acesso em: 11 out. 2018.

LORENZ, Camila; VIRGINIO, Flavia; BREVIGLIERI, Enrico Lopes. **O fantástico mundo dos mosquitos**. 1 ed. São Paulo: Livronovo, 2018. 141 p. Disponível em: https://publicacoeducativas.butantan.gov.br/web/mosquito/pages/pdf/89_Livro%20O%20FANT%20MUNDO%20DOS%20MOSQUITOS_internet.pdf. Acesso em: 25 abr. 2019.

LOZHECHNIKOVA, Alina *et al.* Toward energy efficiency through an optimized use of wood: The development of natural hydrophobic coatings that retain moisture-buffering ability. **Energy and Buildings**, v. 105, p. 37–42, 2015. DOI:10.1016/j.enbuild.2015.07.052 Disponível em: Toward energy efficiency through an optimized use of wood: The development of natural hydrophobic coatings that retain moisture-buffering ability (core.ac.uk) Acesso em: 16 fev. 2019.

LOZHECHNIKOVA, Alina *et al.* Surfactant-free carnauba wax dispersion and its use for layer-by-layer assembled protective surface coatings on wood. **Applied Surface Science**, v. 396, p. 1273–1281, 2017. DOI: 10.1016/j.apsusc.2016.11.132. Disponível em: Surfactant-free carnauba wax dispersion and its use for layer-by-layer assembled protective surface coatings on wood - ScienceDirect. Acesso em: 16 mai. 2018.

MARCONDES, Dal. Indústria de higiene pessoal vai eliminar o uso de micropartículas plásticas sólidas insolúveis em produtos enxaguáveis. **Agência Envolverde Jornalismo**. 16 janeiro 2019. Disponível em: <http://envolverde.cartacapital.com.br/industria-de-higiene-pessoal-vai-eliminar-o-uso-de-microparticulas-plasticas-solidas-insoluveis-em-produtos-enxaguaveis/>. Acesso em: 04 abr. 2019.

MARCUZZO, Leciane Cristina. **Obtenção, caracterização e aplicação de microcápsulas em espumas de poliuretano visando o conforto térmico para potencial uso na tecnologia assistiva**. Orientador Liane Roldo, Coorientador Tatiana Louise Avila de Campos Rocha. 2012. 68 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós Graduação em Design e Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2012. Disponível em: <http://www.bibliotecadigital.ufrgs.br/da.php?nrb=000860228&loc=2012&l=2194b9283c187a8b>. Acesso em: 02 abr. 2019.

MARIE-FLORENCE, Grenier Loustalot *et al.* Characterisation and Quantification of Lubricants in a Cross-Linkable Varnish by Fourier Transform Infrared Absorption Spectroscopy (FT-IR) and Differential Scanning Calorimetry. **Polymers and Polymer Composites**, v. 15, n. 2, p. 83–90, 2018. DOI: 10.1177/096739110701500201. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.1177/096739110701500201> Acesso em: 02 abr. 2019.

MADUREIRA, Ana Raquel *et al.* Characterization of solid lipid nanoparticles produced with carnauba wax for rosmarinic acid oral delivery. **RSC Advances**, v. 5, n. 29, p. 22665–22673, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1039/C4RA15802D>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/ra/c4ra15802d>. Acesso em: 22 jan. 2019.

MCCLEMENTS, David Julian. Nanoemulsions versus microemulsions: Terminology, differences, and similarities. **Soft Matter**, v. 8, n. 6, p. 1719–1729, 2012. DOI: <http://dx.doi.org/10.1039/c2sm06903b>. Disponível em: Nanoemulsions versus microemulsions: terminology, differences, and similarities - Soft Matter (RSC Publishing) Acesso em: 15 mar. 2018.

MCDONOUGH, William; BRAUNGART, Michael. **Cradle to cradle: criar e reciclar ilimitadamente**. 1 ed. São Paulo: Editora Gustavo Gili, 2014. 192 p. ISBN: 8565985199

MELLEMA, Mariska *et al.* Wax encapsulation of water-soluble compounds for application in foods. **Journal of Microencapsulation**, v. 23, n. 7, p. 729–740, 2006. DOI: <https://doi.org/10.1080/02652040600787900>. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/17123917/>. Acesso em: 16 jan. 2019

MENESES, Alessandra Cristina de *et al.* Encapsulation of clove oil in nanostructured lipid carriers from natural waxes: Preparation, characterization and in vitro evaluation of the cholinesterase enzymes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 583, p. 123879, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.123879>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0927775719308672?via%3Dihub>. Acesso em 15 dez. 2018.

MENEZES, Cristiano Ragagnin de *et al.* Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Ciência Rural**, v. 44, n. 7, p. 1304–1311, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20130971>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cr/a/r4rk9YNPLZBqqn8tsJLrD8g/?lang=en#:~:text=Microencapsulaton%20is%20a%20process%20in,vitamins%2C%20microorganisms%2C%20among%20others>. Acesso em: 15 ago. 2019.

MILANOVIC, Jelena *et al.* Microencapsulation of flavors in carnauba wax. **Sensors**, v. 10, n. 1, p. 901–912, 2010. DOI: 10.3390/s100100901. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1424-8220/10/1/901>. Acesso em: 13 out. 2018.

MILANOVIC, Jelena *et al.* Carnauba wax microparticles produced by melt dispersion technique. **Chemical Papers**, v. 65, n. 2, p. 213–220, 2011. DOI: <https://doi.org/10.2478/s11696-011-0001-x>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.2478/s11696-011-0001-x>. Acesso em: 13 out. 2018.

MILANOVIC, Jelena *et al.* Blend of natural waxes as a matrix for aroma encapsulation. **Facta universitatis - series: Physics, Chemistry and Technology**, v. 15, n. 2, p. 103–111, 2017. DOI: 10.2298/FUPCT1702103M. Disponível em: <http://www.doiserbia.nb.rs/Article.aspx?id=0354-46561702103M#.Y1m8LHbMJro>. Acesso em: 13 dez. 2018.

MOURÃO, Dalmarcia *et al.* Fungistatic activity of essential oils for the control of bipolaris leaf spot in maize. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 13, n. 12, p. 280–287, 2019. DOI: <https://doi.org/10.5897/JMPR2019.6781>. Disponível em: <https://academicjournals.org/journal/JMPR/article-abstract/C76BD4761249> Acesso em: 12 fev. 2020.

MÜLLER, Rainer; MÄDER, Karsten; GOHLA, Sven. Solid lipid nanoparticles (SLN) for controlled drug delivery: a review of the state of the art. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, v. 50, n. 1, p. 161–177, 2000. DOI: 10.1016/S0939-6411(00)00087-4. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/10840199/>. Acesso em: 25 jan. 2021.

MUSCAT, Delina *et al.* Understanding the distribution of natural wax in starch-wax films using synchrotron-based FTIR (S-FTIR). **Carbohydrate Polymers**, v. 102, n. 1, p. 125–135, 2014. DOI: 10.1016/j.carbpol.2013.11.004. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24507264/>. Acesso em: 25 mar 2019.

NAKAHARA, Kazuhiko *et al.* Chemical Composition and Antifungal Activity of Essential Oil from *Cymbopogon nardus* (Citronella Grass). **Japan Agricultural Research Quarterly**, v. 37, n. 4, p. 249–252, 2003. DOI: <https://doi.org/10.6090/jarq.37.249>. Disponível em: https://www.jstage.jst.go.jp/article/jarq/37/4/37_249/_article. Acesso em: 13 fev. 2019.

NAVARRO-SILVA, Mario A.; MARQUES, Francisco A.; DUQUE, Jonny. Revisão de semioquímicos que medeiam a oviposição de mosquitos: uma possível ferramenta sustentável. **Revista Brasileira de Entomologia**, V. 53, N. 1, p. 1-6, 2009. Doi: <https://doi.org/10.1590/S0085-56262009000100002>. Disponível em: SciELO - Brasil - Review of semiochemicals that media-

te the oviposition of mosquitoes: a possible sustainable tool for the control and monitoring of Culicidae Review of semiochemicals that mediate the oviposition of mosquitoes: a possible sustainable tool for the control and monitoring of Culicidae Acesso em: 20 mai. 2021.

NORRIS, Edmund; BLOOMQUIST, Jeffrey. Co-Toxicity Factor Analysis Reveals Numerous Plant Essential Oils Are Synergists of Natural Pyrethrins against *Aedes aegypti* Mosquitoes. **Insects**, v. 12, n. 2, p. 154, 2021. Doi: <https://doi.org/10.3390/insects12020154>. Disponível em: Insects | Free Full-Text | Co-Toxicity Factor Analysis Reveals Numerous Plant Essential Oils Are Synergists of Natural Pyrethrins against *Aedes aegypti* Mosquitoes (mdpi.com). Acesso em: 28 mar. 2022.

NÚÑEZ-GARCÍA, Itzel *et al.* Candelilla Wax Extracted by Traditional Method and an Ecofriendly Process: Assessment of Its Chemical, Structural and Thermal Properties. **Molecules**, v. 27, n. 12, p. 3735, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27123735>. Disponível em: Molecules | Free Full-Text | Candelilla Wax Extracted by Traditional Method and an Ecofriendly Process: Assessment of Its Chemical, Structural and Thermal Properties (mdpi.com). Acesso em: 18 ago. 2022

OLIVEIRA, Erick de.; PAULA, Haroldo; PAULA, Regina. Alginate/cashew gum nanoparticles for essential oil encapsulation. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 113, p. 146–151, 2014. DOI: 10.1016/j.colsurfb.2013.08.038. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24077112/>. Acesso em 20 jan. 2019.

OLIVEIRA, Mariana Pohlmann de. **Produção e caracterização de nanopartículas lipídicas contendo multicomponentes vegetais visando à aplicação em produtos para higiene íntima feminina**. Orientador Wilson Kindlein Junior, Coorientadora Silvia Stanisçuaski Guterres, 2017. 148 f. Tese (doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Escola de Engenharia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2017.

OLIVEIRA, Thainá Araújo de *et al.* Influence of carnauba wax on films of poly (butylene adipate co-terephthalate) and sugarcane residue for application in soil cover (mulching). **Materials Research**, v. 22, 2019. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2019-0040>. Disponível em: SciELO - Brasil - Influence of Carnauba Wax on Films of Poly (Butylene Adipate Co-Terephthalate) and Sugarcane Residue for Application in Soil Cover (Mulching) Influence of Carnauba Wax on Films of Poly (Butylene Adipate Co-Terephthalate) and Sugarcane Residue for Application in Soil Cover (Mulching). Acesso em: 04 mar. 2020.

OLIVO, Clair Jorge *et al.* Óleo De Citronela No Controle Do Carrapato De Bovinos. **Ciência Rural**, v. 38, n. 2, p. 406–410, 2008. DOI: 10.1590/S0103-84782008000200018. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cr/a/Vm64JSqfvKzN5vvn3Vyn4ng/?lang=pt>. Acesso em: 16 fev. 2020.

ÖZBEK, Zeynep Aksoylu; ERGÖNÜL, Pelin Günç. A Review on Encapsulation of Oils. **Celal Bayar University Journal of Science**, [s. l.], v. 13, n. 2, p. 293-309, 30 jun. 2017 DOI: <https://doi.org/https://doi.org/10.18466/cbayarfbe.313358>. Disponível em: <https://dergipark.org.tr/en/pub/cbayarfbe/issue/29779/313358>. Acesso em: 15 dez. 2018.

PACHECO-TORGAL, Fernando *et al.* **Cost-effective energy efficient building retrofitting: Materials, technologies, optimization and case studies.** Woodhead Publishing, 2017. 632 p. ISBN: 9780081012277.

PATEL, Harnish *et al.* Matrix Type Drug Delivery System: A Review. **Journal of Pharmaceutical Science and Bioscientific Research (JPSBR)**, v. 1, n. 3, p. 143–151, 2011. Disponível em: http://www.jpsbr.com/index_htm_files/3_1151.pdf. Acesso em: 28 jan. 2019.

PEANPARKDEE, Methavee; IWAMOTO, Satoshi; YAMAUCHI, Ryo. Microencapsulation: a Review of Applications in the Food and Pharmaceutical Industries. **Reviews in Agricultural Science**, v. 4, n. 0, 2016. DOI:10.7831/ras.4.56 Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/311158235_MICROENCAPSULATION_A_REVIEW_OF_APPLICATIONS_IN_THE_FOOD_AND_PHARMACEUTICAL_INDUSTRIES. Acesso em: 20 out. 2018.

PEREIRA, Lívio Antônio Silva *et al.* Antimicrobial zein coatings plasticized with garlic and thyme essential oils. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, 2019. Doi: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.13518>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/bjft/a/H4Prk3gHxcbnLcZk5LmKdsC/?lang=en>. Acesso em: 26 mar. 2020.

PETRULIS, Donatas; PETRULYTE, Salvinija. Potential use of microcapsules in manufacture of fibrous products: A review. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 7, p. 1–12, 2019. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/app.47066>. Acesso em: 18 abr. 2020.

PIACENTINI, E. *et al.* Microencapsulation by membrane emulsification of biophenols recovered from olive mill wastewaters. **Membranes (Basel)**, v. 6, n. 2, 2016. DOI: 10.3390/membranes6020025. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4931520/>. Acesso em: 25 jan. 2019.

PRAJAPATI, Bijal; PATEL, Rakesh; DHARAMSI, Abhay. Intranasal Drug Delivery System: an overview. **European Journal of Pharmaceutical and Medical Research**, v. 4, n. 07, p. 277–283, 2017. ISSN 2394-3211 Disponível em: https://storage.googleapis.com/journal-uploads/ejpmr/article_issue/1498812446.pdf Acesso em: 23 nov. 2018.

RADÜNZ, Marjana *et al.* A Mini-Review on Encapsulation of Essential Oils. **Journal of Analytical & Pharmaceutical Research**, v. 7, n. 1, 2018. DOI: 10.15406/japlr.2018.07.00205. Disponível em: <https://medcraveonline.com/JAPLR/a-mini-review-on-encapsulation-of-essential-oils.html>. Acesso em: 10 mar. 2019.

RAFFAINER, Carolina Bustos. **Design e seleção de materiais no micro e nano encapsulamento de óleo essencial de Lavandula Angustifolia Miller para aplicação em madeira-balsa.** Orientador Wilson Kindlein Junior, Coorientadora Leticia Scherer Koester, 2015. 192 f. Tese (doutorado) - Programa de Pós Graduação em Design e Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2015. Disponível em:

<http://www.bibliotecadigital.ufrgs.br/da.php?nrb=000988519&loc=2020&l=1b9eedc6221d142b>. Acesso em: 25 mar. de 2022.

RAGONHA, Flávio Henrique; NOVAK, Rudiney Giovannel. A evolução e potencialização do *Aedes aegypti* em relação às doenças no Brasil e no estado do Paraná. **Arquivos do MUDI**, v. 22, n. 1, p. 48-78, 2018. ISSN: 1980-959X. Disponível em: <https://periodicos.uem.br/ojs/index.php/ArqMudi/article/view/41521>. Acesso em: 25 mar. 2022.

RAGHAVAMMA, Tripura *et al.* Assessment of Efficacy and Safety of Newly Formulated Natural Sun Protective Cream. **IOSR Journal of Pharmacy and Biological Sciences**, v. 11, n. 05, p. 119–124, 2016. Disponível em: <https://www.iosrjournals.org/iosr-jpbs/papers/Vol11-issue5/Version-1/O110501119124.pdf>. Acesso em: 23 mar. 2019.

RIHAYAT, Teuku *et al.* Effect of Addition of Chitosan-ZnO as an Antibacterial on The Thermal Stability of PLA-Based Nanocomposites for Biofilm Packaging. **IOP Conference Series Materials Science and Engineering**, [s. l.], v. 854, n. 1, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/854/1/012047>. Disponível em: [sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0143749620300191](https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0143749620300191). Acesso em: 25 ago. 2021.

RITCHIE, Hannah; ROSER, Max. Causes of Death. **OurWorldindata**, [s.l.], 2018. Disponível em: <https://ourworldindata.org/causes-of-death>. Acesso em: 19 mar. 2019.

ROBERTSON, Divann D.; REENEN, Albert J Van; DUVESKOG, Heidi. A comparative study of the application-based properties of hot melt adhesives (HMAs) formulated with different waxes. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, [s. l.], v. 99, n. 102559, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2020.102559>. Disponível em: [sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0143749620300191](https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0143749620300191). Acesso em: 25 ago. 2021.

RODRIGUES, Leticia M. *et al.* Microcapsules of ‘jaboticaba’ byproduct: Storage stability and application in gelatin. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 22, p. 424-429, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v22n6p424-429>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbeaa/a/SdxYVtx7svtBmYPrsYtTgXM/?lang=en>. Acesso em: 08 jan. 2019.

ROSEN, Milton; KUNJAPPU, Joy. **Surfactants and Interfacial Phenomena**. 4. ed. Wiley, 2012. 600 p.

ROSSI, Wagner Soares. **Estudo de aplicações e testes de durabilidade de microcápsulas em tecidos**. Orientadora Liane Roldo. 2012. 112 f. Dissertação (mestrado) - Programa de Pós Graduação em Design e Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2012. Disponível em: <http://www.bibliotecadigital.ufrgs.br/da.php?nrb=000882990&loc=2013&l=f72fcfbcf39ed636>. Acesso em 23 mar. de 2019.

ROWE, Raymong; SHESKEY, Paul; OWEN, Siân. **Handbook of Pharmaceutical Excipients**. 5. ed. Londres: Pharmaceutical Press, 2006. 889 p. ISBN: 0 85369 618 7.

SÁNCHEZ, José Cegarra. Têxteis Inteligentes. **Química Têxtil**, v.1 n. 82, p. 52-77, 2006. Disponível em: <https://www2.ufjf.br/posmoda//files/2008/07/T%c3%aaxteis-inteligentes.pdf>. Acesso em: 17 jan. 2019.

SATHO, Tomomitsu *et al.* Coffee and its waste repel gravid *Aedes albopictus* females and inhibit the development of their embryos. **Parasites & vectors**, v. 8, n. 1, p. 272, 2015. Disponível em: <https://parasitesandvectors.biomedcentral.com/articles/10.1186/s13071-015-0874-6>. Acesso em: 12 fev. 2020.

SAWADOGO, Ignace *et al.* Antifungal and Antiaflatoxinogenic Effects of *Cymbopogon citratus*, *Cymbopogon nardus*, and *Cymbopogon schoenanthus* Essential Oils Alone and in Combination. **Journal of Fungi**, v. 8, n. 2, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/jof8020117>. Disponível em: JoF | Free Full-Text | Antifungal and Antiaflatoxinogenic Effects of *Cymbopogon citratus*, *Cymbopogon nardus*, and *Cymbopogon schoenanthus* Essential Oils Alone and in Combination (mdpi.com) Acesso em: 25 jul. 2022.

SCHALCHER PEREIRA, Álvaro Itaúna *et al.* Atividade antimicrobiana no combate às larvas do mosquito *Aedes aegypti*: homogeneização dos essenciais essenciais do linalol e eugenol. **Educación Química**, v. 25, p. 446-449, 2014. Doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0187-893X\(14\)70065-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0187-893X(14)70065-5). Disponível em: JoF | Free Full-Text | Antifungal and Antiaflatoxinogenic Effects of *Cymbopogon citratus*, *Cymbopogon nardus*, and *Cymbopogon schoenanthus* Essential Oils Alone and in Combination (mdpi.com). Acesso em: 10 fev. 2020.

SCHINCARIOL, Isabela. Pesquisadora alerta para surto de dengue no país. Conheça a formação do Campus Virtual sobre o tema. *In*: FIOCRUZ. **Campus Virtual Fiocruz**. Rio de Janeiro, 15 jun. 2022. Disponível em: <https://campusvirtual.fiocruz.br/portal/?q=noticia/64956#:~:text=Conhe%C3%A7a%20a%20forma%C3%A7%C3%A3o%20do%20Campus%20Virtual%20sobre%20o%20tema,-Por&text=Desde%20o%20primeiro%20trimestre%20do,casos%20de%20dengue%20no%20pa%C3%ADs> Acesso em: 10 ago. 2022.

SEDGHI, Arman; ALIMOHAMMADI, Marzieh; ZADEH, Monireh Chadorbaf. Structure and properties of CoxZn1-xAl2O4 nanopigments fabricated by gel combustion method. **Ceramics Silikaty**, Irã, v. 58, n. 2, p. 145-150, jan. 2014 Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/288427071_Structure_and_properties_of_CoxZn1-xAl2O4_nanopigments_fabricated_by_gel_combustion_method. Acesso em: 13 out. 2019.

SHAKI, Hossein *et al.* Optimizing formulation variables of KCl loaded waxy microspheres. **Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 10, n. 1, p. 37-54, 2014. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/278031008_Optimizing_Formulation_Variables_of_KCl_Loaded_Waxy_Microspheres. Acesso em: 18 jan. 2019.

SHENDE, Mulchand *et al.* Formulation and in-vitro evaluation of sustained release delivery of diltiazem hydrochloride through wax matrices. **International Journal of ChemTech Research**, v. 1, n. 4, p. 1359-1367, 2009. Disponível em: [https://sphinxsai.com/CTVOL4/ct_pdf_vol_4/CT=93%20\(1359-1367\).pdf](https://sphinxsai.com/CTVOL4/ct_pdf_vol_4/CT=93%20(1359-1367).pdf). Acesso em: 18 set. 2018.

SILVA, Luana Góes Soares da; ALVES, Annelise Kopp. Caracterização colorimétrica e absorvância de nanofibras dos óxidos de titânio e tungstênio na região uv-vis. **Revista Ibero-Americana de Humanidades, Ciências e Educação**, v. 7, n. 6, p. 887-899, 2021. DOI: doi.org/10.51891/rease.v7i6.1440 Disponível em: <https://periodicorease.pro.br/rease/article/view/1440>. Acesso em 20 jan. 2022.

SILVA, Márcio Robert Mattos da; RICCI-JÚNIOR, Eduardo. An approach to natural insect repellent formulations: from basic research to technological development. **Acta Tropica**, [s. l.], v. 212, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actatropica.2020.105419>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0001706X19311970>. Acesso em 20 jan. 2021.

SINGH, Reena; PODDAR, Sushilkumar Sharatchandra; CHIVATE, Amit. Sintering of wax for controlling release from pellets. **AAPS PharmSciTech**, v. 8, n. 3, p. E175–E183, 2007. DOI: 10.1208/pt0803074. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC2750570/>. Acesso em: 25 ago. 2018.

SK, Chinta; WANE, Pooja. Use of microencapsulation in textiles. **Indian Journal of Engineering**, v. 3, n. 7, p. 37–40, 2013. Disponível em: http://www.discoveryjournals.org/engineering/current_issue/2013/A22.pdf. Acesso em: 14 out. 2018.

SOARES, Juliana Breda. **Análise da funcionalização de filamentos de ABS com microcápsulas visando a modelagem por fusão e deposição [recurso eletrônico]**. Orientador Liane Roldo. 2018. 103 f. Dissertação (mestrado) - Programa de Pós Graduação em Design e Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2018.

SOLIMAN, Emad *et al.* Microencapsulation of Essential Oils within Alginate. **Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences**, v. 03, n. 01, p. 48–55, 2013. DOI: 10.4236/jeas.2013.31006. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/236660010_Microencapsulation_of_Essential_Oils_within_Alginate_Formulation_and_in_Vitro_Evaluation_of_Antifungal_Activity. Acesso em: 10 ago. 2018.

SOLTANZADEH, Maral *et al.* Chitosan nanoparticles encapsulating lemongrass (*Cymbopogon commutatus*) essential oil: Physicochemical, structural, antimicrobial and in-vitro release properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 192, n.1, p. 1084-1097, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.10.070>. Disponível em: Chitosan nanoparticles encapsulating lemongrass (*Cymbopogon commutatus*) essential oil: Physicochemical, structural, antimicrobial and in-vitro release properties - ScienceDirect. Acesso em: 13 mar. 2022.

SONGKRO, Sarunyoo *et al.* Investigation of inclusion complexes of citronella oil, citronellal and citronellol with b-cyclodextrin for mosquito repellent. **Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry**, v. 72, n. 3–4, p. 339–355, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10847-011-9985-7>. Disponível em: Investigation of inclusion com-

plexes of citronella oil, citronellal and citronellol with β -cyclodextrin for mosquito repellent | SpringerLink. Acesso em: 16 fev. 2020.

SPECOS, Maria Miró *et al.* Aroma finishing of cotton fabrics by means of microencapsulation techniques. **Journal of Industrial Textiles**, v. 40, n. 1, p. 13–32, 2010a. DOI: <https://doi.org/10.1177/1528083709350184>. Disponível em: Aroma Finishing of Cotton Fabrics by Means of Microencapsulation Techniques - María M. Miró Specos, Germán Escobar, Patricia Marino, César Puggia, M. Victoria Defain Tesoriero, Laura Hermida, 2010 (sagepub.com). Acesso em: 16 fev. 2019.

SPECOS, Maria Miró *et al.* Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles. **Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine and Hygiene**, v. 104, n. 10, p. 653–658, 2010b. DOI: 10.1016/j.trstmh.2010.06.004. Disponível em: Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles - PubMed (nih.gov). Acesso em: 23 jan. 2019.

SUAVE, Jaqueline. *et al.* Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Revista Saúde e Ambiente**, v. 7, n. 2, p. 12–20, 2006. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/A-Pez-zin/publication/228663357_Microencapsulacao_Inovacao_em_diferentes_areas/links/5594102c08ae21086d1ebdb6/Microencapsulacao-Inovacao-em-diferentes-areas.pdf. Acesso em: 08 ago. 2018.

SUH, Eunho *et al.* Suboptimal larval habitats modulate oviposition of the malaria vector mosquito *Anopheles coluzzii*. **PLoS One**, v. 11, n. 2, p. e0149800, 2016. Doi: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0149800>. Disponível em: <https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0149800>. Acesso em: 24 jan. 2019.

SURESH, Udaiyan *et al.* Encapsulation of sea fennel (*Crithmum maritimum*) essential oil in nanoemulsion and SiO₂ nanoparticles for treatment of the crop pest *Spodoptera litura* and the dengue vector *Aedes aegypti*. **Industrial Crops and Products**, v. 158, p. 113033, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.113033>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092666902030950X?via%3Dihub>. Acesso em: 24 set. 2021.

TEIXEIRA, P. *et al.* Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Ciência Rural**, v. 44744, n. 7, p. 1304–1311, 2014. Disponível em: <https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0149800>. Acesso em: 05 mai. 2018.

TIMUNG, Robinson *et al.* Composition and anti-bacterial activity analysis of citronella oil obtained by hydrodistillation: Process optimization study. **Industrial Crops and Products**, v. 94, p. 178–188, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.08.021>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926669016305349>. Acesso em: 04 mai. 2020.

VENI, Chidambaram Kulandaisamy *et al.* Microencapsulation of flexirubin-type pigment by spray drying: Characterization and antioxidant activity. **International Biodeterioration & Biodegradation**, Malásia, v. 113, p. 350-356, 2016. Disponível em: https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/86378251/IBB-microencapsulation-libre.pdf?1653354200=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DMicroencapsulation_of_flexirubin_type_pi.pdf&Expires=1667918768&Signature=Fc0bp0V58UtlTvQOrQC5vaTQFeH~evRT3ZiarFMDH2QKTphnlyRLFfOeMDfe~KFZySOLcsRSeEXBNxGVVHledRlrYUe2sr146uUYc12YxdmDQk1SoB3P-OWt6HGIZS~nVpIEd8EJK~1oY8mKmd4Ge5XYOkPjI6Qx2mm0xjk0FSux1xMIKbYFDBL0-SpQERtqnTj-oMYUnu35bDYaSURIW-Sd~qkpH9-t7iiR2a5oFB~7Kbs2NFeqxTrBi9IY-gqqHzQooiGtk-vRI1ONiUULXY9pUrsY6dnWQACWCZQB0yX5pK8hX2sHGy5botUM8RnoQivWbYd1G9-8DAdJNCKnQ__&Key-Pair-Id=APKAJLOHF5GGSLRBV4ZA. Acesso em: 15 jun. 2020.

VENIL, Chidambaram Kulandaisamy *et al.* Microencapsulation of flexirubin-type pigment by spray drying: Characterization and antioxidant activity. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 113, p. 350-356, 2016. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2016.01.014>. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830516300142?casa_token=8mvrDcp-ga04AAAAA:3FsrF9mRc0vd9T2XTP9CqFrTEAAKrC9kC0H2MHnsgf7nSBzsbDcga0xv4P3HmYMBfJdlUvtyjA. Acesso em 20 Jan. de 2019.

VILLALOBOS-HERNÁNDEZ, Juan Ramón; MÜLLER-GOYMANN, Christel. Sun protection enhancement of titanium dioxide crystals by the use of carnauba wax nanoparticles: the synergistic interaction between organic and inorganic sunscreens at nanoscale. **International journal of pharmaceuticals**, v. 322, n. 1-2, p. 161–70, 2006. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2006.05.037. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/16824709/>. Acesso em: 15 out. 2018.

VISHWAKARMA, Gajendra Singh *et al.* Polymeric encapsulates of essential oils and their constituents: A review of preparation techniques, characterization, and sustainable release mechanisms. **Polymer Reviews**, v. 56, n. 4, p. 668–701, 2016. DOI: 10.1080/15583724.2015.1123725. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/15583724.2015.1123725?journalCode=lmssc> 20. Acesso em: 20 dez. 2017.

WALTER, Yuri. **O conteúdo da forma**: Subsídios para seleção de materiais e design. Orientador: Prof. Dr. João Fernando Marar. 2006. 106 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de e Pós-Graduação Desenho Industrial, , FAACUNESP – Faculdade de Arquitetura, Artes e Comunicação, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Bauru, 2006. Disponível em: <https://www.faac.unesp.br/Home/Pos-Graduacao/Design/Dissertacoes/yuri.pdf>. Acesso em: 12 jul. 2020.

WARIKOO, Radhika; WAHAB, Naim; KUMAR, Sarita. Oviposition-altering and ovicidal potentials of five essential oils against female adults of the dengue vector, *Aedes aegypti* L. **Parasi-**

tology Research, v.109, n.4, p; 1125–1131, 2011. DOI: 10.1007/s00436-011-2355-y. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00436-011-2355-y>. Acesso em: 28 set. 2019.

WIDJIJONO, Widjijono; AGUSTIONO, Purwanto; IRNAWATI, Dyah. Mechanical properties of carving wax with various Ca-bentolite filter composition. **Dental Journal (Majalah Kedokteran Gigi)**, v. 42, n. 3, p. 114-117, 2009. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/307686159_Mechanical_properties_of_carving_wax_with_various_Ca-bentolite_filter_composition. Acesso em: 02 ago. 2018.

WYPYCH, Anna. **Databook of antiblocking, release and slip additives**. 1 ed. Toronto: Chem-Tec Publishing, 2014.:

WOODING, Madelien *et al.* Controlling mosquitoes with semiochemicals: a review. **Parasites Vectors**, v. 13, n.80, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1186/s13071-020-3960-3>. Disponível em: <https://parasitesandvectors.biomedcentral.com/articles/10.1186/s13071-020-3960-3>. Acesso em: 05 mar. 2021.

ZARA, Ana Laura de Sene Amâncio *et al.* Estratégias de controle do *Aedes aegypti*: uma revisão. **Epidemiologia e Serviços de Saúde**, v. 25, n.2, p. 391-404, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.5123/S1679-49742016000200017>. Disponível em: http://scielo.iec.gov.br/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S1679-49742016000200391&lng=pt&nrm=is. Acesso em: 15 ago. 2020.

ZHANG, Yan *et al.* Plasticisation of carnauba wax with generally recognised as safe (GRAS) additives. **Polymer**, v. 86, p. 208-219, 2016. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.418-420.643. Disponível em: http://pure-oai.bham.ac.uk/ws/files/25994700/Zhang_et_al_Plasticisation_Carnauba_Wax_Polymer_Post_Print.pdf. Acesso em: 13 jan. 2019.

ZHU, Xiaodong *et al.* Fabrication and characterization of reversible thermochromic wood veneers. **Scientific Reports**, v. 7, n. 1, p. 1-10, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1038/s41598-017-17238-9>. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-017-17238-9>. Acesso em 25 jan. de 2019.

APÊNDICE A – SISTEMA DE DETECÇÃO DE VOLATIZAÇÃO

Os componentes do sistema são: Um Arduino Nano 328p (uma placa de acesso a pinos com um microcontrolador Atmel ATmega328p), um adaptador para cartões SD (que utiliza protocolo de comunicação SPI), um display LCD 16x2 e um ADC ADS1115. O sistema basicamente efetua três operações: mede o ADC para obter várias medidas de tensão da célula e, assim, operar uma média; mostra o valor de cada medida no display LCD e, então, grava o valor medido no cartão SD em um arquivo CSV. O ciclo de medida do sensor/escrita no display/gravação no SD é efetuado uma vez por minuto. Após 60 medidas (60 minutos), o microcontrolador calcula a média das medidas e grava o resultado. O sistema deverá continuar a medir o valor de tensão da célula indefinidamente.

O Arduino Nano 328p é uma placa que contém um microcontrolador Atmel ATmega328p de 16MHz, 20kB de memória flash e 2kB de memória SRAM. Serão utilizadas as seguintes funcionalidades do microcontrolador: comunicação serial SPI para o cartão SD, comunicação serial I²C para o ADC e pinos de saída digital para operação do display LCD. No Arduino Nano é gravado um programa que executa o algoritmo de medida/escrita/gravação. Para a escrita e gravação do programa no microcontrolador foi utilizado o Arduino IDE, uma plataforma gratuita e aberta. Para a escrita do código a ser gravado no microcontrolador foram utilizadas bibliotecas para a gravação no cartão SD (SD.h) e operação do ADC (Adafruit_ADS1015.h). As bibliotecas fornecem funções prontas que já operam as comunicações seriais de cada dispositivo. Tudo o que resta para o nosso programa é chamar essas funções quando necessário.

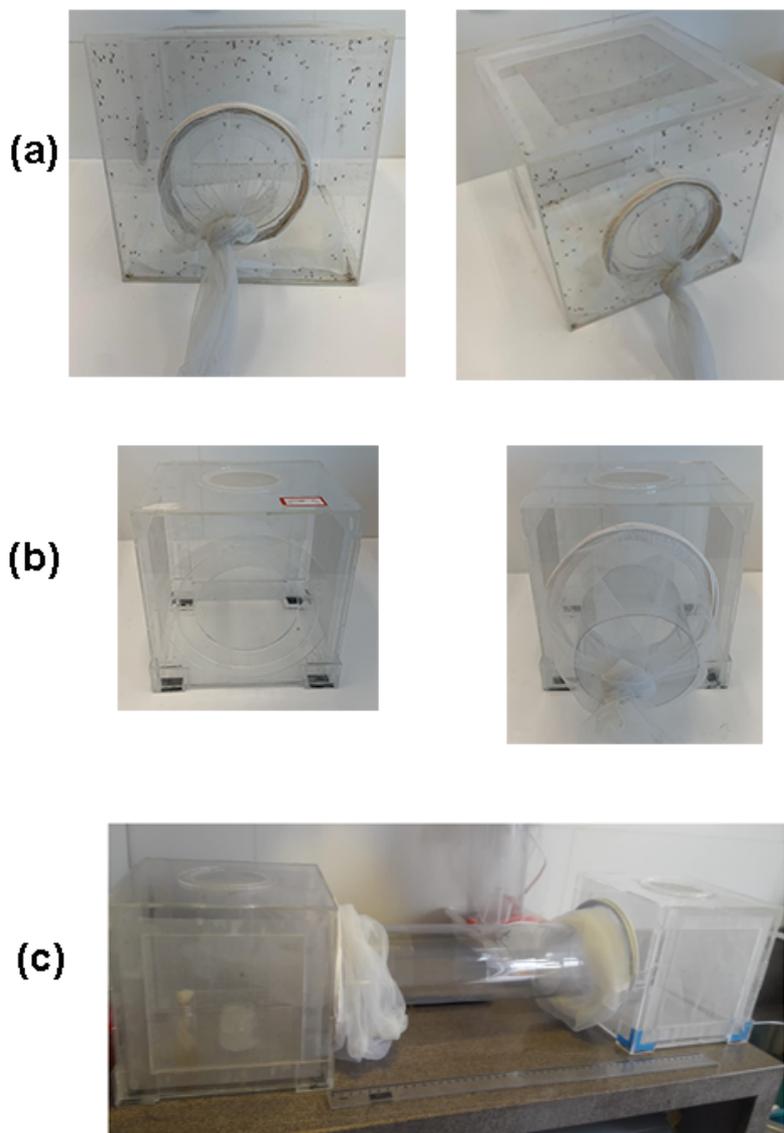
Conectado diretamente à célula fica o ADC ADS1115. Um ADC é um conversor analógico-digital. Ele converte valores de tensão analógica e converte para um dado digital (neste caso em 16 bits) e transfere este valor pelo protocolo serial I²C, quando solicitado. O algoritmo gravado no microcontrolador converte este valor de 16 bits em uma medida de tensão para ser gravada no cartão e mostrada no display.

A placa de acesso SD serve como interface transparente ao cartão SD utilizado para gravação do arquivo CSV através do protocolo serial SPI. O arquivo CSV é um arquivo no qual os valores de uma tabela são guardados para posteriormente serem abertos no Microsoft Excel ou Open Office Calc. Os dados são gravados da seguinte forma: valor da hora seguido de uma vírgula, seguido do valor de tensão da célula e, por fim, um caractere de nova linha.

O display LCD possui 16 colunas e 2 linhas para inserção de caracteres. O display é controlado diretamente pelo microcontrolador e mostra os valores da contagem de tempo, bem como o valor em milivolts da célula medido pelo sensor ADC.

APÊNDICE B – GAIOLAS DE BIOENSAIO

Gaiolas de bioensaio



(a) Gaiola 30 cm x 30 cm x 30 cm para criação de mosquitos, (b) Gaiola 20 cm x 20 cm x 20 cm para bioensaios de oviposição, (c) Gaiolas conectadas com o duto para ensaios com chance de escolha.

Fonte: A autora (2023).

As gaiolas foram projetadas em Software Cad, em material acrílico 3 mm de espessura (adquirido na empresa Acriloja) e recortadas em equipamento a laser, no laboratório LI-FE/UFRGS, conforme figura acima.

As gaiolas possuem encaixe para facilitar a montagem e foram coladas com cola especial para acrílico (adquirida na empresa Acriloja).

APÊNDICE C – CERTIFICADO DE DESENHO INDUSTRIAL BR 302021003982-6



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
 MINISTÉRIO DA ECONOMIA
 INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
 DIRETORIA DE MARCAS, DESENHOS INDUSTRIAIS E INDICAÇÕES GEOGRÁFICAS

CERTIFICADO DE REGISTRO DE DESENHO INDUSTRIAL
BR 302021003982-6

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede, automaticamente, sem exame de mérito, o presente CERTIFICADO DE REGISTRO, que outorga ao seu titular propriedade do desenho industrial discriminado neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dele decorrentes, previstos na legislação em vigor.

A proteção conferida pelo registro de desenho industrial, em conformidade com o que estabelece o art. 96 da Lei 9.279/96, é definida exclusivamente a partir da configuração da forma plástica ornamental do objeto ou do conjunto ornamental de linhas e cores requeridos.

(21) Número do Depósito: BR 302021003982-6

(22) Data do Depósito: 19/08/2021

(45) Data de Concessão: 18/01/2022

(52) Classificação Internacional de Desenhos Industriais: 24-01; 24-02.

(30) Prioridade Unionista:

(54) Título: CONFIGURAÇÃO APLICADA A UM DISPOSITIVO PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS

(73) Titular: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, Instituição de Ensino e Pesquisa. Endereço: AV. PAULO GAMA Nº 110, 6º ANDAR, CENTRO, PORTO ALEGRE, RS, BRASIL, PORTO ALEGRE, RS, BRASIL (BR), 90040-060, Brasília

(72) Autor: JAQUELINE DILLY; LUIS HENRIQUE ALVES CANDIDO; ONILDA SANTOS DA SILVA; ALESSANDRA BITTENCOURT DE LEMOS; HARRY LUIZ PILZ JUNIOR; TARCISIO DE FREITAS MILAGRES; WELLINGTON JUNIOR DA SILVA.

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 19/08/2021, mediante o recolhimento da taxa quinquenal de manutenção (Artigos 119 e 120 da LPI) e observadas as demais condições legais.

Registro Concedido em: 18/01/2022

Expedido em: 18 de Janeiro de 2022

Assinado digitalmente por:
 André Luis Balloussier Ancora da Luz
 Diretor

RELATÓRIO DESCRITIVO***Configuração aplicada a/em dispositivo para testes de materiais em
bioensaios***

O presente relatório descritivo faz referência às fotografias, anexas, assim indicadas:

Figura 1.1 – Perspectiva

Figura 1.2 – Vista anterior

Figura 1.3 – Vista posterior

Figura 1.4 – Vista lateral direita

Figura 1.5 – Vista lateral esquerda

Figura 1.6 – Vista superior

Figura 1.7 – Vista inferior

1/7

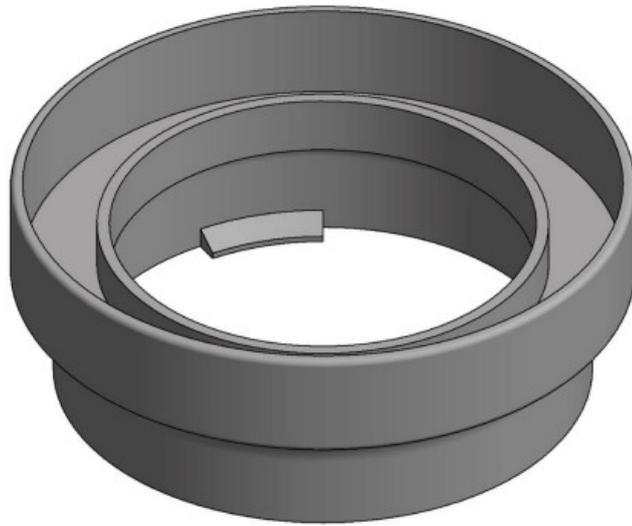


Figura 1.1 – Perspectiva



Figura 1.2 - Vista anterior

3/7



Figura 1.3 - Vista posterior

4/7



Figura 1.4 – Vista lateral direita

5/7



Figura 1.5 - Vista lateral esquerda

6/7

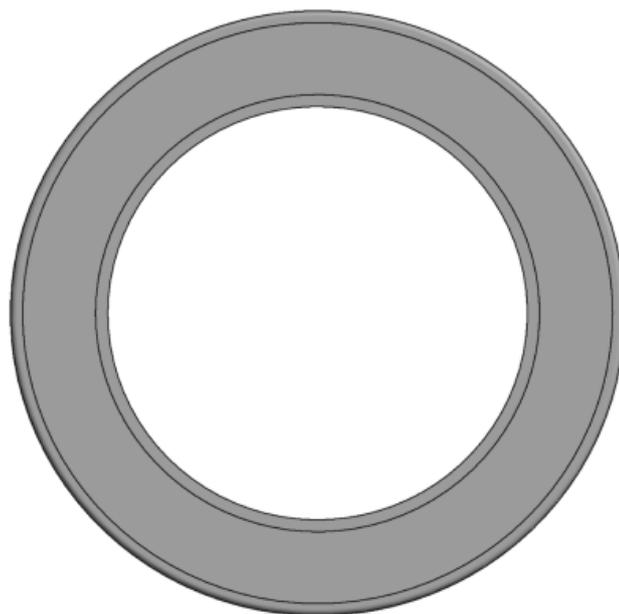


Figura 1.6 - Vista superior

7/7

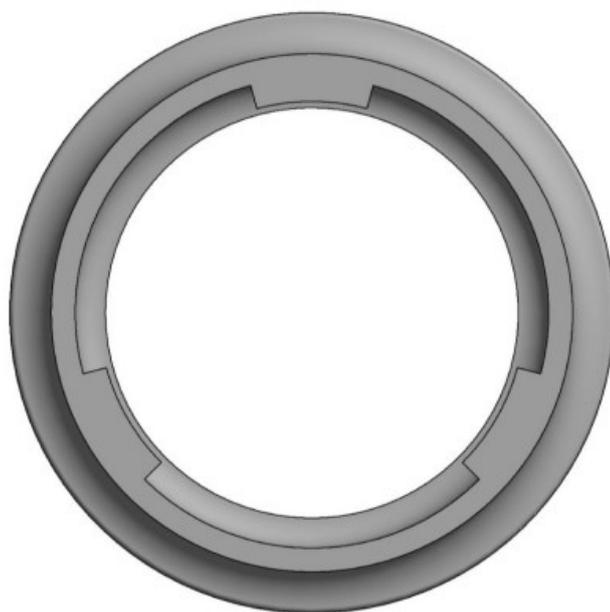


Figura 1.7 – Vista inferior

APÊNDICE D - CERTIFICADO DE DESENHO INDUSTRIAL BR 30 2022 001454-0



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
 MINISTÉRIO DA ECONOMIA
 INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
 DIRETORIA DE MARCAS, DESENHOS INDUSTRIAIS E INDICAÇÕES GEOGRÁFICAS

CERTIFICADO DE REGISTRO DE DESENHO INDUSTRIAL
BR 302022001454-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede, automaticamente, sem exame de mérito, o presente CERTIFICADO DE REGISTRO, que outorga ao seu titular propriedade do desenho industrial discriminado neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dele decorrentes, previstos na legislação em vigor.

A proteção conferida pelo registro de desenho industrial, em conformidade com o que estabelece o art. 95 da Lei 9.279/96, é definida exclusivamente a partir da configuração da forma plástica ornamental do objeto ou do conjunto ornamental de linhas e cores requeridos.

(21) Número do Depósito: BR 302022001454-0

(22) Data do Depósito: 22/03/2022

(45) Data de Concessão: 12/04/2022

(52) Classificação Internacional de Desenhos Industriais: 24-01; 24-02.

(30) Prioridade Unionista:

(54) Título: CONFIGURAÇÃO APLICADA A/EM DISPOSITIVO DE CONEXÃO DE GAIOLAS PARA TESTES DE MATERIAIS EM BIOENSAIOS

(73) Titular: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, Instituição de Ensino e Pesquisa. Endereço: AV. PAULO GAMA Nº 110, 8º ANDAR, CENTRO, PORTO ALEGRE, RS, BRASIL, PORTO ALEGRE, RS, BRASIL (BR), 90040-060, Brasileira

(72) Autor: JAQUELINE DILLY; LUIS HENRIQUE ALVES CANDIDO; ONILDA SANTOS DA SILVA; HARRY LUIZ PILZ JUNIOR.

Prazo de Validade: 10(dez) anos contados a partir de 22/03/2022, mediante o recolhimento da taxa quinquenal de manutenção (Artigos 119 e 120 da LPI) e observadas as demais condições legais.

Registro Concedido em: 12/04/2022

Expedido em: 12 de Abril de 2022

Assinado digitalmente por:
Denise Thiengo Santos
 Chefe de Seção - Portaria Nº 800/2016

RELATÓRIO DESCRITIVO***Configuração aplicada em dispositivo de conexão de gaiolas para testes de materiais em bioensaios***

O presente relatório descritivo faz referência às fotografias, anexas, assim indicadas:

Figura 1.1 – Perspectiva

Figura 1.2 – Vista anterior

Figura 1.3 – Vista posterior

Figura 1.4 – Vista lateral direita

Figura 1.5 – Vista lateral esquerda

Figura 1.6 – Vista superior

Figura 1.7 – Vista inferior

1/7

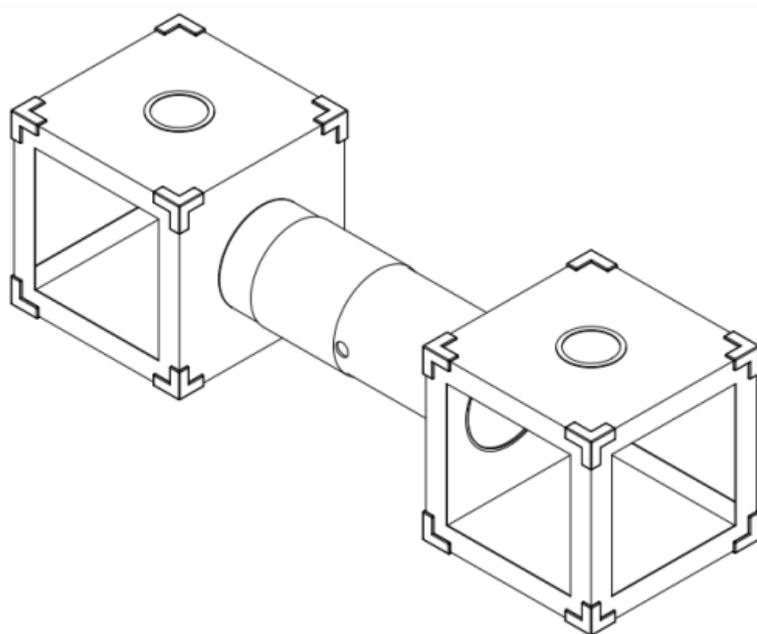


Figura 1.1 – Perspectiva

2/7

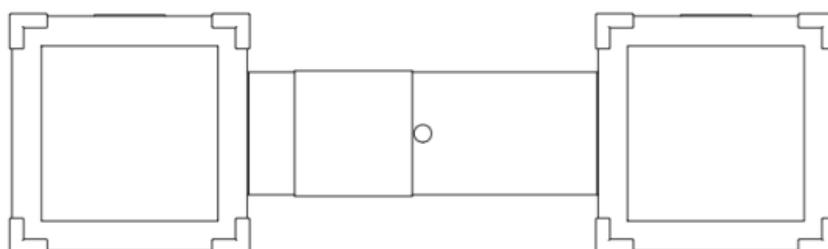


Figura 1.2 - Vista anterior

3/7

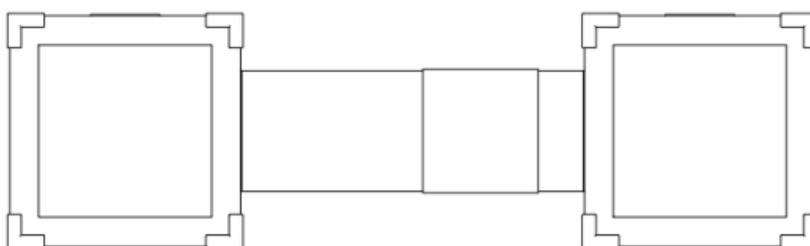


Figura 1.3 - Vista posterior

4/7

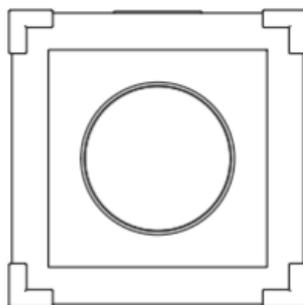


Figura 1.4 – Vista lateral direita

5/7

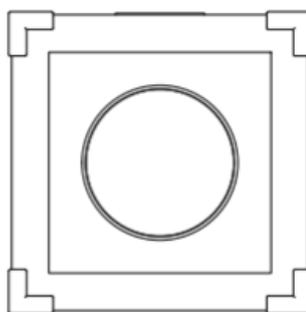


Figura 1.5 - Vista lateral esquerda

6/7

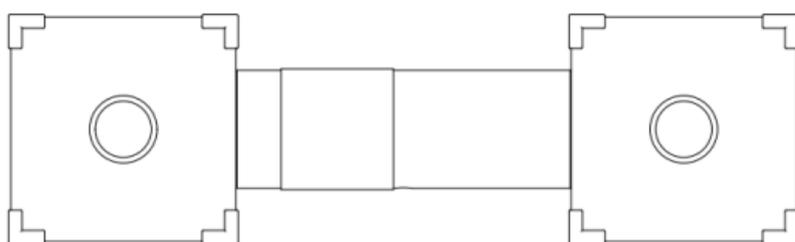


Figura 1.6 - Vista superior

7/7

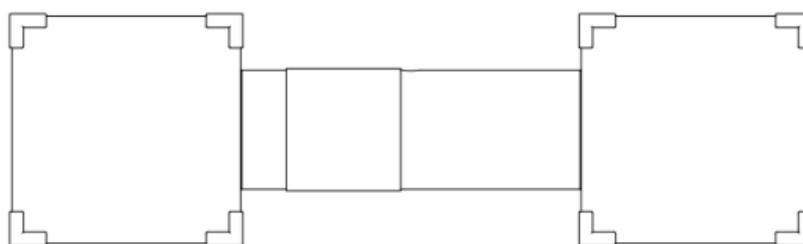


Figura 1.7 – Vista inferior