

Mestrado Integrado em Engenharia Química

***Produção e Caracterização de Têxteis com
Propriedades Hidratantes***

Tese de Mestrado

de

Raquel Filipa da Rocha Coelho

Desenvolvida no âmbito da disciplina de Dissertação

realizado em Ambiente Empresarial em

CeNTI



Orientador na FEUP: Prof. Fernando Pereira

Orientador no CeNTI: Doutora Carla Joana Silva



Departamento de Engenharia Química

Julho de 2010

Agradecimentos

Agradeço à Doutora Carla Joana Silva e ao Doutor Manuel Fernando Pereira, meus orientadores, por toda a motivação e ajuda prestada.

Gostaria de agradecer à Mestre Ana Cardoso por todo o apoio disponibilizado durante o estágio. Agradeço ainda à Mestre Carla Santos pela preciosa introdução na utilização das sondas Corneometer® CM 825 e Tewameter® TM 300, e ao José Silva pelo apoio na análise FTIR das amostras.

Não poderia deixar de agradecer a todos os colegas de trabalho do CeNTI que, durante este estágio curricular, e sempre que foi necessário, se disponibilizaram para testar os produtos.

Desejo agradecer também ao CITEVE por ter possibilitado a utilização de equipamentos, e também por ter gentilmente cedido o corante Sirius® Supra Red F4BL. Igualmente agradeço a todos os fornecedores os produtos cedidos.

Agradeço ao CeNTI, na pessoa do seu director, Engenheiro António Vieira, por ter disponibilizado materiais e equipamentos necessários à realização da Tese de Mestrado, e pela ajuda no financiamento das deslocações e alimentação.

Agradeço à Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, nomeadamente ao Departamento de Engenharia Química, por ter possibilitado esta oportunidade.

Desejo agradecer ainda a todas as outras pessoas ou instituições não referidas, que, directa ou indirectamente, contribuíram para a realização deste projecto.

Agradeço, por fim, aos meus pais, à minha irmã, e ao João, pelo apoio incondicional.

Resumo

Pretendeu-se com este projecto produzir têxteis compatíveis com a pele, e que favoreçam o seu bom estado e funcionamento, sendo para tal necessária a sua caracterização, bem como a avaliação da evolução das propriedades da pele durante a sua utilização.

Actualmente surgem têxteis, na área do vestuário, que “prometem” uma melhoria do estado da pele, reflectida, por exemplo no melhoramento da hidratação da pele. Tais produtos não têm ainda, pelo menos disponibilizada, uma base de comprovação dos tais efeitos “prometidos”. Por isso, torna-se necessário o desenvolvimento de uma metodologia de medição de propriedades da pele e de simulação de uso dos têxteis para se verificar a variação de propriedades da mesma, como a hidratação e a perda transepidérmica de água, estudadas ao longo deste projecto.

No desenvolvimento deste projecto utilizou-se algodão como substrato, o qual foi impregnado com soluções potencialmente hidratantes, por Foulardagem, *Spray* Ultra-Sónico e *Spray* Manual. Para se impregnar por *Spray* Ultra-Sónico foi necessário determinar a viscosidade das soluções depositadas por este método.

Algumas das amostras obtidas foram caracterizadas por microscopia óptica e espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier. Foram também quantificados os produtos impregnados através da medição de absorvância de soluções no espectrofotómetro UV/VIS.

Foram ainda realizados ensaios de simulação de utilização das amostras preparadas e de um têxtil comercial na pele, de modo a se medir a hidratação e a perda transepidérmica de água antes e 6 horas após a colocação das amostras no antebraço.

Pela análise dos resultados obtidos, foi verificada uma evolução positiva da hidratação da pele no contacto com o substrato impregnado por Foulardagem com o produto E, e da perda transepidérmica de água ao contacto com amostras por impregnação por Foulardagem de solução de A.

Palavras Chave (Tema): têxteis funcionais, hidratação, perda transepidérmica de água

Abstract

The main objective of this project was to produce textiles compatibles with the skin, that encourage their good condition and functioning, and therefore it is necessary to characterize as well to and assess the progression of skin properties during its use.

Currently textiles are emerging in the clothing area that "promises" an improvement of skin condition, reflected for example in the improvement of skin hydration. These products have not yet provided, at least, a basis for verification of such "promised" effects. Therefore, it becomes necessary to develop a methodology for measuring skin properties and for simulating the use of the textiles in order to verify the variation of skin properties, such as hydration and transepidermal water loss, which were studied along this project.

In the development of this project cotton was used as substrate, which was subsequently impregnated with potentially hydrating solutions, by Padding, Ultrasonic Spray and Manual Spray. To impregnate with Ultrasonic Spray it was necessary previously to determine the viscosity of the solutions deposited by this method.

Some of the samples obtained were characterized by optical microscopy and infrared spectroscopy with Fourier transform. The impregnated products were also quantified by measuring the absorbance of solutions in the spectrophotometer UV/VIS.

There were also conducted simulation tests, by using the textiles closely to the skin, of the prepared samples and of a commercial textile, in order to measure the hydration and transepidermal water loss before and 6 hours after placing the samples on the forearm.

Analyzing the results obtained, it was possible to observe a positive change of skin hydration in contact with the substrate impregnated with the product E by Padding, and of the transepidermal water loss in contact with samples impregnated by Padding using solutions from product A.

Keywords (Subject): functional textiles, hydration, transepidermal water loss

Índice

Índice	i
Índice de Figuras	iv
Índice de Tabelas.....	vi
Notação e Glossário	vii
1 Introdução	1
1.1 Enquadramento e Apresentação do Projecto	1
1.2 Contributos do Trabalho	1
1.3 Organização da Tese	2
2 Estado da Arte	3
2.1 Têxteis Funcionais	3
2.1.1 Têxteis Cosméticos	3
• Têxteis Hidratantes	4
2.2 Preparação de têxteis hidratantes	5
2.2.1 Processos de preparação de têxteis hidratantes	9
2.3 Aferição das propriedades hidratantes dos têxteis	10
2.3.1 Hidratação.....	11
2.3.2 Perda transepidérmica de água	11
3 Materiais e Métodos	14
3.1 Materiais utilizados	14
3.1.1 Substrato têxtil	14
3.1.2 Soluções.....	14
• Solução de Sirius® Supra Red F4BL e solução de Congo Red	14
• Solução de Sirius® Red F3B	14
• Solução de fenolftaleína	15
3.1.3 Soluções controlo	15
• Lauril Sulfato de Sódio (SLS)	15
• Glicerina	15

3.1.4	Agentes funcionais	15
•	Solução de β -ciclodextrinas	15
•	Solução de β -ciclodextrinas - receita comercial	15
•	Solução de composto A.....	16
•	Solução de produto B.....	16
•	Produto C e produto D	17
•	Produto E	17
3.2	Incorporação de agentes hidratantes no substrato têxtil.....	17
3.2.1	Determinação da viscosidade das soluções.....	17
3.2.2	Tratamento Plasma	17
3.2.3	Foulardagem	18
3.2.4	<i>Spray</i> Ultra-Sônico	18
3.3	Caracterização do substrato têxtil funcionalizado.....	18
3.3.1	Solidez à Lavagem	18
3.3.2	Quantificação de β -CDs	18
3.3.3	Desenvolvimento de método para quantificação do produto A.....	19
3.3.4	Desenvolvimento de método para quantificação dos produtos C e D.....	19
3.3.5	Espectroscopia UV/VIS	19
3.3.6	FTIR - Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier	20
3.3.7	Microscopia Óptica.....	20
3.3.8	Determinação das propriedades da pele: Hidratação e <i>TEWL</i>	20
4	Discussão de Resultados	23
4.1	Determinação da viscosidade das soluções a impregnar por <i>Spray</i> Ultra-Sônico	23
4.2	Amostras impregnadas com solução de β-ciclodextrinas - Solidez à Lavagem	24
4.3	Amostras impregnadas com solução de A - Solidez à Lavagem	25
4.4	Efeitos dos Têxteis Funcionalizados na pele	34
4.4.1	Efeitos das amostras de CO impregnadas com solução de A a 2% m/V	34

4.4.2	Efeitos das amostras de CO impregnadas com o produto C	36
4.4.3	Efeitos das amostras de CO impregnadas com produto E	38
4.4.4	Efeito de um têxtil comercial potencialmente hidratante na pele	40
5	Conclusões.....	42
6	Avaliação do trabalho realizado.....	43
6.1	Objectivos Realizados	43
6.2	Outros Trabalhos Realizados	43
6.3	Limitações e Trabalho Futuro.....	43
6.4	Apreciação Final	44
7	Referências.....	45
Anexo 1 - Espectro de absorvância de solução de Sirius® Red 0,002% m/V		48
Anexo 2 -Desenvolvimento de Método de Quantificação dos produtos C e D		49
Anexo 3 - Teste à solidez à lavagem de solução de produto B - análise sensorial		50

Índice de Figuras

<i>Figura 1 - SEM de Skintex® aplicado em poliéster (adaptado de TechExchange, 2010).</i>	<i>6</i>
<i>Figura 2 - Estrutura química e propriedades de ciclodextrinas (adaptado de Venturini et al, 2008).</i>	<i>8</i>
<i>Figura 3 - Esquematização do processo de Foulardagem: 1- têxtil em bruto; 2- banho de microcápsulas; 3- zona de prensagem; 4- secagem, fixação; 5- têxtil com tratamento de microcápsulas (adaptado de Rodrigues et al, 2009).</i>	<i>10</i>
<i>Figura 4 - Fotografias da marcação, medições com sonda Corneometer® CM 825 (esquerda) e Tewameter® TM 300 (direita), e fixação das amostras com adesivo e liga elástica.</i>	<i>23</i>
<i>Figura 5 - Concentração de B-ciclodextrinas na malha de algodão após ciclos de lavagens. ..</i>	<i>25</i>
<i>Figura 6 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 1650 e 1850 cm⁻¹).</i>	<i>26</i>
<i>Figura 7 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 2700 e 2950 cm⁻¹).</i>	<i>27</i>
<i>Figura 8 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray Ultra-Sônico, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 2700 e 2950 cm⁻¹).</i>	<i>28</i>
<i>Figura 9 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray Ultra-Sônico, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 1650 e 1850 cm⁻¹).</i>	<i>28</i>
<i>Figura 10 - Espectro de FTIR das amostras de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem, sujeitas a ciclos de lavagem (ampliação entre 2700 e 2950 cm⁻¹).</i>	<i>29</i>
<i>Figura 11 - Espectro de FTIR das amostras de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem sujeitas a ciclos de Lavagem (ampliação entre 1650 e 1850 cm⁻¹).</i>	<i>29</i>
<i>Figura 12 - Curva de calibração para quantificação de A.</i>	<i>30</i>
<i>Figura 13 - Concentração de A em Algodão impregnado com solução de A e sujeito a vários ciclos de lavagem.</i>	<i>31</i>
<i>Figura 14 - Produto A - imagem obtida com microscópio óptico, ampliação de 100x.</i>	<i>32</i>
<i>Figura 15 - Corte transversal de CO (algodão) impregnado por Foulardagem com Solução de A - imagem obtida com microscópio óptico, ampliação de 20x.</i>	<i>33</i>
<i>Figura 16 - Corte transversal de CO impregnado por Foulardagem com solução de A - imagem obtida com microscópio óptico, ampliação de 50x.</i>	<i>33</i>

<i>Figura 17 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 µL de SLS (SLS), 50 µL de glicerina (glicerina), amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray US (têxtil funcionalizado 1), e por Foulardagem (têxtil funcionalizado 2), e amostra de substrato não impregnado (CO). ...</i>	<i>34</i>
<i>Figura 18 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 µL de SLS (SLS), 50 µL de glicerina (glicerina), amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray US (têxtil funcionalizado 1), e por Foulardagem (têxtil funcionalizado 2), e amostra de substrato não impregnado (CO).</i>	<i>35</i>
<i>Figura 19 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 µL de SLS (SLS), 50 µL de glicerina (glicerina), 50 µL de C (C), amostras de substrato impregnadas com C por pulverização com Spray Manual (C pulverização 1 e 2), e amostra de substrato (CO).</i>	<i>37</i>
<i>Figura 20 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 µL de SLS (SLS), 50 µL de glicerina (glicerina), 50 µL de C (C), amostras de substrato impregnadas com C por pulverização com Spray Manual (C pulverização 1 e 2), e amostra de substrato (CO).</i>	<i>37</i>
<i>Figura 21 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão impregnado por Foulardagem com produto E (E), amostra de substrato (CO), amostra de algodão com 50 µL de SLS (SLS) e 50 µL de glicerina (glicerina).</i>	<i>38</i>
<i>Figura 22 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão impregnado por Foulardagem com produto E (E), amostra de substrato (CO), amostra de algodão com 50 µL de SLS (SLS) e 50 µL de glicerina (glicerina).</i>	<i>39</i>
<i>Figura 23 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de têxtil hidratante e do mesmo têxtil mas sem propriedades hidratante, e variação da hidratação da pele, sem qualquer aplicação têxtil, ao longo do dia.</i>	<i>40</i>
<i>Figura 24 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de têxtil hidratante e do mesmo têxtil mas sem propriedades hidratante, e variação da hidratação da pele, sem qualquer aplicação têxtil, ao longo do dia.</i>	<i>41</i>
<i>Figura 25 - Espectro de absorvância da solução Sirius® Red 0,002% m/V.</i>	<i>48</i>
<i>Figura 26 - Curvas de calibração para quantificação dos produtos C e D.</i>	<i>49</i>

Índice de Tabelas

<i>Tabela 1 - Viscosidades das soluções de produto A a 2% m/V e de B-ciclodextrinas a 2% m/V determinadas a diferentes temperaturas.....</i>	<i>24</i>
<i>Tabela 2 - Classificação atribuída pelos voluntários (em percentagem) às amostras.</i>	<i>50</i>

Notação e Glossário

A	Área	m^2
ABS	Absorvância	
CM	Hidratação	UA
D	Constante de difusão	$g \cdot m^{-1} \cdot h^{-1} \cdot mm \text{ Hg}^{-1}$
m	Massa	g
p	Pressão de vapor atmosférica	mm Hg
P	Pressão	bar
t	Tempo	h
T	Temperatura	°C
$TEWL$	Perda transepidérmica de água	$g \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$
v	Velocidade	$m \cdot s^{-1}$
V	Volume	L
x	Distância da pele ao ponto de medição	m

Letras gregas

κ	Número de Onda	cm^{-1}
μ	Viscosidade	cP
λ	Comprimento de Onda	nm

Lista de Siglas

CeNTI	Centro de Nanotecnologia e Materiais Técnicos, Funcionais e Inteligentes
CITEVE	Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário de Portugal
CO	Substrato 100% algodão orgânico
FEUP	Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto
FTIR	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier
SLS	Lauril Sulfato de Sódio
UA	Unidades Corneométricas Arbitrárias
US	Ultra-Sónico
UV/VIS	Ultravioleta/Visível

1 Introdução

1.1 Enquadramento e Apresentação do Projecto

O objectivo deste trabalho consistiu na produção de têxteis com propriedades hidratantes, para que, ao interagirem com a pele, possam favorecer o seu bom estado e funcionamento. No entanto, de forma a validar o seu efeito, é extremamente importante o desenvolvimento de um método que possa avaliar a evolução das propriedades da pele durante a sua utilização.

O uso de um têxtil que provoque na pele um efeito hidratante tem vantagens evidentes, já que, mesmo o seu efeito sendo possivelmente menor que o evidenciado por cremes e loções hidratantes, aproveitar-se-ia a interface têxtil-pele para produzir melhorias nas suas propriedades de uma forma expedita, recorrendo apenas ao uso da peça de vestuário.

Os fabricantes de têxteis hidratantes actualmente disponíveis no mercado não fornecem nem referem qualquer estudo que comprove a sua real eficácia, pelo que se torna imprescindível o estabelecimento de um método que permita a avaliação do seu efeito.

1.2 Contributos do Trabalho

Este é um projecto interdisciplinar que contempla diferentes áreas como a Química, a Engenharia Química, a Engenharia Têxtil, as Ciências Farmacêuticas e a Dermatologia.

O centro de investigação no qual foi desenvolvido este projecto, CeNTI, tem em curso vários projectos de investigação, nomeadamente nas áreas acima referidas, sendo o desenvolvimento de produtos com novas funcionalidades para as Indústrias Têxtil e Vestuário uma das áreas de interesse do CeNTI.

Este projecto procura responder a questões, assim como levantar outras, que permitirão avançar o desenvolvimento e caracterização de têxteis funcionalizados no CeNTI.

1.3 Organização da Tese

Apresenta-se de seguida os capítulos mais importantes nos quais se divide a tese:

- Estado da Arte, no qual se descreve o actual estado da arte no que diz respeito a têxteis hidratantes. Descrevem-se também os métodos de medição das propriedades da pele analisadas.
- Materiais e Métodos, no qual são referidos os materiais utilizados e os procedimentos e métodos experimentais adoptados para a produção dos tecidos funcionalizados e caracterização dos substratos obtidos.
- Discussão dos Resultados, no qual são apresentados e discutidos os resultados obtidos durante o desenvolvimento do projecto.
- Conclusões, no qual se referem as principais conclusões relativamente ao trabalho realizado.

2 Estado da Arte

2.1 Têxteis Funcionais

Ao longo da História da Humanidade, os têxteis têm desempenhado várias funções, desde a protecção à moda (Coates, 2005).

A concorrência dos países de mão-de-obra barata, assim como as cada vez mais específicas e avançadas necessidades do mercado, têm impulsionado a cooperação entre várias áreas científicas no sentido de desenvolver têxteis com características funcionais (Coates, 2005).

Os produtos desenvolvidos e actualmente em desenvolvimento apresentam funcionalidades diversas (Shi e Xin, 2007):

- Protecção - como protecção UV, anti-microbiana, protecção química, térmica, ao fogo, à água;
- Conforto - por exemplo, conforto térmico;
- Fácil cuidado - anti-ruga, anti-encolhimento, anti-nódoa, anti-borboto;
- Cosmética.

2.1.1 Têxteis Cosméticos

Os têxteis cosméticos são um conceito recente, cujo propósito é basicamente a aplicação de agentes cosméticos na pele humana, tirando partido da interface pele - substrato têxtil.

Devido ao contacto do têxtil com a pele, diversos nutrientes (por exemplo nutrientes anti-idade, vitaminas, hidratantes, entre outros) podem ser incorporados no têxtil e libertados, de forma progressiva pela roupa, podendo ser posteriormente absorvidos pela pele.

Existe um vasto leque de produtos cosméticos cuja utilização pode provocar efeitos interessantes na pele como: hidratante, anti-rugas, emagrecimento e relaxante (Shi e Xin, 2007).

A maioria do vestuário produzido com produtos cosméticos é roupa interior e de noite (pijamas, camisas de dormir), mas também existem meias e calças de ganga funcionalizadas (Guardacci, 2006).

Exemplos de produtos comercializados são roupas da marca La Chatte (Brasil), contendo nanopartículas de Aloe Vera, Jojoba, e vitaminas A, E e F (Agência de Notícias - Primeira Hora, 2010); as meias Cocoon Sock que contêm microcápsulas com ingredientes cosméticos que hidratam e amaciam a pele, e as meias de descanso Revitalizing Panty, da Mindreaders®, que contêm microcápsulas com óleos essenciais (Mindreaders - Performance Textiles, 2010).

A vantagem óbvia da utilização dos têxteis cosméticos, em relação à utilização das loções e cremes habituais, assenta no modo e tempo de libertação do nutriente. Em relação ao modo, o facto de eliminar uma etapa (a aplicação da loção ou creme) torna o processo muito mais expedito. Em relação ao tempo de libertação, podem constituir um meio mais eficaz de fornecer o agente cosmético, já que, normalmente, as loções e os cremes só têm efeito num determinado intervalo de tempo. Porém, também podem ser apontadas desvantagens dos têxteis cosméticos, relacionadas principalmente com a fraca absorção por parte da pele e a libertação lenta dos nutrientes presentes no têxtil, o que poderá afectar e limitar a eficácia deste (Nelson, 2002).

- **Têxteis Hidratantes**

Nos meses de Verão ou de Inverno, quando a humidade relativa do ar é baixa e as temperaturas são extremas, é muito frequente a existência de pele seca, ou seja xerose. A xerose é caracterizada por pele seca, irregular e áspera, levemente escamada e com pequenas fissuras, tornando-se ainda mais pronunciada com o envelhecimento. A incapacidade de manutenção dos níveis adequados de hidratação do estrato córneo afecta os processos metabólicos cutâneos, a actividade enzimática e as propriedades mecânicas da pele (Rosado et al, 2008).

A elevada prevalência de xerose na população faz dos produtos hidratantes uma das classes de cosméticos mais usadas, para manter a pele hidratada, flexível e macia, e uma das mais interessantes áreas de aplicação dos têxteis cosméticos (Rosado et al, 2008).

Os cremes e loções hidratantes têm sido, e continuarão a ser, intensamente testados (Rosado et al, 2008).

Porém, mesmo havendo têxteis hidratantes comercializados, como já referido, não existem actualmente estudos que indiquem a eficácia e efeito provocado pelos têxteis hidratantes na pele. Apenas foi encontrada referência à realização de testes

clínicos na apresentação do produto Cocoon Sock, Mindreaders[®], sem no entanto o fabricante especificar quais os testes que foram efectuados (Mindreaders - Performance Textiles, 2010).

Pretende-se neste trabalho avaliar a eficácia dos têxteis hidratantes no melhoramento de propriedades da pele, simulando-se o seu uso, através de um estudo *in vivo*. Para a preparação dos têxteis usaram-se neste trabalho diversos produtos cosméticos, tais como microcápsulas, loções e ciclodextrinas. De seguida será feita uma breve introdução a este tema.

2.2 Preparação de têxteis hidratantes

Relativamente aos materiais usados para a preparação dos têxteis hidratantes, são utilizadas frequentemente soluções de agentes cosméticos microencapsulados (Nelson, 2002).

A microencapsulação é uma tecnologia de “armazenamento” de materiais (sólidos, líquidos ou gases) dentro de uma membrana polimérica adequada, que pode ser de origem natural ou sintética, resultando em produtos com ampla aplicação em produtos farmacêuticos, cosméticos e alimentares (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

Muitos componentes activos, tais como antioxidantes, sabores e perfumes são substâncias lipofílicas disponíveis na forma líquida. A microencapsulação dessas substâncias permite dar ao componente líquido forma sólida, facilitando o seu manuseamento, reforçando a sua estabilidade e/ou sustentando a sua libertação (Barbosa-Cánovas et al, 2005; Shalaka et al, 2009).

Várias tentativas de microencapsulação de vitaminas e outros agentes lipofílicos têm sido feitas usando diferentes técnicas como a separação de fase por coacervação, extrusão, secagem por *spray*, refrigeração por *spray*, gelificação ionotrópica, liofilização, co-cristalização, solvente de extracção, entre outras (Shalaka et al, 2009).

A selecção do método de encapsulamento depende em grande parte da natureza do núcleo e do material de revestimento, da forma e do tamanho desejado das partículas, da natureza de libertação dos componentes activos, reprodutibilidade, facilidade de técnica e relação custo - eficácia pretendida (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

Os polímeros adequados a serem utilizados na microencapsulação de substâncias lipofílicas incluem principalmente polímeros naturais como alginato de sódio, quitosano, pectina de beterraba doce, maltodextrina, goma acácia, gelatina, ou uma combinação destes (Shalaka et al, 2009).

Quanto mais pequenas forem as cápsulas, maior será a cobertura do produto e mais tempo o efeito vai durar, já que demorará mais tempo até as cápsulas serem rompidas por pressão física. Porém, as cápsulas maiores libertarão mais quando romperem (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

A microencapsulação é uma das mais recentes tecnologias utilizadas para conferir uma série de características únicas a uma peça de vestuário. As microcápsulas, contendo os ingredientes activos, são aplicadas ao tecido para efeitos duradouros (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

Skintex[®] é uma tecnologia inovadora patenteada de *Cognis Group*, para a incorporação de microcápsulas com ingredientes naturais em têxteis (Figura 1). Consiste em microcápsulas de libertação lenta, usando ingredientes naturais e derivados para proporcionar maior bem-estar, hidratando e suavizando a pele. Skintex[®] acresce assim valor ao tecido e tolera várias lavagens, segundo dados fornecidos pelo fabricante (cerca de 40% do produto ainda se encontra no têxtil após cerca de 15 lavagens) (PulcraChemicals, 2010).



Figura 1 - SEM de Skintex[®] aplicado em poliéster (adaptado de TechExchange, 2010).

O revestimento de substâncias hidratantes pode ser seleccionado a partir de uma variedade de polímeros naturais ou sintéticos, dependendo do material a ser revestido e das características das microcápsulas finais desejadas (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

A composição do revestimento é o principal determinante das propriedades funcionais da cápsula e do método a ser usado para melhorar o desempenho de um determinado ingrediente (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

Um material de revestimento eficaz deve ter boas propriedades reológicas em elevada concentração e facilidade de manipulação durante o processo de encapsulamento. Deve ser seleccionado de modo a produzir uma emulsão estável ou dispersão com o ingrediente activo e não reagir ou degradar o material activo durante o processamento e armazenamento. Além disso, deverá atender a propriedades de solubilização da cápsula especificadas ou desejadas e às propriedades de libertação do material activo (Barbosa-Cánovas et al, 2005).

A libertação da substância microencapsulada pode ser realizada de quatro formas:

- Pode ser feita por fractura, sendo o revestimento quebrado por forças externas, como a pressão.
- A libertação pode também ocorrer por difusão, já que dado o pequeno tamanho das microcápsulas, elas apresentam uma elevada área superficial por unidade de peso, funcionando como uma membrana semipermeável, libertando o material do núcleo por difusão controlada quando se efectiva uma ligeira aplicação de calor ou um aumento de solvente.
- A integridade do revestimento pode também ser destruída por dissolução provocada num solvente adequado ou a dada temperatura do meio. A libertação térmica é usada frequentemente em cápsulas de gordura.
- O revestimento pode ainda ser degradado por biodegradação, como por exemplo, a acção de lipase em revestimentos de lípidos (Barbosa-Cánovas et al, 2005; Saraf, 2007).

O que se pretenderia para a maioria das aplicações de agentes hidratantes (quer em microcápsulas, quer em ciclodextrinas) em têxteis seria um sistema que fosse fácil de aplicar, não afectasse as propriedades têxteis naturais e cujo tempo útil de vida da peça de vestuário permitisse processos normais de cuidado (Nelson, 2002).

Sabe-se que durabilidade do efeito, em número de lavagens, depende do agente encapsulador, assim como do modo de aplicação das microcápsulas no têxtil (Nelson, 2002). No entanto, sabe-se que existe um balanço entre a ligação do agente hidratante ao têxtil. Quanto mais fortemente ligado, melhor será a durabilidade do

efeito mas menor será a sua liberação para a pele do utilizador, e, por consequência, o seu efeito.

Neste trabalho irão ser também usadas ciclodextrinas como agentes de encapsulamento e liberação dos cosméticos.

As ciclodextrinas são oligossacarídeos cíclicos, compostas por unidades de glicose, que unidas originam estruturas cíclicas tronco-cónicas. A sua estrutura e a orientação dos grupos hidroxílicos para o exterior conferem-lhes propriedades físico-químicas únicas, sendo capazes de solubilizar-se em meio aquoso, e, ao mesmo tempo, encapsular no seu interior moléculas hidrofóbicas. Devido à sua estrutura, as ciclodextrinas apresentam habilidade de formar complexos com compostos sólidos, líquidos e gasosos. Permitem assim a formação de complexos de inclusão estáveis com diversos fármacos (Cunha-Filho e Sá-Barreto, 2007).

Das ciclodextrinas naturais (obtidas por hidrólise enzimática do amido), a β -ciclodextrina é a mais utilizada pois, apesar da reduzida solubilidade aquosa que limita a sua aplicação farmacêutica, apresenta capacidade de complexação de um elevado número de fármacos hidrófobos, está disponível em elevadas quantidades e a baixo custo, e o seu uso está aprovado como excipiente para preparações farmacêuticas. É pois a ciclodextrina presente na maior parte das formulações existentes no mercado (Oliveira et al, 2009).

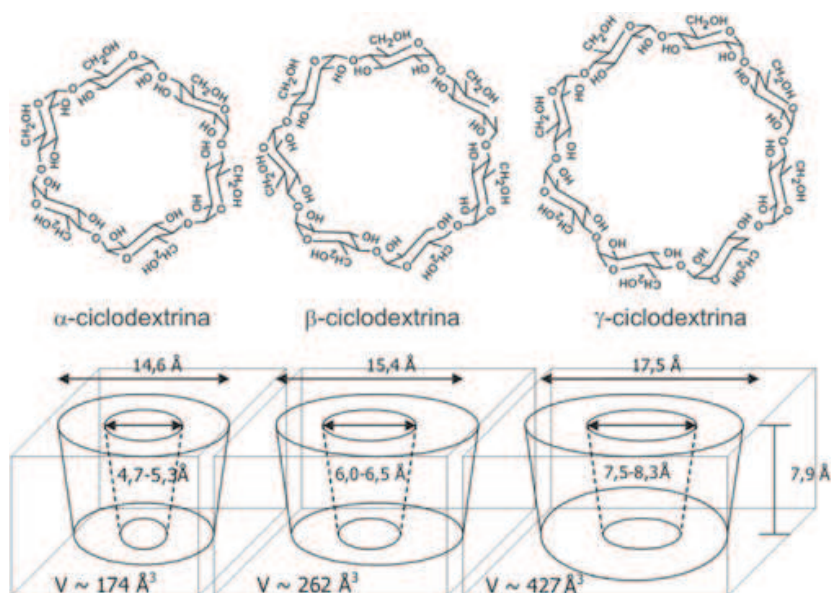


Figura 2 - Estrutura química e propriedades de ciclodextrinas (adaptado de Venturini et al, 2008).

Alguns dos critérios a ter em conta para a complexação é o tamanho da molécula a ser encapsulada, que deve ser compatível com a cavidade da ciclodextrina, a polaridade da molécula encapsulada e a sua competição com outros compostos presentes no meio. Os complexos de inclusão formados são relativamente estáveis e facilmente separados quando em solução devido à sua cristalinidade (Cereda, 2002).

A complexação com ciclodextrinas permite otimizar a biodisponibilidade, estabilidade e segurança de várias fórmulas farmacêuticas actualmente comercializadas (Valle, 2004).

Destaca-se também a utilização de ciclodextrinas para mascarar odores e sabores desagradáveis de certos fármacos, para reduzir ou eliminar irritações oculares ou gastrointestinais, e para prevenir interacções indesejadas e incompatibilidades (Buschmann e Schollmeyer, 2002).

A incorporação de ciclodextrinas em sistemas farmacêuticos já constitui uma realidade consolidada. Já foram estudados mais de 500 complexos de princípios activos com ciclodextrinas, com efeitos positivos na biodisponibilidade, estabilidade e segurança. Mais de 30 medicamentos mundialmente comercializados contam com a presença de ciclodextrinas nas suas fórmulas (Cunha-Filho e Sá-Barreto, 2007).

A utilização das ciclodextrinas, nomeadamente em cosméticos, apresenta inúmeras vantagens como a protecção do agente cosmético contra reacções de composição induzidas por luz ou calor, oxidação ou hidrólise, reacções químicas com outros componentes e perda por evaporação. Elimina também os odores e sabores indesejáveis e a higroscopicidade. Melhora ainda a solubilização do cosmético em água, e o manuseamento deste (Buschmann e Schollmeyer, 2002; Coates, 2005).

2.2.1 Processos de preparação de têxteis hidratantes

O material de suporte para os agentes activos, as microcápsulas ou as ciclodextrinas, é convencionalmente preparado por impregnação dos tecidos num Foulard.

Porém, esta técnica apresenta diversas desvantagens, nomeadamente a utilização de elevadas quantidades de água e outros produtos, a consequente necessidade de instalação de estações de tratamento da água utilizada, o elevado consumo energético, a emissão de gases, devido à volatilidade de alguns produtos utilizados, e, por vezes, a alteração dos efeitos dos químicos devido à exposição a temperaturas elevadas (Marte et al, 2008).

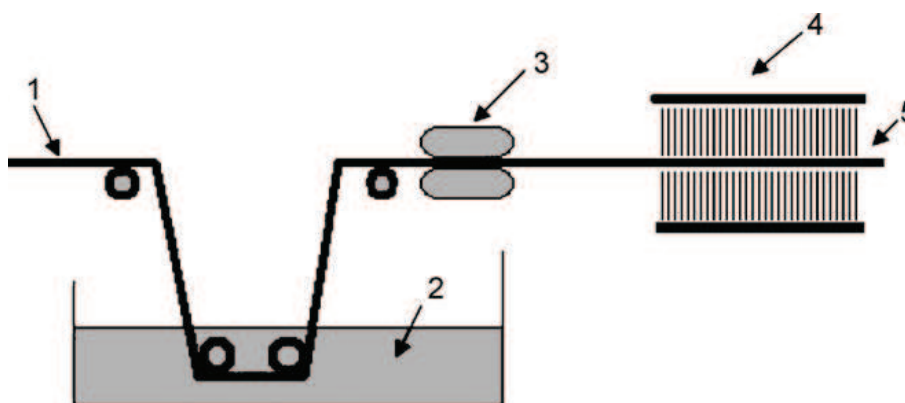


Figura 3 - Esquematização do processo de Foulardagem: 1- têxtil em bruto; 2- banho de microcápsulas; 3- zona de prensagem; 4- secagem, fixação; 5- têxtil com tratamento de microcápsulas (adaptado de Rodrigues et al, 2009).

Uma técnica inovadora, que poderá constituir uma alternativa à Foulardagem é a deposição dos agentes activos por *Spray* Ultra-Sónico, sendo uma das vantagens a diminuição de produtos utilizados, e, consequentemente de resíduos gerados. Há também uma melhoria significativa na suavidade dos tecidos tratados, e na durabilidade da funcionalização do têxtil. Os sistemas de pulverização ultra-sónica para atomização líquida são, assim, mais precisos, mais controláveis, e mais ecológicos (Sono-Tek, 2010).

A utilização destes sistemas é preciosa quando o fluxo necessário de líquido é reduzido, podendo o seu funcionamento ocorrer de forma contínua ou descontínua (Sono-Tek, 2010).

Neste trabalho será abordada esta tecnologia para a preparação dos têxteis hidratantes, sendo avaliada a sua eficácia tanto ao nível do efeito cosmético como em relação ao custo final do produto, uma vez que esta técnica permite enormes poupanças nos agentes hidratantes, materiais normalmente muito dispendiosos.

2.3 Aferição das propriedades hidratantes dos têxteis

Em todos os produtos funcionalizados é necessário ter em consideração o efeito hidratante e a qualidade do têxtil funcionalizado, sendo por isso necessário caracterizar o tecido e avaliar também os efeitos na pele após a sua utilização.

O presente trabalho pretende produzir têxteis com propriedades que sejam compatíveis com a pele e favoreçam o seu bom estado e funcionamento. Deste

modo, serão monitorizados dois parâmetros da pele, a hidratação e a perda transepidérmica de água.

2.3.1 Hidratação

A hidratação cutânea refere-se, genericamente, à manutenção de um conteúdo hídrico adequado ao nível da epiderme, em geral, e, em particular, do estrato córneo, de forma a manter as condições adequadas ao normal desempenho das "funções barreira" desempenhadas por esta camada (Rosado et al, 2008).

A hidratação cutânea é, no entanto, uma variável de difícil abordagem, dependendo de factores como o sexo, a idade, a raça e o fototipo, a área de pele considerada e as condições ambientais (Rosado et al, 2008; Pinto, 2007).

Diferentes métodos foram propostos para a determinação desta variável, baseados em inúmeros princípios - propriedades eléctricas, mecânicas, térmicas e espectrométricas (Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), 2010).

Os métodos electrométricos tornaram-se dos mais utilizados em virtude da sua fiabilidade e facilidade de operação. O seu princípio de funcionamento baseia-se na determinação das alterações de natureza eléctrica - impedância, resistência e capacitância, detectáveis à superfície da epiderme, por utilização de correntes eléctricas de diferentes frequências (Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), 2010).

Foi demonstrado que a medida da capacitância, em relação às medições de impedância ou condutância da pele, apresentava diversas vantagens, na medida em que o contacto entre o aparelho e a pele é minimizado e reproduzido a pressão constante, a acumulação de água por baixo da sonda é evitada pela curta duração de contacto e pelo mínimo contacto entre a sonda e a pele, e por a medição da capacitância para abordagem da hidratação cutânea ser menos afectada por factores como a temperatura e a humidade relativa do que outros métodos de referência (Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), 2010).

2.3.2 Perda transepidérmica de água

A perda transepidérmica de água (*TEWL*) é a quantidade de água que passa de dentro de um organismo (animal ou vegetal) através da camada da epiderme (pele)

para a atmosfera envolvente através da difusão e processos de evaporação (Mündlein et al, 2006).

A medição de *TEWL* é útil na identificação dos danos da pele causados por substâncias químicas, agressões físicas ou condições patológicas, tais como eczema. As taxas de *TEWL* aumentam proporcionalmente com o nível de dano (Mündlein et al, 2006).

Segundo informação da marca de produtos hidratantes Vasenol, uma pele normal hidratada perde cerca de 80 a 100 g de água por dia (Vasenol®, 2010). Assim, considerando-se que a área da pele de cada pessoa é, em média 1,85 m² (para um indivíduo de 70 kg e 1,70 m de altura), pode-se considerar que a pele está saudavelmente hidratada quando o valor de perda transepidérmica de água ronda 2 g·h⁻¹·m⁻² (Luciara®, 2009).

3 Materiais e Métodos

O trabalho experimental efectuado no âmbito deste projecto consistiu basicamente na incorporação de produtos com propriedades hidratantes num substrato têxtil (concretamente uma malha de algodão orgânico), pretendendo-se que estes provoquem efeitos positivos nas propriedades da pele.

3.1 Materiais utilizados

3.1.1 Substrato têxtil

Durante o projecto usou-se um substrato 100% de algodão orgânico, CO, funcionalizado com diversos materiais, referidos como tendo propriedades hidratantes.

3.1.2 Soluções

- **Solução de Sirius® Supra Red F4BL e solução de Congo Red**

As soluções de Sirius® Supra Red F4BL e de Congo Red foram utilizadas em tentativas preliminares de quantificação dos produtos A, C e D.

- **Solução de Sirius® Red F3B**

Para quantificação dos A, C e D, utilizou-se a interacção entre o corante Sirius® Red F3B, da DyStar, e a substância a quantificar. Usou-se a relação entre a absorvância da solução, medida no espectrofotómetro UV/VIS a 526 nm, comprimento de onda correspondente à absorvância máxima do corante (Anexo 1), e a concentração de composto.

A solução de corante foi diluída várias vezes, tendo-se usado uma concentração de 0,002% m/V para a realização dos testes.

- **Solução de fenolftaleína**

Para quantificação da concentração de β -CDs, utilizou-se uma solução de fenolftaleína, preparada pela adição de 2 mL de solução de fenolftaleína a 3 mM e 20 mL de tampão carbonato, num volume final de 100 mL.

3.1.3 Soluções controlo

- **Lauril Sulfato de Sódio (SLS)**

Foi utilizada uma rodela (de 3,5 cm de diâmetro) de substrato têxtil com 50 μ L de solução de SLS, a 2%, sendo este o controlo negativo, assumindo-se que provocaria um efeito negativo na hidratação (diminuição da hidratação, *CM*, na marca onde é aplicada essa amostra) e na *TEWL* (aumento da perda transepidérmica de água na marca considerada).

- **Glicerina**

Utilizou-se uma rodela de substrato têxtil com 50 μ L de solução de glicerina, a 87%, para controlo positivo, assumindo-se que provocaria um efeito positivo na hidratação da pele (aumento da hidratação na marca onde é aplicada essa amostra) e na *TEWL* (decréscimo da perda transepidérmica de água na marca considerada).

3.1.4 Agentes funcionais

- **Solução de β -ciclodextrinas**

Dada a capacidade encapsuladora das ciclodextrinas, pretendeu-se impregnar o substrato com uma solução de ciclodextrinas de modo a, posteriormente, se poder inserir nestas agentes hidratantes.

Para tal, preparou-se uma solução de β -CDs (Roquette) a 2% m/V.

- **Solução de β -ciclodextrinas – receita comercial**

Com o objectivo de se conseguir impregnar tecido de algodão com β -ciclodextrinas e estes possuírem solidez à lavagem, utilizou-se também um produto comercial, indicado como agente de acabamento para “armazenamento” de óleos e perfumes em têxteis, ou para a remoção de odores destes. É referido pelo fornecedor que em

presença de água ou humidade, as substâncias armazenadas são libertadas com sucesso.

A receita orientativa refere:

- 10-100 g·L⁻¹ PERIPLEX CDS/B
- 20-40 g·L⁻¹ PERFIXAN CLY - agentes crosslinking
- 16 g·L⁻¹ PERISTAL KSV - catalisador
- 10-30 g·L⁻¹ PERISOFT MSA amaciador
 - Taxa de expressão 100%
 - Secagem: 2 minutos; 130°C
 - Termofixação: 1-3 minutos; 150-170°C.

Optou-se pelas seguintes concentrações e condições de impregnação, secagem e termofixação:

- 20 g·L⁻¹ PERIPLEX CDS/B
- 20 g·L⁻¹ PERFIXAN CLY - agente crosslinking
- 16 g·L⁻¹ PERISTAL KSV - catalisador
- 10 g·L⁻¹ PERISOFT MSA - amaciador
 - Foulard: $P=2$ bar; $v=2\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$
 - Secagem: 2 minutos; 130°C
 - Termofixação: 2 minutos; 150°C.

• Solução de composto A

Dadas as propriedades hidratantes e benéficas reportadas para pele do agente presente em A, pretendeu-se impregnar uma solução comercial de A no substrato de modo a, posteriormente, se proceder à verificação do efeito do têxtil funcionalizado na hidratação e na perda transepidérmica de água da pele.

A solução de A foi preparada de modo à sua concentração ser 2% m/V.

• Solução de produto B

Esta solução, a 2% m/V, foi impregnada por Foulardagem, no substrato têxtil, e sujeita a diversos ciclos de lavagem. Dado o seu forte aroma, testou-se a solidez à lavagem através de testes sensoriais (olfactivos), que se descrevem e cujos resultados se encontram no Anexo 3.

- **Produto C e produto D**

Para se verificar o efeito dos produtos C na pele, impregnou-se C no substrato de modo a se poder verificar o seu efeito na pele, e a ser possível comparar o seu efeito com o obtido pela utilização de substrato funcionalizado com A. Não se testaram amostras impregnadas com o produto D, sendo este apenas utilizado no método de quantificação desenvolvido.

- **Produto E**

O produto E é conhecido pelo seu forte poder hidratante, sendo o seu efeito sentido em todos os tipos de pele. Dada a sua eficácia, impregnou-se este produto no substrato de modo a, depois de o têxtil funcionalizado secar, naturalmente ao ar durante dois dias, se poder verificar o seu efeito na hidratação e na perda transepidérmica de água da pele.

3.2 Incorporação de agentes hidratantes no substrato têxtil

3.2.1 Determinação da viscosidade das soluções

A impregnação em tecidos por *Spray* Ultra-Sónico apenas pode ser efectuada para soluções com viscosidade inferior a 20 cP. Assim, para as soluções que se pretenderam impregnar por este método, determinou-se a sua viscosidade. Utilizou-se o viscosímetro da Fungilab, determinando-se a viscosidade da solução à temperatura ambiente e a temperaturas superiores, fazendo-se uso de um banho térmico.

3.2.2 Tratamento Plasma

Anteriormente à impregnação de soluções no substrato, procedeu-se à activação física do substrato por descarga plasmática. Pretendeu-se assim que esta activação permitisse uma melhor interacção entre os produtos impregnados e o tecido de algodão orgânico.

3.2.3 Foulardagem

As soluções foram impregnadas no substrato por Foulardagem, sendo o Foulard pressurizado a 2 bar e a velocidade dos rolos a $2 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$.

Após Foulardagem todas as amostras foram secas a 100°C durante 4 minutos, e termofixadas 3 minutos a 130°C .

3.2.4 Spray Ultra-Sónico

O substrato foi impregnado com solução de β -CDs e de produto A em estado estacionário. As soluções foram impregnadas a um caudal de $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ durante 20 segundos.

Após impregnação por *Spray* Ultra-Sónico todas as amostras foram secas a 100°C durante 4 minutos, e termofixadas 3 minutos a 130°C .

3.3 Caracterização do substrato têxtil funcionalizado

3.3.1 Solidez à Lavagem

Realizaram-se os ensaios de solidez à lavagem no equipamento Mathis Labomat BFA, da Werner Mathis AG. Por cada grama de tecido em ensaio utilizou-se 20 mL de solução de detergente de concentração $4 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, e por cada 100 mL de banho adicionou-se uma esfera de metal para simulação da abrasão mecânica. As lavagens foram realizadas a 40°C , durante 30 minutos. O detergente utilizado foi detergente padrão, sem branqueador óptico.

3.3.2 Quantificação de β -CDs

Para a determinação da concentração de β -CDs utilizou-se um método de calibração desenvolvido anteriormente no CeNTI, no âmbito de outros projectos.

O método tem em consideração a Teoria da Complexação da β -CD com a fenolftaleína, desenvolvida por Hamon e Moraes (1990) (Costa et al, 2007).

Utiliza-se assim a seguinte equação, que relaciona a concentração de β -CDs presente em solução com a absorvância da solução:

$$[\beta - \text{CD}] = \left(1 - \left(\frac{\text{ABS}}{\text{ABS}_0}\right)\right) \cdot \left(a + \left(\frac{\text{ABS}_0 \cdot b}{\text{ABS}}\right)\right) \quad (3.1)$$

Em que: ABS_0 é a absorvância a 550 nm da solução obtida em ausência de β -CD; ABS a absorvância da amostra que se pretende determinar a concentração, a 550 nm; a e b a ordenada na origem e o declive da recta de calibração, e $[\beta - CD]$ a concentração de β -CDs da amostra.

Assim, a 0,1 g de algodão impregnado com β -CDs e sujeito a ciclos de lavagem, adicionou-se 1 mL de água destilada e 5 mL de solução de fenolftaleína, agitou-se e deixou-se reagir por 10 minutos. Após o tempo de repouso, mediu-se a absorvância da solução resultante no UV-VIS, a 550 nm. A partir deste resultado é assim possível determinar a quantidade de β -CDs que resistiu à lavagem.

3.3.3 Desenvolvimento de método para quantificação do produto A

A curva de calibração, que posteriormente permitiu quantificar A, foi traçada através da adição de 10 mL de solução de Sirius® Luz 0,002% m/V a amostras de 0,1g de substrato CO em que foi depositada uma quantidade conhecida de A, tendo sido posteriormente secas numa estufa a 60°C. Essas amostras foram deixadas a 100 rpm de agitação por 10 minutos em banho térmico a 60°C, e em repouso 10 minutos à temperatura ambiente. A relação encontrada entre o aumento da absorvância registado (diferença entre a absorvância da solução na ausência de A, ABS_0 , e na presença deste, ABS) e a quantidade de A na amostra permitiu, quantificar o produto A presente no substrato funcionalizado.

3.3.4 Desenvolvimento de método para quantificação dos produtos C e D

As rectas de calibração obtidas para quantificar C e D foram traçadas por espectroscopia UV/VIS de uma solução de Sirius® Red 0,002% m/V. O método utilizado foi similar ao utilizado para quantificação de A. As curvas de calibração obtidas encontram-se no Anexo 2.

3.3.5 Espectroscopia UV/VIS

Como já referido, a quantificação de β -CDs, e os métodos de quantificação dos produtos A, C e D desenvolvidos utilizaram corantes e a diferença de absorvância entre as soluções de corantes quando estava presente ou ausente o material que se pretendia quantificar.

O espectrofotómetro utilizado nesta análise foi o Lambda 35 - UV/VIS Spectrometer, PerkinElmer.

3.3.6 FTIR - Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier

Os espectros de infravermelho das amostras de substrato funcionalizado impregnado com solução de A foram obtidos no espectrómetro FTIR, Perkin-Elmer 100, equipado com um acessório de ATR universal (reflectância total atenuada), com um cristal de diamante, disponível nas instalações da empresa. Foram efectuados 16 ciclos de varrimento entre os números de onda 650 e 4000 cm^{-1} , com uma resolução de 4 cm^{-1} .

3.3.7 Microscopia Óptica

Obtiveram-se imagens de microscopia óptica no microscópio óptico Leica DM2500 com câmara digital Leica DFC 420, que se encontra disponível no CeNTI. Adquiriram-se imagens de substrato impregnado com solução de produto A por Foulardagem, com ampliações entre 20 e 100x, posteriormente processadas no software Leica Application Suite v. 3.1.0.

3.3.8 Determinação das propriedades da pele: Hidratação e TEWL

A determinação do efeito na pele das amostras de tecido funcionalizado foi efectuada em 5 pessoas do sexo feminino, saudáveis, com idades compreendidas entre os 22 e os 37 anos (idade média de 27 ± 6 anos). Foi solicitado aos voluntários que não aplicassem qualquer cosmético na pele nas 12 horas anteriores aos testes.

Inicialmente marcaram-se as zonas em que posteriormente se vão colocar as amostras de tecido, de modo a que as medições iniciais sejam as mais fiáveis possíveis, já que as propriedades da pele variam de zona para zona. Todas as marcas foram realizadas no antebraço, de modo a ser numa zona do corpo mais uniforme, em que, apesar das variações de local para local das propriedades da pele, a evolução, após 6 horas, fosse o mais regular possível.

Após esta primeira etapa, efectuaram-se medições de hidratação e de perda transepidérmica de água.

As medições foram efectuadas com as sondas Corneometer® CM 825 e Tewameter® TM 300, instaladas no equipamento Multi Probe Adapter MPA, do fabricante Courage+Khazaka electronics GmbH.

A sonda Corneometer® CM 825, fornece valores de hidratação, em unidades arbitrárias, baseando-se na diferença entre as constantes dielétricas da água (81) e de outras substâncias (maioria <7) (Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), 2010).

O capacitor apresenta assim variações de capacitância de acordo com o conteúdo de água, ou seja, da hidratação da pele (Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), 2010).

A medição tem uma profundidade de 10-20 µm, de modo a não ser influenciada pelos capilares sanguíneos (Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), 2010).

Segundo o fabricante, as condições ótimas de operação da sonda são 20°C e 50% de humidade relativa (CKelectronic-GmbH, 2007). Este fornece valores-guia para interpretação dos resultados obtidos em medições a 20°C e 40-70% humidade relativa:

- <30 UA - pele muito seca
- 30-45 UA - pele seca
- >45 UA - pele suficientemente hidratada.

As condições de operação recomendadas são 10-40°C e 30-70% de humidade relativa (CKelectronic-GmbH, 2007).

As medições de perda transepidermica de água, efectuadas com a sonda Tewameter® TM 300, baseiam-se na Lei da Difusão de Adolf Fick (1855):

$$\frac{dm}{dt} = -D \cdot A \cdot \frac{dp}{dx} \quad (3.2)$$

Em que: A representa a área (em m²), m a água “transportada” (em g), t o tempo (h), D a constante de difusão do vapor de água no ar (0,0877 g·m⁻¹·h⁻¹·mm Hg⁻¹), p a pressão de vapor atmosférica (mm Hg) e x a distância da pele ao ponto de medição (m) (CKelectronic-GmbH, 2007).

$\frac{dm}{dt}$ representa, assim, a massa de água “perdida” num dado período de tempo, sendo este valor proporcional à área de medição (CKelectronic-GmbH, 2007).

As condições de operação recomendadas são 10-30°C e humidade relativa de 30-70%.

O fabricante fornece valores considerados válidos para pele sem lesões em condições normais (20°C e 40-60% humidade do ar):

- $0-10 \text{ g}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ - estado muito saudável;
- $10-15 \text{ g}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ - estado saudável;
- $15-25 \text{ g}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ - estado normal;
- $25-30 \text{ g}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ - pele danificada;
- $>30 \text{ g}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ - estado crítico.

É no entanto referido pelo fabricante que os valores fornecidos são apenas aproximações para se conseguir interpretar os resultados obtidos (CKelectronic-GmbH, 2007).

Os dados são adquiridos e armazenados no software MPA disponibilizado pelo fornecedor das sondas.

Após as medições iniciais, são colocadas as amostras de tecido em cada marca, e aplicado adesivo para que o tecido se mantenha fixo durante as 6 horas. Colocou-se ainda uma liga elástica no antebraço para que haja maior interacção entre o têxtil e a pele.

Após as 6 horas de simulação de utilização dos tecidos, estes foram retirados do contacto com a pele e efectuaram-se novamente as medições de hidratação e *TEWL* nas marcas definidas.

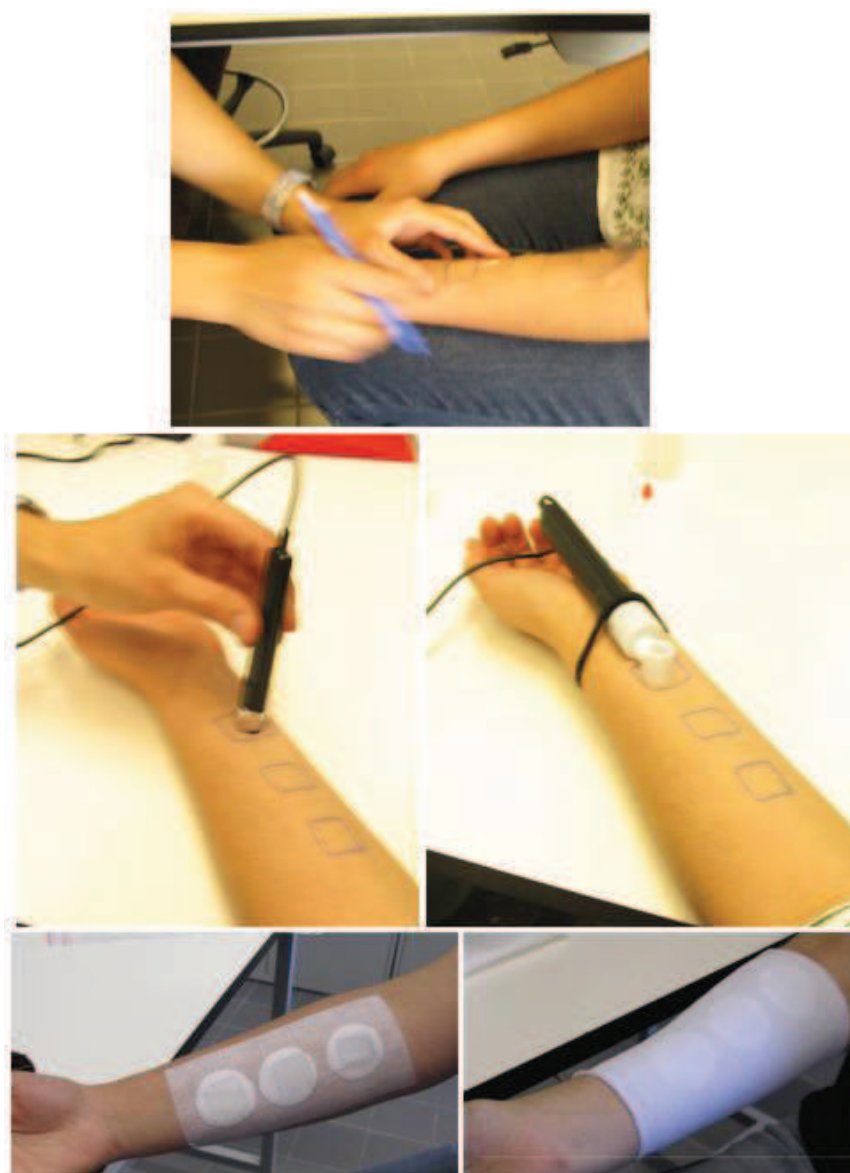


Figura 4 - Fotografias da marcação, medições com sonda Corneometer® CM 825 (esquerda) e Tewameter® TM 300 (direita), e fixação das amostras com adesivo e liga elástica.

4 Discussão de Resultados

Como já foi referido anteriormente, pretende-se funcionalizar um substrato têxtil de modo que o têxtil funcionalizado provoque um efeito positivo nas propriedades da pele. O algodão é uma fibra extremamente hidrófila, absorvendo a humidade da pele e criando menos fricção com esta, sendo, dada a sua compatibilidade e interacção com a pele, o tecido mais indicado para pessoas com irritações na pele (Fact Based Skin Care, 2010).

Os primeiros resultados apresentados e discutidos referem-se à preparação do substrato por um processo de deposição por *Spray* Ultra-Sónico, dada a limitação do equipamento a dada gama de viscosidade.

Através da impregnação de algodão orgânico com soluções de produtos potencialmente hidratantes, ou potencialmente encapsuladores de produtos hidratantes, como é o caso das β -ciclodextrinas, realizada durante este projecto e já referida no capítulo Materiais e Métodos, obtiveram-se diferentes amostras.

A eficácia do têxtil hidratante na evolução positiva das propriedades da pele é o aspecto mais importante que deve ser tido em conta na caracterização do têxtil, já que sem ser eficaz nesse aspecto a sua função é posta em causa. Porém, a solidez à lavagem, ou a facilidade de “recarga” do tecido com propriedades funcionais é também um aspecto preponderante a ter em conta.

Como referido, as diferentes amostras obtidas foram caracterizados por diferentes métodos. As amostras impregnadas com solução de β -ciclodextrinas e solução de A foram analisadas de modo a se verificar a sua solidez à Lavagem.

4.1 Determinação da viscosidade das soluções a impregnar por *Spray* Ultra-Sónico

As soluções a impregnar por *Spray* Ultra-Sónico foram sujeitas à medição da viscosidade, dada a limitação do equipamento, que só pode ser utilizado com soluções de viscosidade inferior a 20 cP.

Os resultados da medição da viscosidade das soluções estudadas são apresentadas na tabela abaixo.

Tabela 1 - Viscosidades das soluções de produto A a 2% m/V e de β -ciclodextrinas a 2% m/V determinadas a diferentes temperaturas.

	Solução de A a 2% m/V	Solução de β -CDs a 2% m/V
$T/^{\circ}\text{C}$	μ/cP	μ/cP
21	$1,26 \pm 0,01$	---
25	$1,30 \pm 0,01$	---
28	---	$1,33 \pm 0,02$
30	$1,26 \pm 0,02$	$1,36 \pm 0,01$
40	$1,24 \pm 0,01$	$1,31 \pm 0,02$
50	$1,24 \pm 0,01$	$1,30 \pm 0,02$

Como se pode observar, os valores de viscosidade das soluções, na gama de temperaturas considerada, é bastante inferior ao valor limite de operabilidade. Verifica-se também que os valores obtidos a diferentes temperaturas são muito similares, podendo-se considerar a viscosidade constante na gama considerada, sendo, para a solução de A $1,26 \pm 0,03$ cP e para a Solução de β -ciclodextrinas $1,33 \pm 0,03$ cP.

4.2 Amostras impregnadas com solução de β -ciclodextrinas - Solidez à Lavagem

A quantificação de β -ciclodextrinas no tecido foi realizada como anteriormente referido, através de espectroscopia UV/VIS utilizando-se o corante fenolftaleína. Através da recta de calibração já referida e cujos dados já se encontravam disponíveis na empresa, obtiveram-se os resultados que se seguem (Figura 5), para substrato impregnado por Foulardagem e *Spray* Ultra-Sónico. Encontram-se também na figura os resultados de quantificação de β -CDs obtidos para o substrato impregnado por Foulardagem de uma solução de um produto comercial, preparado segundo a receita disponibilizada pelo fornecedor.

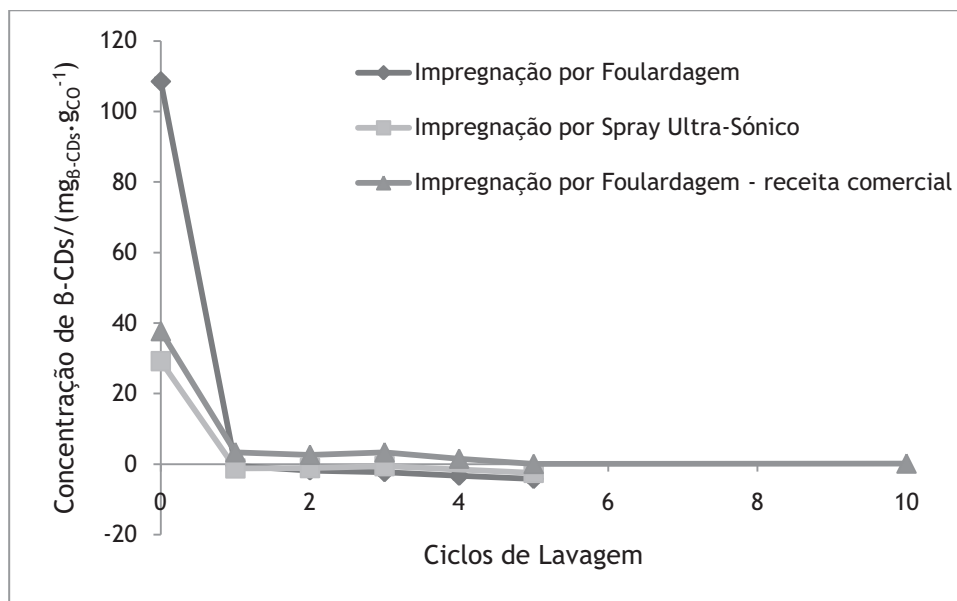


Figura 5 - Concentração de B-ciclodextrinas na malha de algodão após ciclos de lavagens.

As amostras impregnadas apenas com as soluções de B-ciclodextrinas não apresentam solidez à lavagem, anulando-se a concentração destas logo após o 1º ciclo de lavagem.

A receita comercial, apresentada anteriormente no Capítulo Materiais e Métodos, é a única que ainda apresenta valores de concentração não nulos após o primeiro ciclo de lavagem, porém, esse valor é menor que 10% da concentração existente inicialmente, e a concentração anula-se ao fim do 5º ciclo de lavagem. Pode assim concluir-se que, nem este produto comercial consegue ter solidez à lavagem.

4.3 Amostras impregnadas com solução de A - Solidez à Lavagem

Como já foi referido a solidez à lavagem das amostras obtidas por impregnação de solução do produto A foi também alvo de estudo.

Pretendia-se quantificar A, mas o não conhecimento do material da constituição do produto veio colocar alguns entraves na tentativa de detecção da amostra nos tecidos impregnados.

Realizaram-se análises de FTIR ao substrato, ao substrato funcionalizado e à amostra de A, a partir da qual se obteve a solução que foi impregnada. Esta amostra foi seca em estufa a 60°C durante 15 minutos.

Obtiveram-se os espectros que se apresentam nas figuras seguintes.

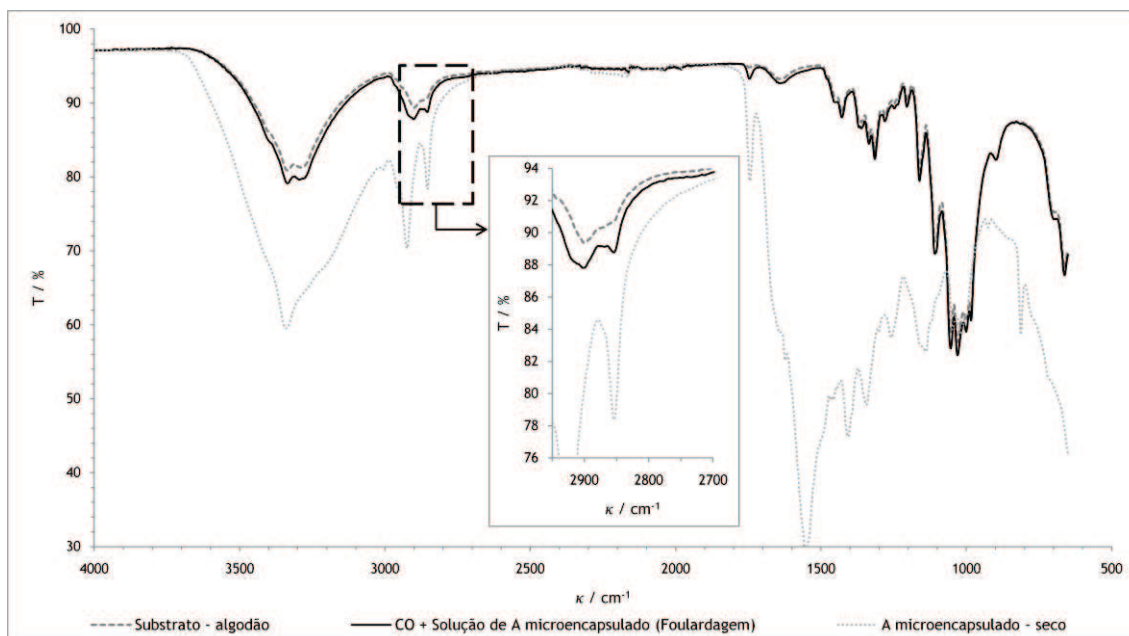


Figura 6 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 1650 e 1850 cm^{-1}).

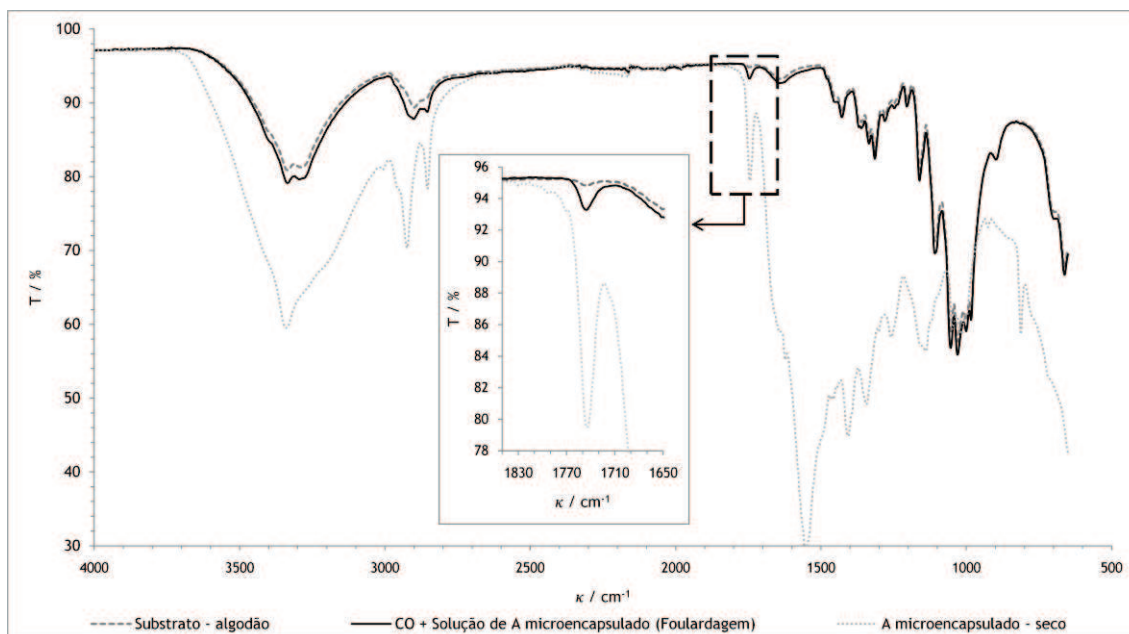


Figura 7 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 2700 e 2950 cm^{-1}).

Com a análise do espectro, verifica-se que o produto A tem picos pronunciados a aproximadamente 1746 e a aproximadamente 2856 cm^{-1} .

No espectro da amostra de substrato impregnada com o produto verifica-se que, a esses números de onda, a intensidade do pico é maior que a observada no espectro do substrato não funcionalizado.

Assim, poder-se-á concluir que as alterações de picos nestes comprimentos de onda serão devidas à presença de A e, mesmo não se podendo realizar uma quantificação a partir deste resultado, pode concluir-se se existe ou não A na amostra de substrato funcionalizado.

Este comportamento foi obtido também no espectro FTIR da amostra impregnada por *Spray* Ultra-Sônico, que se encontra nas imagens seguintes juntamente com os espectros do substrato e da amostra seca do produto A.

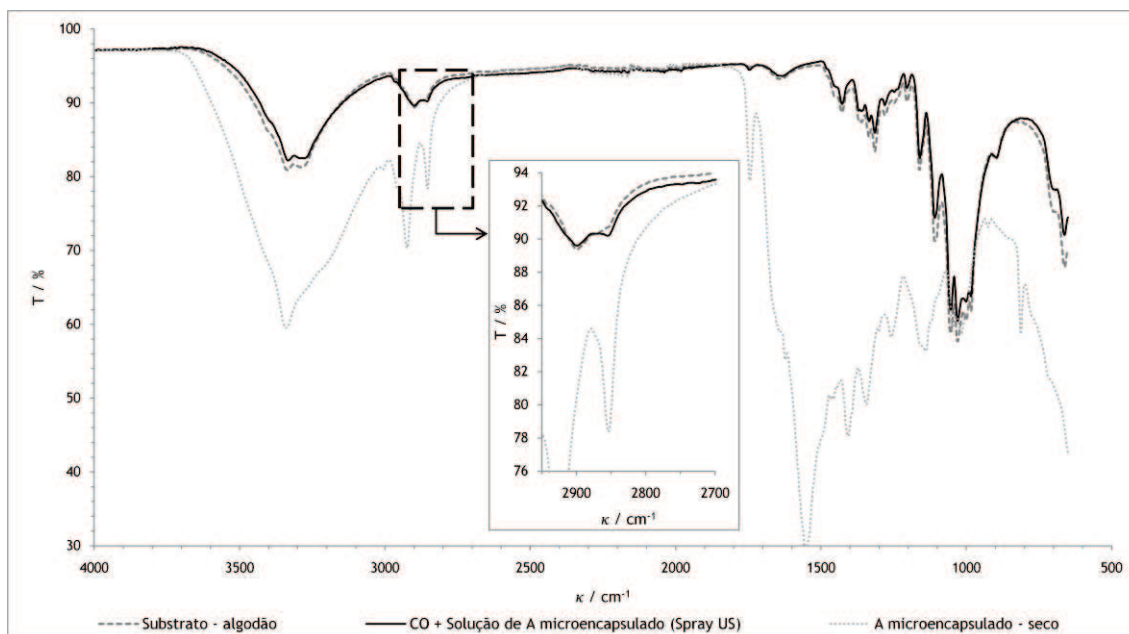


Figura 8 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray Ultra-Sônico, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 2700 e 2950 cm^{-1}).

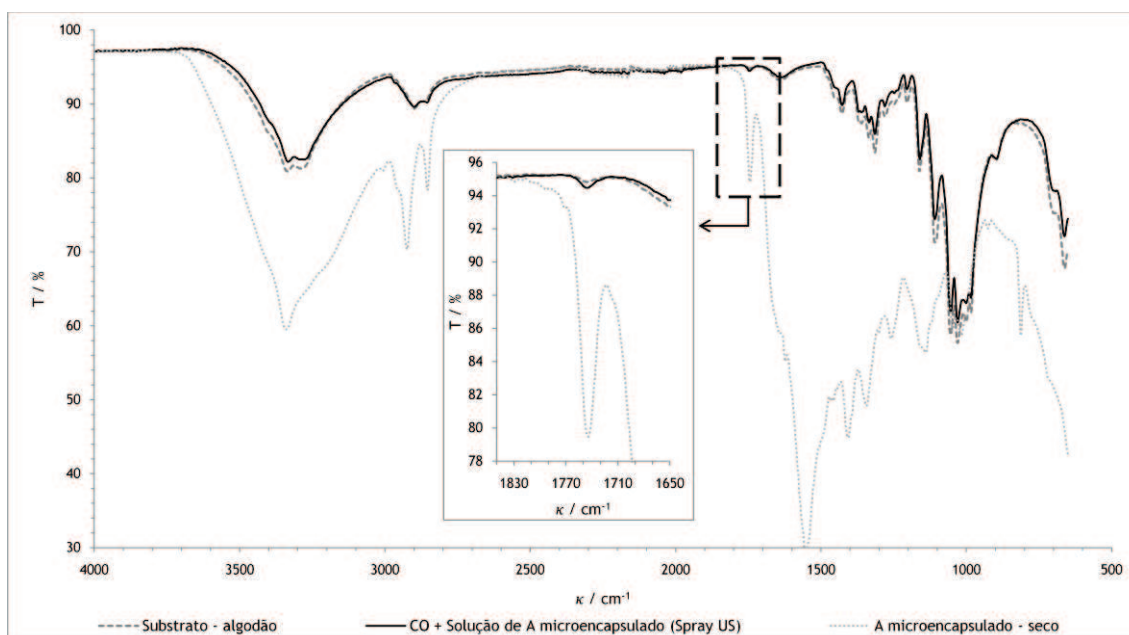


Figura 9 - Espectro de FTIR da amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray Ultra-Sônico, da amostra do substrato não funcionalizado e de A seco (ampliação entre 1650 e 1850 cm^{-1}).

Mais uma vez observa-se no espectro do substrato impregnado um aumento de intensidade dos picos de número de onda já referidos. Como seria de esperar, a

intensidade é menor que na amostra impregnada por Foulardagem, já que a quantidade depositada por *Spray* Ultra-Sônico é substancialmente inferior.

Para se testar a solidez à lavagem do produto impregnado procedeu-se à obtenção dos espectros FTIR também das amostras impregnada por Foulardagem sujeita a ciclos de lavagem. Os espectros obtidos são apresentados de seguida.

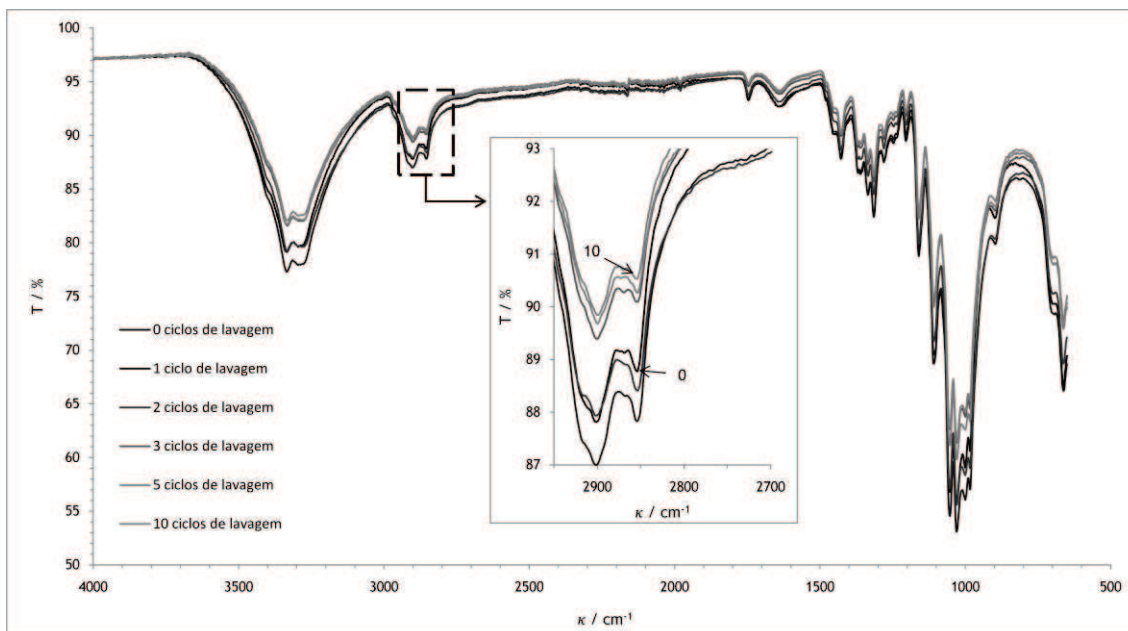


Figura 10 - Espectro de FTIR das amostras de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem, sujeitas a ciclos de lavagem (ampliação entre 2700 e 2950 cm^{-1}).

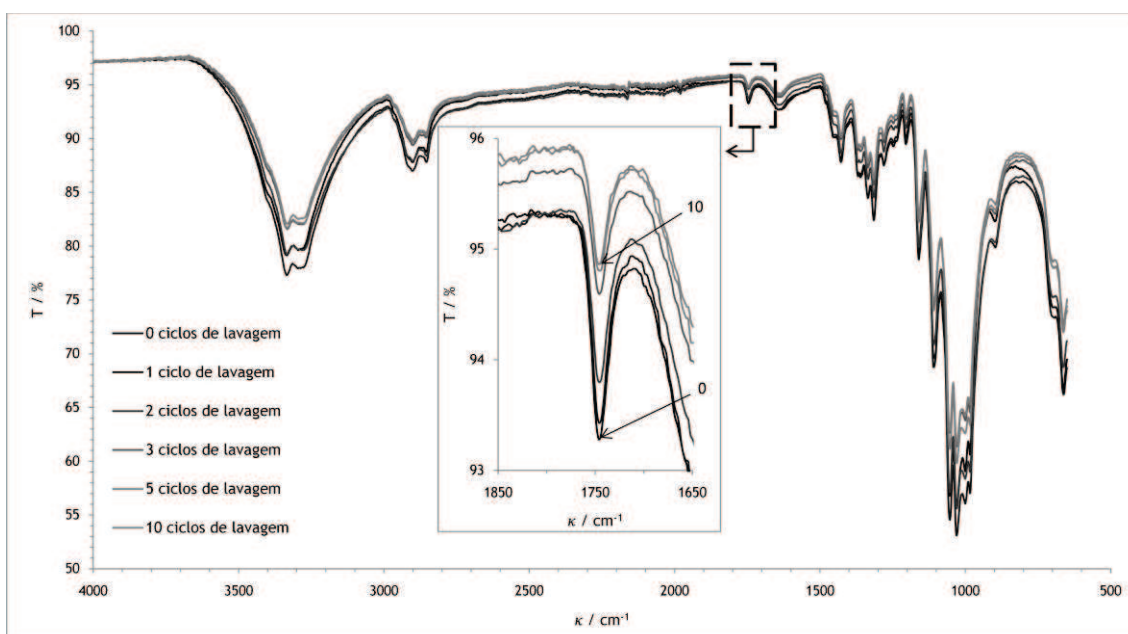


Figura 11 - Espectro de FTIR das amostras de substrato impregnado com solução de A por Foulardagem sujeitas a ciclos de lavagem (ampliação entre 1650 e 1850 cm^{-1}).

Observa-se, como seria de esperar, um decréscimo de intensidade dos picos, ainda que ligeiro, com o aumento do número de lavagens a que foi sujeita a amostra. Porém, mesmo após 10 ciclos de lavagem, os picos ainda são significativos relativamente aos do substrato impregnado e sem qualquer lavagem, pelo que se pode aferir que o produto apresenta solidez à lavagem.

O pico a número de onda 2853 cm^{-1} é atribuído ao estiramento simétrico dos grupos CH_2 . O pico a 1746 cm^{-1} é relativo a ligações C=O . Estes grupos poderão estar presentes no material que constitui o revestimento das microcápsulas, explicando-se assim a intensificação dos picos, e comprovando-se a solidez à lavagem do produto A.

Através do procedimento já descrito no Capítulo Materiais e Métodos, após tentativas com outros corantes, e através de outras metodologias, encontrou-se uma relação entre o aumento da absorvância registado (diferença entre a absorvância da solução na ausência de A e na presença deste) e a quantidade de A na amostra, como se pode observar na figura seguinte.

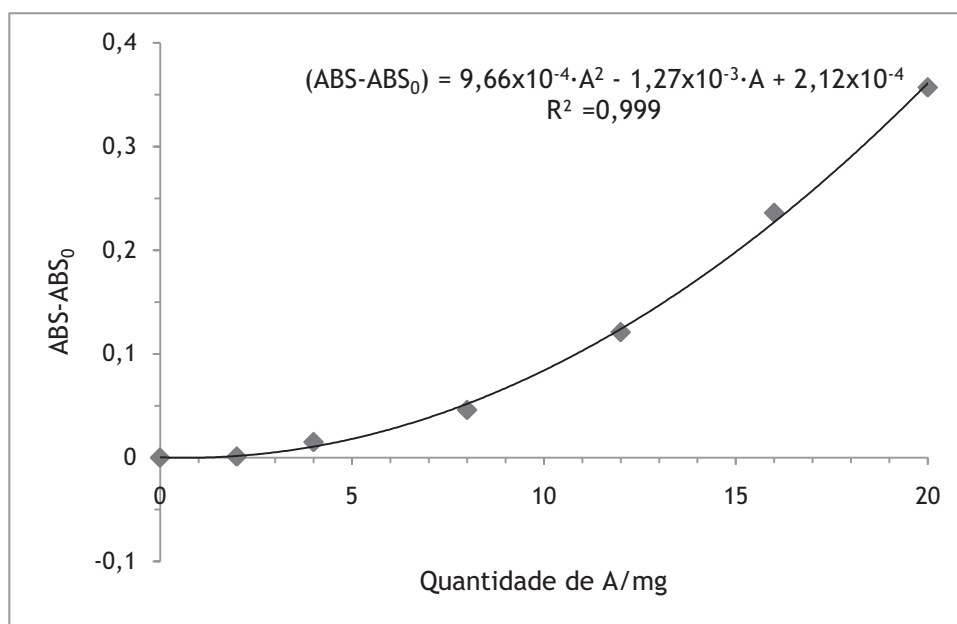


Figura 12 - Curva de calibração para quantificação de A.

A equação da curva de calibração foi obtida por regressão polinomial de segundo grau aos pontos experimentais, tendo-se obtido a seguinte equação, que já consta na Figura 12:

$$(ABS - ABS_0) = 9,66 \times 10^{-4} \cdot A^2 - 1,27 \times 10^{-3} \cdot A + 2,12 \times 10^{-4} \quad (4.1)$$

Em que $ABS - ABS_0$ representa a diferença entre a absorvância da solução na presença de A e na ausência deste, e A representa a quantidade de A, em mg.

Estando traçada a curva de calibração procedeu-se à quantificação do produto A presente nas amostras de substrato impregnado sujeitas a ciclos de lavagem, cujos resultados se encontram na figura seguinte.

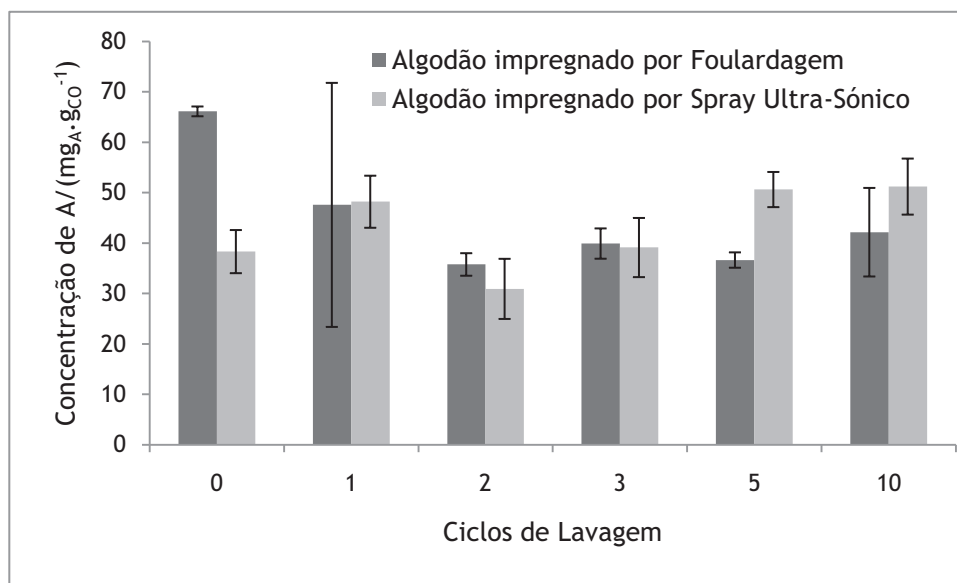


Figura 13 - Concentração de A em Algodão impregnado com solução de A e sujeito a vários ciclos de lavagem.

Observa-se que, as amostras impregnadas por Foulardagem apresentam uma diminuição da quantidade restante no substrato após a segunda lavagem (já que os resultados após a primeira lavagem apresentaram uma grande discrepância reflectida no desvio padrão do resultado). Após a segunda lavagem, e até o 10º ciclo de lavagem, a quantidade de A presente mantém-se aproximadamente constante.

Nas amostras impregnadas por *Spray* Ultra-Sónico, a quantidade de A presente na amostra mantém-se aproximadamente constante até as 10 lavagens.

Os resultados obtidos podem ser explicados pelo facto de haver uma quantidade de amostra que realmente adere ao substrato, e outra cuja adesão é fraca e acaba por ser removida após lavagem (após a primeira lavagem mais notavelmente). Assim, consegue-se explicar que, tanto as amostras de substrato impregnadas por Foulardagem como aquelas impregnadas por *Spray* Ultra-Sónico estabilizem dentro da mesma gama de concentração.

Assim, e através da quantificação por este método, verifica-se que os tecidos funcionalizados com solução de A possuem solidez à lavagem. Este facto, de nem com a temperatura e abrasão nas lavagens as microcápsulas serem eliminadas, não se trata de um resultado muito positivo já que se pretende que as microcápsulas se rompam com a utilização do têxtil e libertem o ingrediente encapsulado. Os resultados de hidratação de têxteis impregnados com solução de A e a discussão destes são apresentados no Capítulo 4.4.1.

Pretendeu-se também observar as microcápsulas impregnadas no substrato através de microscopia óptica. Para tal, primeiramente observou-se o produto A.

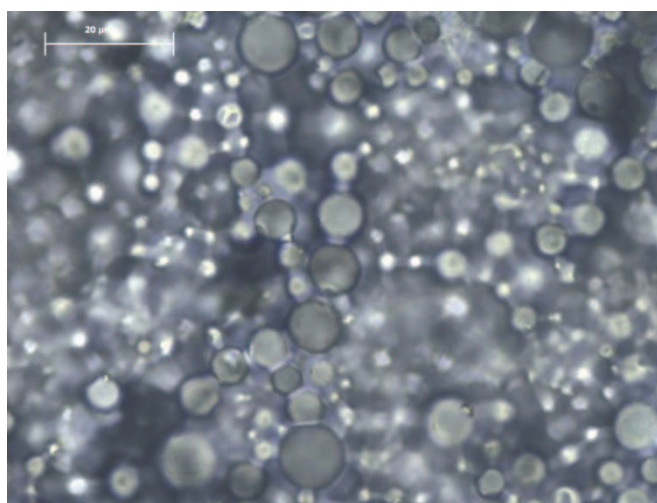


Figura 14 - Produto A - imagem obtida com microscópio óptico, ampliação de 100x.

Após a observação do produto impregnado, procedeu-se à observação do substrato impregnado por Foulardagem.

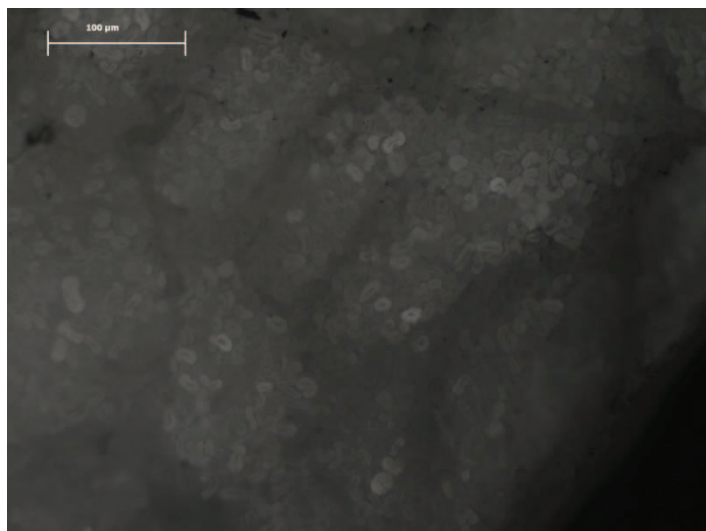


Figura 15 - Corte transversal de CO (algodão) impregnado por Foulardagem com Solução de A - imagem obtida com microscópio óptico, ampliação de 20x.

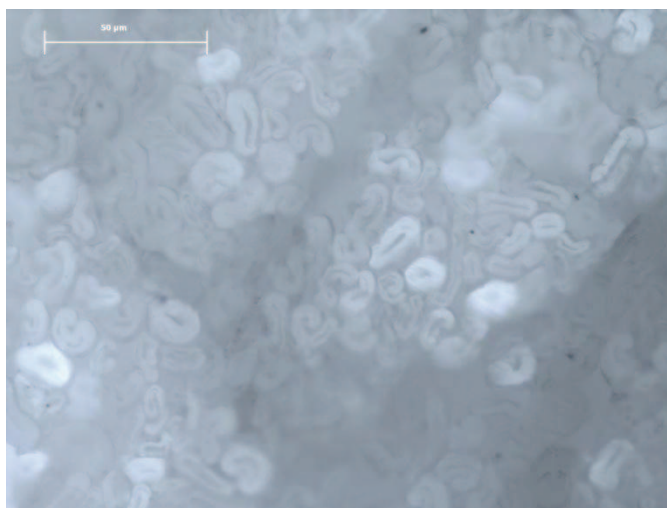


Figura 16 - Corte transversal de CO impregnado por Foulardagem com solução de A - imagem obtida com microscópio óptico, ampliação de 50x.

Em nenhuma das imagens do substrato impregnado com solução de A é possível observar a existência de microcápsulas com adesão nas fibras de algodão. Tal poderá ocorrer devido ao reduzido tamanho das microcápsulas relativamente às fibras de algodão, não permitindo a sua visualização. Este problema poderia ser resolvido por visualização num microscópio Electrónico.

4.4 Efeitos dos Têxteis Funcionalizados na pele

De seguida apresentam-se os resultados já tratados relativos à determinação das propriedades da pele: Hidratação e $TEWL$, antes da aplicação das amostras de têxteis nas marcas do antebraço, e após as 6 horas de utilização.

Os resultados são apresentados representando-se a variação média, nas 6h, dos 5 indivíduos, dos parâmetros CM , hidratação da pele, expressa em unidades arbitrárias corneométricas; e $TEWL$, perda transepidérmica de água, expressa em $g \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$.

É de notar que a variação da hidratação, $DEV CM$, foi calculada subtraindo-se o valor da hidratação inicial na marca ao seu valor final, já que o aumento da hidratação é o que se pretende, denotando o melhoramento da propriedade da pele. A variação de $TEWL$, $DEV TEWL$, foi calculada subtraindo-se o valor de $TEWL$ verificado ao fim das 6 horas de aplicação ao valor inicial na marca, já que a diminuição da perda transepidérmica de água comprova a promoção do bem-estar da pele. Assim, os valores positivos nos gráficos representam sempre a melhoria verificada nas propriedades da pele.

4.4.1 Efeitos das amostras de CO impregnadas com solução de A a 2% m/V

Realizou-se o procedimento previamente descrito de simulação de uso das amostras têxteis e obtiveram-se os resultados presentes nas duas figuras seguintes.

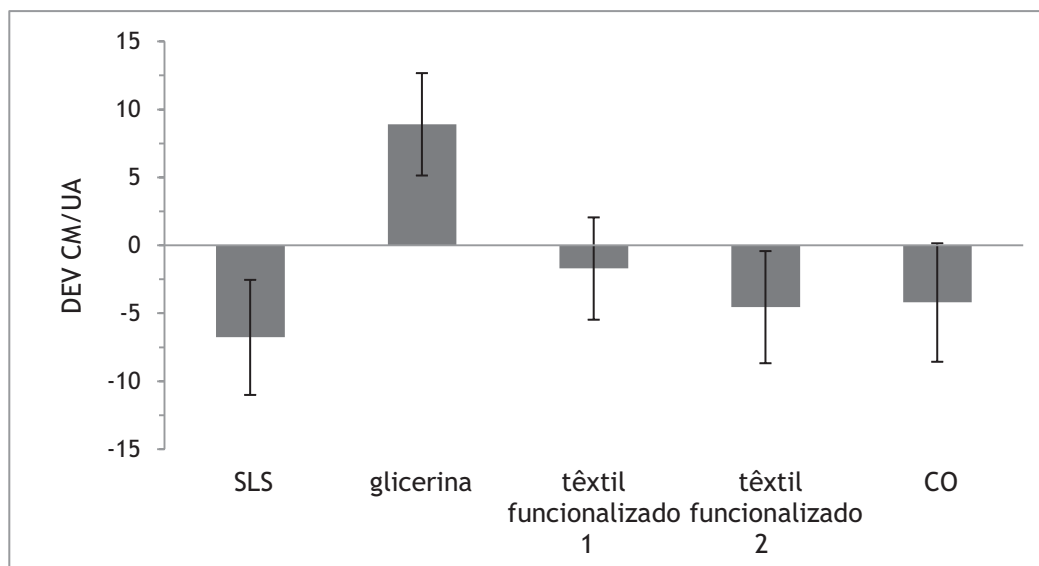


Figura 17 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 µL de SLS (SLS), 50 µL de glicerina (glicerina), amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray US (têxtil funcionalizado 1), e por Foulardagem (têxtil funcionalizado 2), e amostra de substrato não impregnado (CO).

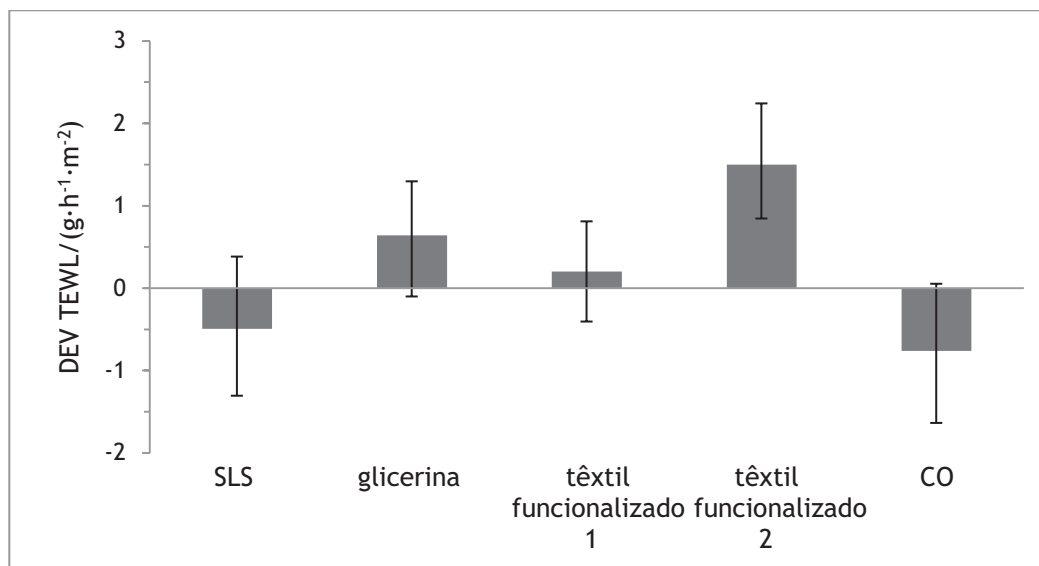


Figura 18 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 µL de SLS (SLS), 50 µL de glicerina (glicerina), amostra de substrato impregnado com solução de A por Spray US (têxtil funcionalizado 1), e por Foulardagem (têxtil funcionalizado 2), e amostra de substrato não impregnado (CO).

Como se pode verificar nos gráficos presentes nas Figuras 17 e 18, existe uma grande variabilidade de comportamento da pele à aplicação dos têxteis referidos, de indivíduo para indivíduo, o que resulta em valores médios com desvios padrões acentuados.

Foi realizado o Teste T das Médias, com os valores obtidos para cada indivíduo, utilizando-se a Ferramenta de Análise de Dados “Teste T: duas amostras emparelhadas para médias” disponível no programa Microsoft Excel 2007, utilizando-se 95% como percentagem de confiança. A partir deste teste, para os resultados obtidos nestes ensaios, verificou-se que existem diferenças significativas entre a reacção da pele à amostra de algodão controlo e à amostra na qual foram depositados 50 µL de glicerina, tanto para as variações de hidratação como de TEWL. Verificou-se ainda que existem diferenças significativas nas variações de TEWL nas marcas nas quais foi fixa a amostra de algodão e o substrato impregnado por Foulardagem com solução de A. Não se observam diferenças significativas entre os valores médios dos resultados obtidos para mais nenhum par de amostras.

A análise dos resultados e o Teste T realizado permite assim concluir que o aumento da hidratação é apenas significativo para a amostra na qual foram colocados 50 µL de glicerina (controlo positivo). Este resultado era esperado dado que a glicerina é um

produto bastante utilizado em formulações cosméticas, que mantêm a pele macia e hidratada. Observa-se também uma diminuição significativa de *TEWL* na mesma marca.

O Lauril Sulfato de Sódio (SLS) é um tensioactivo aniónico muito conhecido e utilizado frequentemente em muitas formas farmacêuticas. Apresenta, no entanto, algum potencial de irritação, resultante da sua capacidade de alteração do estrato córneo, podendo provocar algumas reacções adversas. Por esse motivo o LSS é utilizado como agente provocador em diversos micrométodos de exploração *in vivo* da fisiopatologia da pele. Assim, seria de esperar que o SLS apresentasse um comportamento negativo, porém, o valor médio afectado pelo desvio padrão envolve a própria variação da hidratação da pele ao próprio tecido de algodão. Os têxteis funcionalizados (1 e 2) estão na mesma situação, não sendo a variação da hidratação significativa relativamente à variação “normal” ao longo das horas.

Os resultados de variação de *TEWL* indicam que o têxtil funcionalizado 2, a amostra impregnada com solução de A por Foulardagem, apresenta uma variação positiva de perda transepidérmica de água, ou seja, uma diminuição desta ao longo das 6 horas de utilização. Pela análise estatística conclui-se que essa diminuição é significativa. Pode explicar-se as diferenças entre o efeito do têxtil impregnado por Foulardagem e por *Spray* Ultra-Sónico dada, por um lado, a quantidade que é impregnada, e tendo também em consideração os resultados de solidez à lavagem. A quantidade que é removida nas primeiras lavagens é aquela que não criou uma forte adesão com o substrato. Como é apenas essa que vai interagir com a pele, verifica-se que a impregnação por *Spray* Ultra-Sónico não permite que exista quantidade à superfície do substrato que provoque um efeito barreira na pele. Assim, a diminuição significativa de *TEWL*, poderá dever-se à quantidade de produto A impregnado por Foulardagem que não se encontra completamente ligado ao substrato, interagindo assim com a pele.

4.4.2 Efeitos das amostras de CO impregnadas com o produto C

Pretendeu-se verificar o efeito do produto C nas propriedades da pele, quando impregnado em algodão.

Para tal prepararam-se amostras de aproximadamente 10 g de substrato e pulverizaram-se as amostras com 10 mL de C, sendo estas posteriormente secas ao ar durante cerca de 18 horas.

Os resultados da simulação de uso das amostras impregnadas apresentam-se nas Figuras 19 e 20.

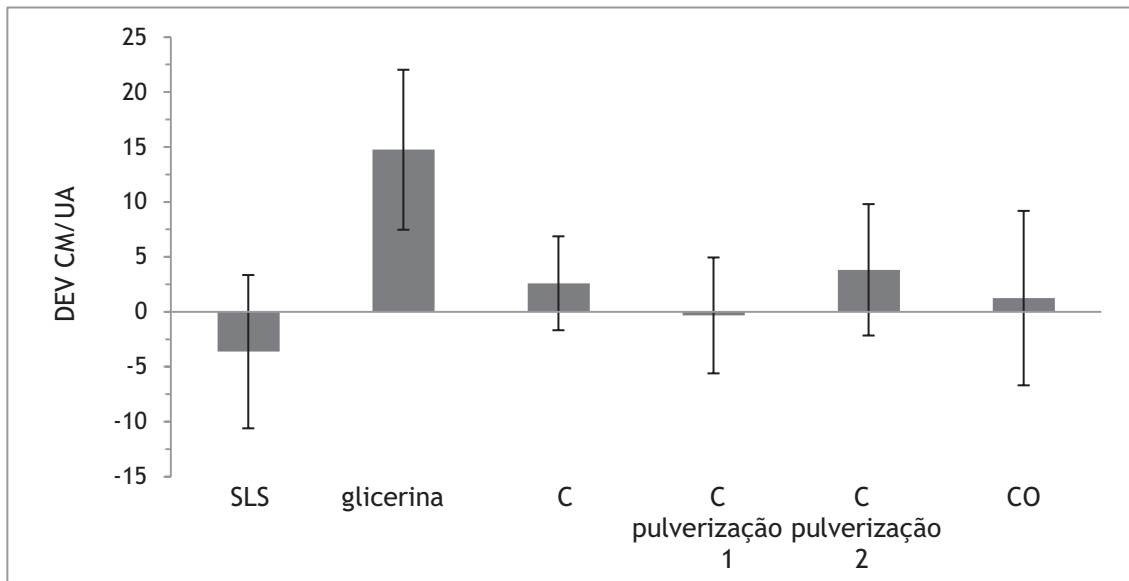


Figura 19 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 μ L de SLS (SLS), 50 μ L de glicerina (glicerina), 50 μ L de C (C), amostras de substrato impregnadas com C por pulverização com Spray Manual (C pulverização 1 e 2), e amostra de substrato (CO).

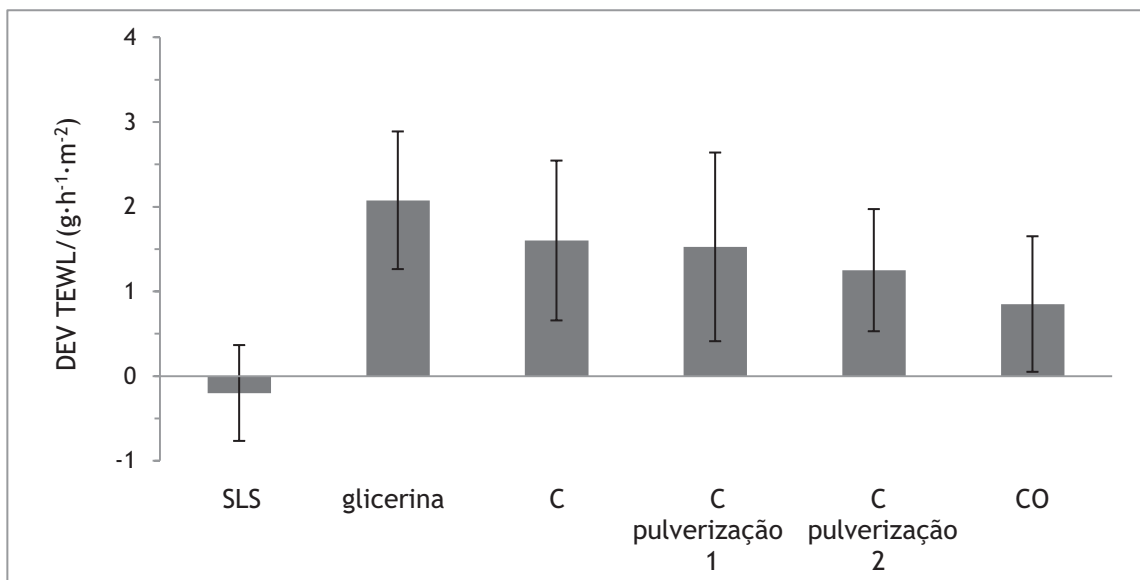


Figura 20 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão com 50 μ L de SLS (SLS), 50 μ L de glicerina (glicerina), 50 μ L de C (C), amostras de substrato impregnadas com C por pulverização com Spray Manual (C pulverização 1 e 2), e amostra de substrato (CO).

Pode-se concluir, a partir dos resultados devidamente tratados, e depois de realizado o Teste T das médias, que o produto C utilizado não permite nenhuma melhoria significativa nas propriedades de hidratação da pele, quando impregnado em amostras de CO e colocado em contacto com a pele. No entanto, para a perda transepidérmica de água notou-se uma tendência positiva do efeito das amostras. Aliás, nenhuma das amostras, nem mesmo os controlos positivo e negativo, provoca efeitos estatisticamente significativos na pele.

A pulverização realizada para se impregnar o produto C no substrato, é um método de impregnação muito simples e fácil de realizar. Como tal, se fossem comprovados efeitos positivos na hidratação e/ou na perda transepidérmica de água, este seria um método simples para “produzir” um têxtil hidratante, aplicando-se C no tecido adequado, e recarregando o têxtil após lavagem, por exemplo.

4.4.3 Efeitos das amostras de CO impregnadas com produto E

Dados os resultados anteriores, pretendeu-se impregnar o produto E em amostras de algodão, com o objectivo de promover o contacto da pele com um forte hidratante. O produto foi impregnado por Foulardagem, nas condições já referidas, e as amostras foram deixadas a secar durante cerca de 18h. Os resultados são os apresentados nas Figuras 21 e 22.

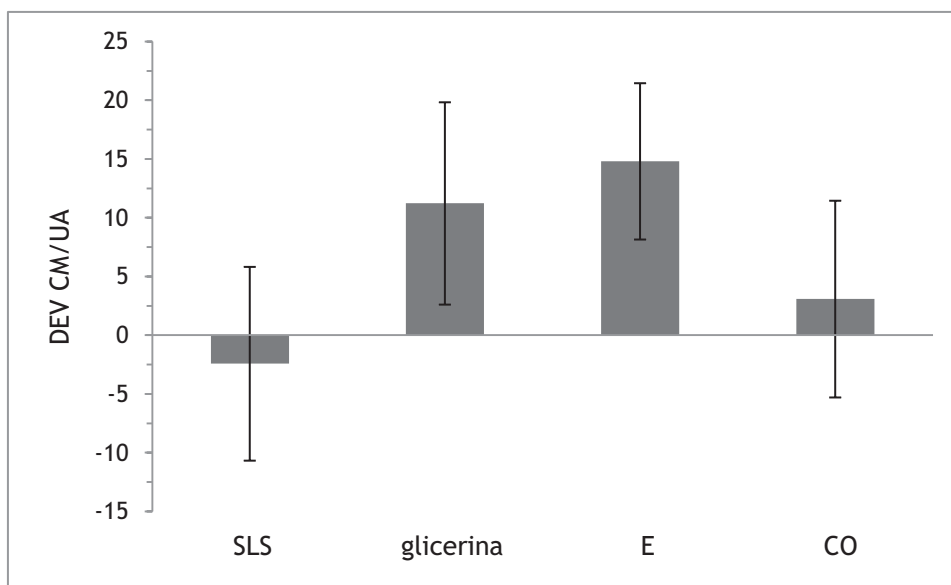


Figura 21 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão impregnado por Foulardagem com produto E (E), amostra de substrato (CO), amostra de algodão com 50 μ L de SLS (SLS) e 50 μ L de glicerina (glicerina).

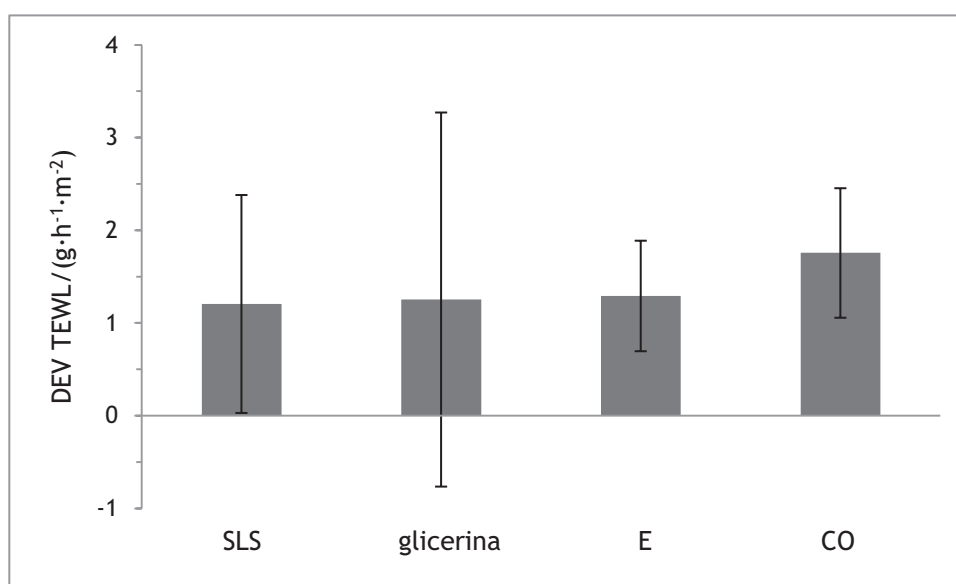


Figura 22 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de algodão impregnado por Foulardagem com produto E (E), amostra de substrato (CO), amostra de algodão com 50 μ L de SLS (SLS) e 50 μ L de glicerina (glicerina).

Pela análise das Figuras 21 e 22, verifica-se uma tendência positiva na evolução das duas propriedades da pele em estudo, apresentando a hidratação valores de desvio mais elevados.

Com a realização da análise estatística Teste T das médias verifica-se que a hidratação provocada pelo têxtil impregnado por Foulardagem com o produto E é significativa (relativamente à amostra de substrato não funcionalizado). Este teste não identificou diferenças significativas entre os resultados obtidos em mais nenhum par de amostras.

O têxtil impregnado por Foulardagem com o produto E foi o único têxtil funcionalizado que permitiu verificar uma variação de hidratação consideravelmente positiva.

É de referir ainda que os valores finais de hidratação na zona revestida com o têxtil impregnado com o produto E são de 61 ± 5 UA, valor similar ao valor final encontrado na literatura para a aplicação de um creme hidratante durante 15 dias, podendo-se assim concluir que existe uma eficácia considerável do têxtil, comparável ao de um creme emoliente (Rosado et al, 2008).

Tal como se observou neste estudo pelos resultados obtidos, na literatura verificou-se que a aplicação de um creme hidratante, durante 15 dias, não teve qualquer influência na propriedade perda transepidérmica de água.

Os elevados desvios padrão obtidos, que determinam e não facilitam a interpretação dos resultados, são também os apresentados em estudos na pele ao efeito de cremes hidratantes, quando se efectuam medições em vários voluntários (Rosado et al, 2008). Por outro lado, a apresentação dos resultados como desvios absolutos implica um cálculo de diferença entre valores iniciais e finais, pelo que a diferença vem afectada por uma propagação de erros ainda superior.

4.4.4 Efeito de um têxtil comercial potencialmente hidratante na pele

Face aos resultados obtidos na resposta da pele à simulação de uso de têxteis funcionalizados durante este projecto, decidiu-se realizar testes também com um têxtil hidratante já existente no mercado. Pensa-se que este tecido tem na sua constituição microcápsulas, não se sabendo especificamente o produto que está microencapsulado. Nestes testes realizaram-se 3 marcas nos antebraços dos voluntários de modo a serem aplicados o têxtil hidratante, o substrato desse mesmo têxtil, sem o agente hidratante, e a ser deixada sem qualquer tecido a última marca. Os resultados destes ensaios encontram-se nas Figuras 24 e 25, que se apresentam de seguida.

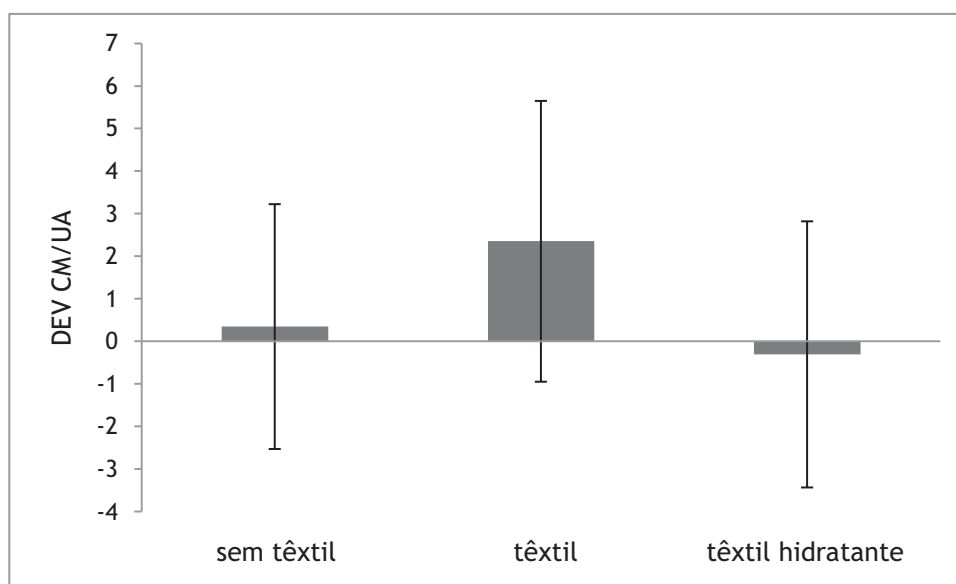


Figura 23 - Variação da hidratação a 6h de simulação de utilização de amostras de têxtil hidratante e do mesmo têxtil mas sem propriedades hidratante, e variação da hidratação da pele, sem qualquer aplicação têxtil, ao longo do dia.

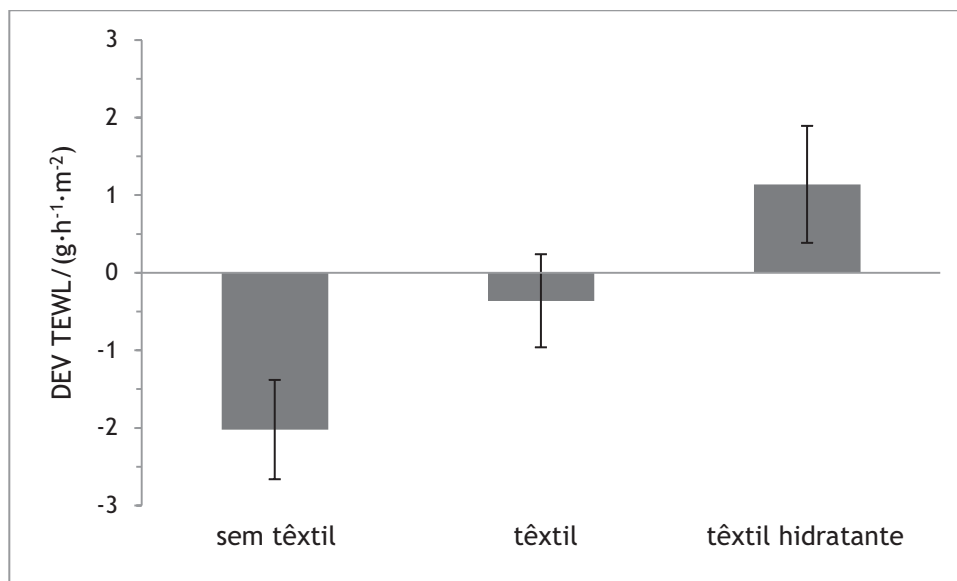


Figura 24 - Variação de TEWL a 6h de simulação de utilização de amostras de têxtil hidratante e do mesmo têxtil mas sem propriedades hidratante, e variação da hidratação da pele, sem qualquer aplicação têxtil, ao longo do dia.

Como é possível verificar no gráfico de variação de hidratação, Figura 23, não é possível constatar nenhuma variação positiva na hidratação da pele sujeita ao contacto com o têxtil hidratante comercial, já que o desvio padrão associado a cada valor não permite diferenciação entre as variações médias obtidas.

Na propriedade da perda transepidérmica de água, verifica-se diferença entre a variação nas três marcas.

A marca na qual não foi aplicado qualquer têxtil apresentou um aumento da perda transepidérmica de água ao longo das 6 horas. Verificou-se assim, que a aplicação de um têxtil, por si só, provoca uma diminuição da perda transepidérmica de água, relativamente ao não uso de tecido sob a pele, facto explicado pelo efeito barreira do mesmo.

Na marca na qual o têxtil comercial estava fixo observou-se uma diminuição acentuada da perda transepidérmica de água, ou seja, um efeito positivo na variação desta propriedade. No entanto, o elevado desvio padrão associado mais uma vez não permite retirar conclusões definitivas.

Porém, realizando-se o Teste T das Médias, conclui-se que não há diferença significativa entre a variação das propriedades hidratação, *CM*, e *TEWL* em nenhuma das marcas.

5 Conclusões

Prepararam-se têxteis por impregnação e deposição, utilizando diversos produtos, pretendendo-se determinar se seria possível utilizar a interface têxtil-pele para provocar um melhoramento das suas propriedades (hidratação e perda transepidérmica de água).

Caracterizaram-se alguns dos têxteis impregnados com soluções relativamente à sua solidez à lavagem. Verificou-se que não se observa solidez à lavagem das β -ciclodextrinas impregnadas no substrato. Verificou-se ainda que o produto A impregnado no algodão resiste a, pelo menos, 10 lavagens, qualquer que fosse o método de funcionalização, dentro de um valor mais ou menos constante a partir da segunda lavagem e similar nos dois métodos de deposição do agente hidratante.

Pela simulação de uso dos têxteis funcionalizados observou-se, para as amostras de algodão impregnadas com solução de A, que estas não provocaram qualquer efeito na melhoria da hidratação da pele, sendo apenas verificado efeito positivo significativo na perda transepidérmica de água pela amostra impregnada por Foulardagem. Dados os resultados obtidos para a solidez à lavagem do produto A, são compreensíveis os efeitos obtidos por parte destas amostras, ou a ausência destes, pois, a quantidade de produto A nas amostras só diminui nas primeiras lavagens para as amostras impregnadas por Foulardagem, concluindo-se que nas amostras impregnadas por *Spray* Ultra-Sónico existe uma forte interação de todo o produto impregnado, já que a quantidade se manteve após 10 ciclos de lavagem. Assim, o agente não é libertado para a pele.

Nos ensaios realizados com algodão impregnado com o produto C, não se observaram melhorias significativas na hidratação e diminuição de *TEWL*.

Apenas o têxtil impregnado com produto E permitiu a observação de uma hidratação significativa na marca na qual foi aplicado, constituindo, ainda assim, um resultado positivo.

Simulou-se também o uso de um têxtil comercial, havendo uma diminuição, ou seja, efeitos positivos, na perda transepidérmica de água, porém, estes resultados não são significativos em relação à normal variação ao longo do dia.

6 Avaliação do trabalho realizado

6.1 Objectivos Realizados

Durante o projecto foi possível desenvolver um método de quantificação dos produtos A, C e D. Procedeu-se também ao estudo da solidez à lavagem de tecidos de algodão funcionalizados com solução de A e solução de β -ciclodextrinas. Conseguiu-se ainda estabelecer um procedimento para a avaliação das alterações das propriedades da pele através da simulação de uso do têxtil.

6.2 Outros Trabalhos Realizados

No âmbito do projecto, durante a realização do estágio curricular, foram realizadas as calibrações das sondas Corneometer® CM 825 e Tewameter® TM 300 utilizadas no decorrer deste trabalho.

Realizaram-se também testes no colorímetro Spectraflash SF 450 às amostras impregnadas com produto C e produto D usadas nos ensaios de quantificação com o corante Sirius® Red F3B e deixadas depois a secar ao ar. Estes testes revelaram-se também um método para quantificação, caso não se possa proceder à medição da absorvância no espectrofotómetro UV/VIS por exemplo, obtendo-se rectas de calibração similares, relacionando a percentagem de reflectância e a diferença de cor total das amostras com a quantidade de C e D presente na amostra.

6.3 Limitações e Trabalho Futuro

Foram sentidas algumas dificuldades no manuseamento das sondas utilizadas para se determinar a hidratação da pele e a perda transepidérmica de água. Aquando da calibração das sondas verificou-se que a sonda Tewameter® TM 300 não se encontrava calibrada. No final do projecto, a sonda Corneometer® CM 825 também teve um problema na ligação ao equipamento, o que estava já, durante algumas medições, a provocar erros e a fazer com que se perdessem dados, prejudicando as medições de hidratação da pele.

O trabalho futuro a realizar, deve ir ao encontro da continuação de produção de têxteis com propriedades hidratantes, utilizando-se novas soluções e diferentes

modos de funcionalização, e da sua caracterização, já que a experiência no manuseamento das sondas, assim como o aumento do número de indivíduos nos quais são realizados os testes, permitirá diminuir a variabilidade dos resultados e aumentar a confiança relativamente a estes.

Existe também trabalho futuro a realizar no que concerne à funcionalização de substratos com β -ciclodextrinas, dado que neste trabalho não se verificou solidez à lavagem. Assim, constitui um desafio o melhoramento deste aspecto, permitindo em trabalhos futuros a tentativa de utilização de β -ciclodextrinas como agente de encapsulamento de produtos hidratantes.

6.4 Apreciação Final

Durante a realização deste projecto adquiri competências técnicas na área dos processos têxteis, activação de substratos por descarga plasmática, impregnação de substratos por Foulardagem e por *Spray* Ultra-Sónico, bem como na utilização dos equipamentos de espectroscopia UV/VIS, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, microscopia óptica, e sondas Corneometer® CM 825 e Tewameter® TM 300.

Este projecto envolvia várias vertentes, desde a produção dos têxteis, à caracterização destes, seguindo-se várias metodologias. Tratava-se de um projecto com objectivos ambiciosos já que, o facto de não haver comprovação que os testes efectuados dariam resultados consistentes, poderia pôr em causa a conclusão do trabalho.

Os objectivos quanto ao desenvolvimento de metodologia para caracterização dos substratos funcionalizados foram totalmente atingidos. Conclui-se que não se obtiveram os têxteis “hidratantes” que se esperavam produzir inicialmente, eficazes e sólidos à lavagem, dada a variabilidade dos resultados obtidos e da variabilidade de reacção da pele de indivíduo para indivíduo e de zona para zona, mas também devido à utopia que é realizar esses dois objectivos.

Ainda assim, o trabalho desenvolvido neste projecto trouxe informação bastante relevante para a produção e caracterização de têxteis funcionais com função hidratante.

7 Referências

- Agência de Notícias - Primeira Hora, <http://www.primeirahora.com.br/noticia.php?intNotID=23998>, acessado em Junho de 2010.
- Barbosa-Cánovas, G. V. Ortega-Rivas, E. Juliano, P. Yan, H., *Food Powders - Physical Properties, Processing, and Functionality*, Springer US, 2005.
- Buschmann, H.-J. Schollmeyer, E., *Journal of Cosmetic Science*, **53** (2002) 185-191.
- Cereda, M. P. *Culturas de tuberosas amiláceas latino americanas*, Vol. 3, Cap. 17, 475-498, 2000.
- CKelectronic-GmbH, *Information and Operation Instructions for the Multi Probe Adapter MPA and its probes*, Koln/Germany, 2007.
- Coates, J. F., *Technological Forecasting and Social Change*, **72** (2005) 101-110.
- Costa, G. d. Pazzeto, R. Bril, F. Miatioli, G., *Acta Sci. Health Sci.*, **29** (2007) 45-50.
- Courage+Khazaka electronic GmbH & Monaderm (SAM), *Corneometer® CM 825 - Skin Hydration Measurement*, Múnaco, 2010.
- Cunha-Filho, M. S. Sá-Barreto, L. C., *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*, **28** (2007) 1-9.
- Fact Based Skin Care, <http://factbaseskincare.com/tag/cotton/>, acessado em Junho de 2010.
- Guarducci, M., *Textile product having particular functional properties for the skin and process for the preparation thereof*, Pipparelli & Partners, US 2006/106546, 2006.
- Luciara®, *Monografia do Produto - Luciara®*, 2009 (<http://semestrias.luciara.com/Monografia.pdf>).
- Marte, O. Marte, W. Angehrn, S. Meyer, M. Meyer, U. Arx, U. V., Weber, Ruth, Kunzi, Oliver, Klivaz, Cedric, Hochstrasser, Martin, *Finishings For Textile Fibers and Fabrics to Give Hydrophobic Oleophobic and Self-Cleaning Surfaces*, Schoeller Textil AG, US 2008/0214075, 2008.

- Mindreaders - Performance Textiles, <http://themindreaders.blogspot.com/search?updated-max=2009-02-24T22:35:00Z&max-results=30>, acessado em Junho de 2010.
- Mündlein, M. Valentin, B. Chabicosky, R. Nicolics, J. Weremczuk, J., Tarapata, G. Jachowicz, R., *Transepidermal water loss (TEWL) measurements with two novel sensors based on different sensing principles*, Vienna, Austria; Warsaw, Poland, 2006.
- Nelson, G., *International Journal of Pharmaceutics*, **242** (2002) 55-62.
- Oliveira, R. Santos, D. Coelho, P., *Revista da Faculdade de Ciências da Saúde*, **6** (2009) 70-83.
- Pinto, P. C. Martinho, H. Rodrigues, L. M., *Revista Lusófona de Ciências e Tecnologias da Saúde*, **1** (2007) No.4 47-55.
- *PulcraChemicals*, <http://www.pulcra-chemicals.com/business/textile-technology/functional-textiles/skintex.html#c70>, acessado em Março de 2010.
- Rodrigues, S. N. Martins, I. M. Fernandes, I. P. Gomes, P. B. Matar, V. G. Barreiro, M. F. Rodrigues, A.E., *Chemical Engineering Journal*, **149** (2009) 463-472.
- Rosado, C. Lourenço, A. Rodrigues, L. M., *Revista Lusófona de Ciências e Tecnologias da Saúde*, **1** (2008) No.5 53-59.
- Saraf, N. M. Alat, D. V. Chakrabarti, R., *Colourage*, **54** (2007) No.9 66-70.
- Shalaka, D. S.R, N. Amruta, A., & Parimal, K., *Journal of Pharmacy Research*, **2** (2009) No.6 1098-1102.
- Shi, H. Xin, J. H., *Cosmetic Textiles: Concepts, Application and Prospects*, Institute of textiles & clothing, The Hong Kong Polytechnic University, China, 2007.
- Sono-Tek, http://www.sono-tek.com/electronics/page/nozzle_overview, acessado em Maio de 2010.
- TechExchange, <http://www.techexchange.com/thelibrary/innovateor.html>, acessado em Março de 2010.
- Valle, E. M., *Process Biochemistry*, **39** (2004) 1033-1046.
- Vassenol®, <http://www.vassenol.pt/Carousel.aspx?Path=Consumer/YourSkin/DrySkinCycle#stage>, acessado em Junho de 2010.

- Venturini, C. d. Nicolini, J. Machado, C. Machado, V. G., *Química Nova* , **31** (2008) No.2 360-368.

Anexo 1 - Espectro de absorvância de solução de Sirius® Red 0,002% m/V

Na figura abaixo encontra-se o espectro da solução de Sirius® Red 0,002% m/V obtido no espectrofotômetro UV/VIS.

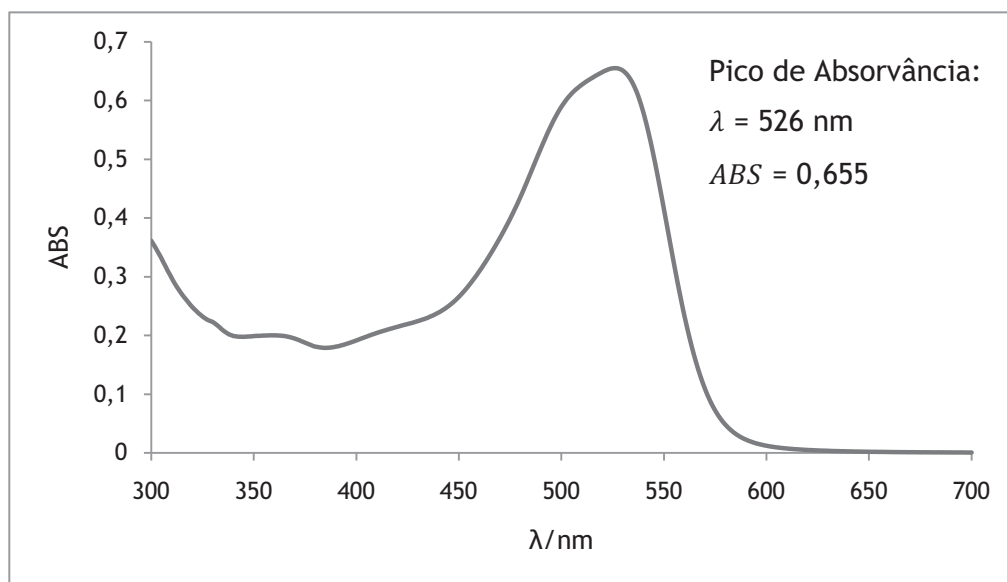


Figura 25 - Espectro de absorvância da solução Sirius® Red 0,002% m/V.

Anexo 2 - Desenvolvimento de Método de Quantificação dos produtos C e D

Através da adição de 10 mL de solução de Sirius® Luz a amostras de 0,1g de substrato CO em que foi depositada um dado volume de C e de D, posteriormente secas em estufa, agitação por 10 minutos em banho térmico a 60°C, e repouso de 10 minutos à temperatura ambiente, encontrou-se a relação entre a diminuição da absorvância registrada (diferença entre a absorvância da solução na ausência de C ou D e na presença destes) e a quantidade de produto depositado no substrato.

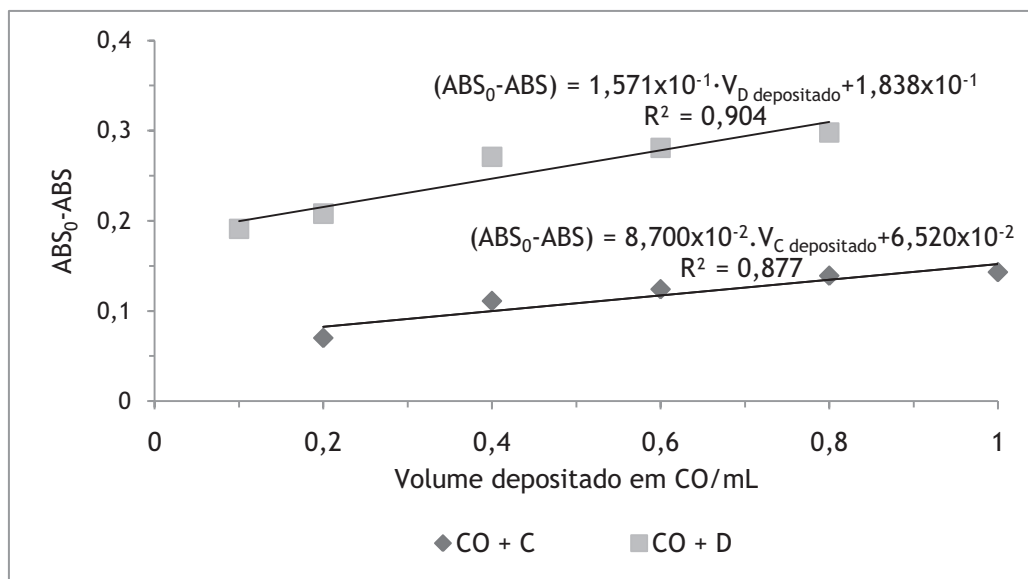


Figura 26 - Curvas de calibração para quantificação dos produtos C e D.

A partir dos resultados experimentais obtidos, por regressão linear, traçaram-se as rectas cujas equações se encontram na Figura 26, e que permitem quantificar os produtos C e D.

Este resultado não foi utilizado no decorrer deste projecto.

Anexo 3 - Teste à solidez à lavagem de solução de produto B - análise sensorial

O produto B apresenta um aroma bastante intenso. Assim, pretendeu-se verificar a solidez à lavagem de uma solução do produto, a 2% m/V, impregnada por Foulardagem e seca e termofixada nas condições já indicadas, a partir da análise olfactiva de 12 voluntários. Efectuaram então 10 lavagens, e pediu-se aos voluntários que classificassem as amostras (com 0 lavagens, 1, 2, 3, 4, 5 e 10, e algodão sem impregnação), quanto à seguinte descrição:

- A - Aroma intenso;
- B - Aroma ligeiramente intenso;
- C - Aroma existe mas com baixa intensidade;
- D - Aroma existe mas com muito baixa intensidade;
- E - Não se sente o aroma.

Tabela 2 - Classificação atribuída pelos voluntários (em percentagem) às amostras.

Percentagem de classificação / Amostra	A	B	C	D	E
0 ciclos de lavagem	91,7	8,3	0,0	0,0	0,0
1 ciclo de lavagem	0,0	66,7	33,3	0,0	0,0
2 ciclos de lavagem	0,0	50,0	33,3	8,3	8,3
3 ciclos de lavagem	0,0	16,7	41,7	41,7	0,0
4 ciclos de lavagem	0,0	16,7	50,0	25,0	8,3
5 ciclos de lavagem	0,0	8,3	16,7	66,7	8,3
10 ciclos de lavagem	0,0	0,0	8,3	66,7	25,0
CO	0,0	0,0	0,0	16,7	83,3

Verifica-se que 91,7% dos voluntários identificaram o tecido sem qualquer ciclo de lavagem como aquele que apresenta o aroma mais intenso. 66,7% dos indivíduos classificaram o têxtil sujeito a 10 ciclos de lavagem como tendo intensidade de aroma, ainda que muito reduzida. A mesma percentagem classificou o têxtil sujeito a 5 ciclos de lavagem do mesmo modo. 83,3% dos voluntários conseguiram identificar a amostra de algodão como a que não tem aroma.