

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA

CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FARMÁCIA

Matheus Luis Duarte

Microencapsulação do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* via *spray drying* visando a aplicação em formulações cosméticas

Florianópolis,

2026

Microencapsulação do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* via *spray drying* visando a aplicação em formulações cosméticas

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Farmácia da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Mestre em Farmácia.

Orientadora: Profª. Drª. Giovana Carolina Bazzo

Florianópolis,

2026

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Duarte, Matheus Luis
Microencapsulação do óleo essencial de Cymbopogon flexuosus via spray drying visando a aplicação em formulações cosméticas / Matheus Luis Duarte ; orientadora, Giovana Carolina Bazzo, 2026.
84 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde, Programa de Pós-Graduação em Farmácia, Florianópolis, 2026.

Inclui referências.

1. Farmácia. 2. Microencapsulação. 3. Cymbopogon flexuosus. 4. Óleos essenciais. 5. Estudo de estabilidade. I. Bazzo, Giovana Carolina. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Farmácia. III. Título.

Matheus Luis Duarte

Microencapsulação do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* via *spray drying* visando a aplicação em formulações cosméticas

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Profª Bianca Ramos Pezzini, Drª.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Pedro Luiz Manique Barreto, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Farmácia.



Documento assinado digitalmente
Hellen Karine Stulzer Koerich
Data: 23/04/2026 13:06:29-0300
CPF: ***.715.259-**
Verifique as assinaturas em https://v.ufsc.br

_____

Profª. Hellen Karine Stulzer Koerich, Drª.
Coordenadora do Programa



Documento assinado digitalmente
Giovana Carolina Bazzo
Data: 22/04/2026 10:04:28-0300
CPF: ***.916.449-**
Verifique as assinaturas em https://v.ufsc.br

_____

Profª Giovana Carolina Bazzo, Drª.
Orientadora

Florianópolis, 2026

AGRADECIMENTOS

Gostaria de registrar formalmente meu agradecimento ao programa de pós-graduação em Farmácia. À FAPESC, pelo fomento ao meu mestrado através de uma bolsa de pesquisa. Também, à UFSC propriamente e ao Laboratório de Controle de Qualidade. O espaço e a oportunidade que tive durante minha pesquisa foram chaves para um período de produtividade e crescimento.

À minha orientadora, Profª Drª Giovana Bazzo, que me acolheu desde o primeiro momento. Dentre tantas coisas que tive o prazer de aprender contigo, o que mais me inspirou foi sua empatia, ética e carisma. Foi absolutamente fácil ser seu orientando, e tenho muito orgulho e carinho pela pesquisa que geramos em equipe.

A todos os colegas que fiz em disciplinas, às amizades que construí no LabCQ e aos professores que se fizeram dispostos a contribuir com a pesquisa. Aos meus amigos espalhados pela Ilha da Magia.

Agradeço com muito carinho às minhas amigas Érica, Lauren e Luana, pela torcida na reta final de meu mestrado. Guardo comigo fotografias mentais de vocês prestando o apoio que eu precisava e deixava em segredo.

À minha grande salvação, Thalía Sborz. Te agradeço por estar comigo sempre. Eu não consigo pensar em nenhuma conquista sem você nos bastidores.

Ao Matheus Luis Duarte, por ter se tornado, antes de tudo, um mestre na arte de enxergar a vida como uma grande oportunidade. A viagem está incrível e eu mal posso esperar para descobrir onde você irá nos levar.

RESUMO

Os óleos essenciais têm sido investigados como alternativas naturais aos conservantes sintéticos em formulações cosméticas, devido às suas propriedades antimicrobianas e antioxidantes. Entretanto, sua volatilidade, instabilidade e baixa solubilidade em água limitam sua aplicação direta. Nesse contexto, a microencapsulação por spray drying surge como estratégia para estabilizar e viabilizar o uso desses compostos. O presente trabalho teve como objetivo selecionar um óleo essencial (OE) com potencial cosmético e desenvolver micropartículas com diferentes polímeros de parede de origem natural. O OE de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão) apresentou o melhor equilíbrio entre atividade antioxidante e antimicrobiana, e as micropartículas produzidas com goma arábica apresentaram elevado teor de óleo encapsulado (≈82%). A microencapsulação não promoveu perda significativa de atividade antioxidante e antimicrobiana, mantendo valores equivalentes ao óleo não encapsulado (55,2 ± 4,5% para as micropartículas e 51,0 ± 1,6% para o óleo livre). Após 60 dias sob estresse térmico (50 °C), o óleo livre reduziu sua atividade antioxidante para 25,5 ± 0,3%, enquanto as micropartículas mantiveram 44,2 ± 0,8% ($p < 0,0001$). Sob radiação UV, os valores foram 32,9 ± 0,4% e 46,2 ± 0,8% ($p < 0,001$), respectivamente. Incorporadas em óleo de amêndoas doce, as micropartículas apresentaram menor formação de produtos oxidativos ao longo do estudo de estabilidade térmica acelerada, evidenciando melhor estabilidade oxidativa. Paralelamente, no teste de eficácia conservante em gel-base de HPMC, tanto formulações contendo as micropartículas quanto o óleo livre atenderam aos critérios farmacopéicos. Os resultados demonstram que a microencapsulação por spray drying preserva a funcionalidade e amplia a estabilidade do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus*, reforçando seu potencial como ingrediente conservante de origem natural para formulações cosméticas.

Palavras-chave: *Cymbopogon flexuosus*, microencapsulação, spray drying, estabilidade, conservantes naturais, cosméticos.

ABSTRACT

Essential oils have been investigated as natural alternatives to synthetic preservatives in cosmetic formulations due to their antimicrobial and antioxidant properties. However, their high volatility, chemical instability, and low aqueous solubility limit their direct application. In this context, spray-drying microencapsulation emerges as a technological strategy to enhance the stability and applicability of these compounds. The present study aimed to select an essential oil (EO) with cosmetic potential and to develop microparticles using different natural polymeric wall materials. *Cymbopogon flexuosus* (lemongrass) essential oil demonstrated the best balance between antioxidant and antimicrobial activity. Microparticles produced with gum arabic exhibited a high encapsulation efficiency (≈82%). Microencapsulation did not result in significant loss of antioxidant or antimicrobial activity, maintaining values comparable to the non-encapsulated oil (55.2 ± 4.5% for microparticles and 51.0 ± 1.6% for free oil). After 60 days under thermal stress (50 °C), the free oil showed a reduction in antioxidant activity to 25.5 ± 0.3%, whereas microparticles retained 44.2 ± 0.8% ($p < 0.0001$). Under UV radiation, antioxidant activity values were 32.9 ± 0.4% for free oil and 46.2 ± 0.8% for microparticles ($p < 0.001$). When incorporated into sweet almond oil, microparticles exhibited lower formation of oxidative products during accelerated thermal stability testing, indicating improved oxidative stability. Additionally, in preservative efficacy testing using an HPMC-based gel, formulations containing either microparticles or free oil met pharmacopoeial acceptance criteria. The results demonstrate that spray-drying microencapsulation preserves the functional properties and enhances the stability of *Cymbopogon flexuosus* essential oil, reinforcing its potential as a natural preservative ingredient for cosmetic formulations.

Keywords: *Cymbopogon flexuosus*, microencapsulation, spray drying, stability, natural preservatives, cosmetics.

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 1

Figura 1 - Fluxo de trabalho para a seleção do óleo essencial a ser encapsulado...33

CAPÍTULO 2

Figure 1. Oil content of LEO-loaded microparticles prepared with different wall materials……..53

Figure 2. FTIR spectra of free lemongrass essential oil (LEO), pure polysaccharides (gum arabic, hydroxypropyl methylcellulose, and hyaluronic acid), their physical mixtures (LEO + polymer), and LEO-loaded microparticles……...55

Figure 3. Scanning electron microscopy (SEM) micrographs of formulations H2 (HPMC), A2 (hyaluronic acid), and G2 (gum arabic) at 600× and 1,400×……...57

Figure 4. Changes in antioxidant activity (%) of free lemongrass essential oil (LEO) and LEO-loaded microparticles (LEO-MPs) during 60 days of storage under thermal (A) and UV light (B) stress conditions……...58

Figure 5. MIC values of free and microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* essential oil under thermal (A) and UV (B) stress at baseline (T0) and after 60 days (T60).....62

Figure 6. Thermogravimetric analysis (TGA) of free and spray-dried microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* essential oil: (A) TG curves and (B) derivative thermogravimetric (DTG) profiles……...65

Figure 7. Evolution of peroxide value (PV) of almond oil systems during storage at 50 to 60 °C. O1: control oil; O2: oil containing free LEO; O3: oil containing LEO-MPs. Values are expressed as mean ± SD (n = 3).....67

Figure 8. p-Anisidine values (p-AV) of sweet almond oil systems during accelerated thermal storage: control (O1), oil containing LEO (O2), and oil containing LEO-MPs (O3) at 0, 115, and 145 days……...…69

Figure 9. Microbial survival curves (log_{10} CFU g^{-1}) during preservative efficacy testing of HPMC gel formulations challenged with (A) *Staphylococcus aureus*, (B) *Escherichia coli*, (C) *Candida albicans*, and (D) *Pseudomonas aeruginosa*. Control corresponds to contaminated gel without preservative……...……73

LISTA DE TABELAS

CAPÍTULO 1

Tabela 1 - Atividade antioxidante (%) de diferentes óleos essenciais através do método de DPPH……...34

Tabela 2 - Mínima concentração inibitória (µg/mL) dos óleos essenciais frente a diferentes microrganismos……...35

Tabela 3 - Composição química do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* determinada por cromatografia gasosa…….37

CAPÍTULO 2

Table 1. Chemical composition of *Cymbopogon flexuosus* essential oil determined by gas chromatography……,,,,,…..45

Table 2. Feed formulations for spray-drying microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil……...46

Table 3. Feed formulations and spray-drying process conditions for *Cymbopogon flexuosus* essential oil microencapsulation……47

Table 4. Antioxidant activity (%) of free essential oil and microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* determined by the DPPH assay……59

Table 5. MIC values (µg/mL) of free LEO and LEO-loaded microparticles against tested microorganisms……..60

Table 6. Kinetic parameters of lipid oxidation in sweet almond oil systems fitted to zero-order and first-order models……..70

Table 7. Microbial recovery (log_{10} CFU/g) during the 28-day preservative efficacy test of HPMC gel formulations containing free and microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* essential oil (LEO)……...72

LISTA DE QUADROS

CAPÍTULO 1

Quadro 1 - Óleos essenciais adquiridos para o estudo (Harmonie Aromaterapia).....29

Quadro 2 - Visão geral da triagem antioxidante e antimicrobiana dos óleos essenciais de *C. flexuosus* e *C. odorata*……36

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA – Atividade antioxidante

ATCC – American Type Culture Collection (Coleção Americana de Culturas Tipo)

CA-EQA/UFSC – Central de Análises do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Santa Catarina

CFU – Unidades formadoras de colônia (Colony Forming Units)

CLSI – Clinical and Laboratory Standards Institute (Instituto de Padrões Clínicos e Laboratoriais)

DPPH – 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl)

EO – Óleo essencial (Essential oil)

FRAP – Poder antioxidante redutor do ferro (Ferric Reducing Antioxidant Power)

FTIR – Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

GC – Cromatografia gasosa (Gas Chromatography)

HPMC – Hidroxipropilmetilcelulose (Hydroxypropyl methylcellulose)

LEO – Óleo essencial de capim-limão (Lemongrass essential oil)

LEO-MPs – Micropartículas contendo óleo essencial de capim-limão (Lemongrass essential oil microparticles)

MHA – Ágar Mueller–Hinton (Mueller–Hinton Agar)

MHB – Caldo Mueller–Hinton (Mueller–Hinton Broth)

MIC – Concentração inibitória mínima (Minimum Inhibitory Concentration)

MPs – Micropartículas (Microparticles)

ODS – Objetivos de Desenvolvimento Sustentável

OE – Óleo essencial

OEs – Óleos essenciais

O/W – Óleo-em-água (Oil-in-water)

PCA – Ágar contagem de placas (Plate Count Agar)

R^2 – Coeficiente de determinação (Coefficient of determination)

SDA – Ágar Sabouraud dextrose (Sabouraud Dextrose Agar)

SDB – Caldo Sabouraud dextrose (Sabouraud Dextrose Broth)

SEM – Microscopia eletrônica de varredura (Scanning Electron Microscopy)

TGA – Análise termogravimétrica (Thermogravimetric Analysis)

TTC – Cloreto de 2,3,5-trifeniltetrazólio (2,3,5-triphenyltetrazolium chloride)

UV – Ultravioleta (Ultraviolet)

UV-Vis – Espectrofotometria no ultravioleta-visível

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO GERAL……..……..13

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA……..…...16

2.1 Óleos Essenciais……...……...……..16
2.1.1 Aspectos biológicos e químicos dos óleos essenciais……..….. 16
2.2 Panorama do mercado global e brasileiro de óleos essenciais……..……17
2.3 Uso industrial e substituições tecnológicas……..……..18
2.4 Impacto socioeconômico e custos……..……19
2.5 Microencapsulação de óleos essenciais……..…....20
2.6 Óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão) e sua potencial aplicação em cosméticos……20
REFERÊNCIAS……...……..……24
3 Objetivos……..……..26
3.1 Objetivo Geral……..……26
3.2 Objetivos Específicos…….……27
CAPÍTULO 1 - Triagem de Óleos Essenciais……28
1.Materiais e Métodos……29
1.1 Triagem de óleos essenciais……30
1.1.2 Avaliação da atividade antioxidante……30
1.1.3 Avaliação da atividade antimicrobiana……31
2. RESULTADOS……..…32
2.1 Triagem dos óleos essenciais……..……...32
2.2 Avaliação da atividade antioxidante……33
2.3 Avaliação da atividade antimicrobiana……..34
2.4 Análise integrada da triagem……35
2.5 Seleção do óleo essencial de *Cymbopogon* flexuosus……36
REFERÊNCIAS……37
CAPÍTULO 2 - Artigo para submissão……..……40
CONSIDERAÇÕES FINAIS……83

1. INTRODUÇÃO GERAL

Óleos essenciais (OEs) são misturas complexas de compostos orgânicos voláteis extraídos de diferentes partes das plantas, constituídos majoritariamente por monoterpenos, sesquiterpenos e seus derivados oxigenados. Essa diversidade estrutural está associada a um amplo espectro de atividades biológicas, incluindo ação antimicrobiana, antifúngica e antioxidante, o que tem impulsionado seu interesse nas áreas farmacêutica e cosmética. Dentre esses compostos, destaca-se o óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão), rico em citral, reconhecido por sua atividade frente a microrganismos de relevância clínica e cosmética, como *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* e *Candida albicans*. Além da contribuição de seus constituintes majoritários, interações sinérgicas entre os diversos componentes do óleo podem potencializar sua eficácia biológica, ampliando seu potencial como ativo multifuncional em formulações tópicas (CHEN et al., 2024; RAIS et al., 2025; YUŞUPOVA et al., 2026).

Apesar desse potencial, a indústria cosmética permanece amplamente dependente de conservantes sintéticos para assegurar estabilidade microbiológica ao longo da vida útil dos produtos. Compostos como parabenos, triclosan e outros biocidas de amplo espectro são utilizados de forma consolidada devido à sua eficácia e previsibilidade tecnológica. Entretanto, evidências ambientais recentes indicam que parte desses compostos é classificada como contaminante emergente, em razão de sua detecção recorrente em efluentes urbanos e corpos d'água superficiais, bem como do potencial de bioacumulação em organismos aquáticos (SILVEIRA et al., 2024; XU et al., 2025). Estudos demonstram que a remoção desses compostos em estações convencionais de tratamento de esgoto pode ser incompleta, contribuindo para sua presença contínua em matrizes ambientais.

Além da persistência ambiental, análises ecotoxicológicas recentes relatam que concentrações ambientalmente relevantes de compostos com atividade antimicrobiana podem exercer pressão seletiva significativa sobre comunidades microbianas aquáticas, favorecendo alterações estruturais no resistoma ambiental e possíveis impactos fisiológicos em organismos expostos (FLORES-VARGAS; BERGSVEINSON; KORBER, 2024). Paralelamente, a literatura científica tem

destacado a importância da integração entre dados ecotoxicológicos e análicas de microbioma para o monitoramento da resistência antimicrobiana ambiental, reforçando a necessidade de racionalização do uso de biocidas não terapêuticos (MAKUMBI et al., 2024).

A exposição ambiental contínua a compostos com atividade antimicrobiana pode atuar como fator de pressão seletiva em comunidades microbianas aquáticas, favorecendo mecanismos adaptativos e possível co-seleção de genes associados à tolerância antimicrobiana (SOUSA, 2025; ZHAI et al., 2025). Embora a contribuição quantitativa específica de conservantes cosméticos para esse fenômeno ainda esteja em investigação, a redução da carga ambiental de antimicrobianos sintéticos tem sido considerada componente complementar às estratégias globais de mitigação da resistência antimicrobiana.

Sob a perspectiva da sustentabilidade industrial, revisões recentes sobre química verde e desenvolvimento sustentável no setor cosmético apontam que muitos conservantes amplamente empregados são derivados de rotas sintéticas baseadas em intermediários petroquímicos. Nesse contexto, a transição gradual para matérias-primas renováveis tem sido discutida como estratégia para redução da dependência de recursos fósseis e alinhamento a modelos de economia circular (SASOUNIAN et al., 2024; AMIN et al., 2024). Avaliações de ciclo de vida aplicadas a ingredientes cosméticos indicam que etapas de síntese química, consumo energético e uso de solventes orgânicos podem representar hotspots ambientais relevantes em determinadas cadeias produtivas, reforçando a importância de análises comparativas robustas entre alternativas sintéticas e renováveis (RODRIGUES et al., 2024).

Nesse cenário, óleos essenciais emergem como candidatos promissores a sistemas conservantes de origem vegetal, capazes de combinar atividade antimicrobiana e antioxidante. Contudo, sua aplicação direta em formulações cosméticas apresenta desafios farmacotécnicos significativos. Por serem compostos lipofílicos e altamente voláteis, tendem a apresentar baixa miscibilidade em sistemas aquosos, favorecendo separação de fases, distribuição heterogênea do ativo e variações na intensidade de fragrância ao longo do armazenamento. Ademais, são suscetíveis à oxidação, degradação térmica e fotodegradação, podendo ocasionar

alterações indesejadas de cor, odor e estabilidade da formulação, comprometendo padronização, eficácia funcional e aceitabilidade sensorial (SÁNCHEZ-OSORNO et al., 2023).

Diante dessas limitações, a microencapsulação surge como estratégia capaz de proteger o óleo essencial contra degradação, reduzir volatilização e promover liberação controlada, favorecendo maior estabilidade e homogeneidade na formulação. A opção por sistemas microencapsulados, em vez de nanoestruturas, é particularmente adequada quando o objetivo é o controle microbiológico, já que conservantes devem atuar na fase contínua do produto, sem necessidade de penetração cutânea profunda. Além disso, micropartículas obtidas por spray drying apresentam alta viabilidade de escalonamento e compatibilidade com processos industriais consolidados, reforçando sua aplicabilidade na indústria cosmética (PUDŽIUVELYTĖ et al., 2025; QUISPE-SANCHEZ et al., 2025).

Assim, esta pesquisa propôs o desenvolvimento de um produto intermediário baseado no óleo essencial microencapsulado de *Cymbopogon flexuosus*, com potencial aplicação como conservante e/ou antioxidante em formulações cosméticas, obtido por processo sustentável e escalável. A proposta busca integrar inovação tecnológica, estabilidade funcional e responsabilidade ambiental. Sob a perspectiva da sustentabilidade, essa abordagem alinha-se aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável da Organização das Nações Unidas, especialmente o ODS 3 (Saúde e Bem-estar), o ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), o ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis) e o ODS 13 (Ação contra a Mudança Global do Clima), ao promover alternativas renováveis, inovação tecnológica e redução da dependência de insumos petroquímicos.

A presente dissertação foi organizada de forma sequencial, contemplando as etapas investigativas que fundamentaram o desenvolvimento do estudo. O Capítulo 1 apresenta a etapa de triagem e fundamentação inicial, na qual foram avaliados diferentes óleos essenciais com potencial aplicação cosmética, conduzindo, com base em critérios técnico-científicos, à seleção do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* como matéria-prima de interesse. O Capítulo 2, elaborado na forma de um artigo científico, reúne o estudo experimental completo, abrangendo a obtenção das micropartículas, bem como as análises de caracterização físico-química, eficiência

de encapsulação e estabilidade, além da avaliação de seu desempenho em matrizes cosméticas. Por fim, são apresentadas as Conclusões Gerais, que sintetizam os principais achados da pesquisa, destacando suas contribuições científicas e implicações para a aplicação do óleo essencial microencapsulado em sistemas cosméticos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Óleos Essenciais

Os óleos essenciais (OEs) representam uma classe de produtos naturais caracterizados por serem misturas complexas de compostos voláteis hidrofóbicos produzidos por plantas. São formados como parte do metabolismo secundário vegetal, o qual não está diretamente envolvido em processos vitais básicos como crescimento ou reprodução, mas desempenha funções ecológicas e adaptativas importantes. De modo geral, a composição química dos OEs inclui principalmente monoterpenos, sesquiterpenos e seus derivados oxigenados, cuja diversidade está relacionada à espécie de planta, estágio de desenvolvimento e condições ambientais (SOUSA et al., 2022) .

2.1.1 Aspectos biológicos e químicos dos óleos essenciais

Do ponto de vista biológico, os óleos essenciais são sintetizados em estruturas secretoras especializadas, como tricomas glandulares, localizados em folhas, flores e caules de plantas aromáticas (ELSHAFIE; CAMELE, 2024). Essas secreções químicas desempenham papel fundamental nos mecanismos de defesa vegetal, contribuindo para a proteção contra herbívoros, microrganismos patogênicos e diferentes estresses ambientais, além de participarem de processos de comunicação química entre organismos no ecossistema (ELSHAFIE; CAMELE, 2024; DE SOUSA et al., 2024). No ambiente natural, as plantas produtoras de óleos essenciais ocupam nichos ecológicos nos quais esses metabólitos secundários atuam como mediadores de interações bióticas e abióticas, podendo atrair polinizadores, repelir herbívoros e modular comunidades microbianas associadas ao seu entorno (SILVA; CARDOSO; BATISTA, 2025). Essas funções evidenciam a

relevância evolutiva dos óleos essenciais para a sobrevivência, adaptação e competitividade das espécies vegetais.

A obtenção dos óleos essenciais é realizada por métodos de extração que preservam os compostos voláteis, sendo a destilação a vapor a técnica mais amplamente utilizada. Esse processo separa os compostos aromáticos da matriz vegetal sem causar degradação térmica significativa (BRAH et al., 2024; ZHANG et al., 2025). A composição química resultante é essencial para determinar as propriedades funcionais e aplicações industriais dos OEs, visto que pequenas variações de constituintes podem alterar significativamente a atividade biológica de um óleo (DE SOUSA et al., 2024).

Além disso, a elevada diversidade química desses compostos está diretamente relacionada à multiplicidade de propriedades biológicas descritas em estudos pré-clínicos, incluindo atividades antimicrobiana, antioxidante, anti-inflamatória e antitumoral (DE SOUSA et al., 2024).

2.2 Panorama do mercado global e brasileiro de óleos essenciais

O mercado global de óleos essenciais tem apresentado forte crescimento impulsionado pela crescente demanda por produtos naturais, sustentáveis e de origem vegetal. De acordo com dados da Grand View Research, esse setor atingiu aproximadamente USD 25,86 bilhões em 2024, refletindo a consolidação dos óleos essenciais em segmentos como alimentos, cosméticos, produtos de cuidado pessoal e aromaterapia, além de aplicações farmacêuticas. As projeções indicam que o mercado pode alcançar cerca de USD 48,24 bilhões até 2034, correspondendo a uma taxa de crescimento anual composta estimada em torno de 7,3% (GRAND VIEW RESEARCH, 2025). Na América Latina, as exportações de óleos essenciais alcançaram aproximadamente 49 mil toneladas em 2024, com o Brasil respondendo por cerca de 67% desse volume, evidenciando o papel estratégico do país na cadeia global de produção e exportação desses insumos naturais (INDEXBOX, 2024).

No contexto brasileiro, o mercado de aromaterapia, um segmento representativo da demanda por OE, gerou receitas da ordem de USD 187,7 milhões em 2023, com previsão de crescimento para cerca de USD 335,7 milhões até 2030,

apresentando um crescimento médio anual estimado em 8,7% (GRAND VIEW RESEARCH, 2025a). Já o mercado de OE no Brasil alcançou cerca de USD 689,79 milhões em 2024, com projeção de crescer para USD 1,397 bilhão até 2033, sob uma taxa média anual de cerca de 8,23% (DEEP MARKET INSIGHTS, 2025). Esses números refletem não apenas crescimento no consumo interno, mas também aumento da produção e competitividade no comércio internacional.

2.3 Uso industrial e substituições tecnológicas

O crescimento econômico associado aos óleos essenciais está diretamente relacionado à ampliação de suas aplicações industriais, impulsionada pela busca por ingredientes naturais, multifuncionais e alinhados aos princípios de sustentabilidade. Além do uso consolidado em perfumaria e aromaterapia, os óleos essenciais têm sido amplamente investigados como alternativas naturais a conservantes sintéticos em alimentos, cosméticos e produtos farmacêuticos, em virtude de suas atividades antimicrobiana e antioxidante. Diversos estudos demonstram que compostos bioativos presentes nos óleos essenciais exibem ação frente a uma ampla gama de microrganismos, podendo atuar isoladamente ou de forma sinérgica com outros agentes, o que possibilita a redução da concentração ou até a substituição de conservantes químicos tradicionalmente empregados, como parabenos, formaldeído e seus derivados (DE SOUSA et al., 2024; BIBOW; OLESZEK, 2024; CHATTERJEE et al., 2024).

No setor de alimentos, pesquisas recentes indicam o uso de óleos essenciais em sistemas de embalagem ativa e filmes bioativos, capazes de retardar o crescimento microbiano e os processos oxidativos, prolongando a vida útil dos produtos e reduzindo perdas pós-processamento. Essa abordagem representa uma alternativa ecologicamente sustentável ao uso exclusivo de aditivos sintéticos, ao mesmo tempo em que atende às exigências regulatórias e à crescente demanda do consumidor por produtos com rótulos mais limpos (“clean label”) (BIBOW; OLESZEK, 2024; QUISPE-SÁNCHEZ et al., 2025). Em cosméticos, os óleos essenciais têm sido explorados tanto como agentes conservantes naturais quanto como substitutos de fragrâncias artificiais, contribuindo para formulações com menor

carga química sintética e perfil sensorial e de segurança mais favorável, especialmente em produtos de uso tópico e dermocosméticos (DE SOUSA et al., 2024; SHANG et al., 2024).

Adicionalmente, estudos vêm apontando o potencial dos óleos essenciais como agentes auxiliares em estratégias para mitigação da resistência antimicrobiana, seja por efeito direto sobre microrganismos resistentes ou por atuação sinérgica com antibióticos convencionais, permitindo a redução de doses e retardando o desenvolvimento de resistência. Embora as evidências clínicas ainda sejam limitadas, os resultados pré-clínicos e *in vitro* reforçam o interesse desses compostos como ferramentas complementares em abordagens terapêuticas inovadoras (DE SOUSA et al., 2024; BIBOW; OLESZEK, 2024; MA et al., 2024).

2.4 Impacto socioeconômico e custos

O uso de OE em substituição a conservantes ou aditivos sintéticos pode gerar impactos econômicos positivos e desafios de custo. Por um lado, a produção de OE pode acrescentar valor às cadeias produtivas agrárias, especialmente em países com biodiversidade rica como o Brasil, estimulando atividades de agricultura sustentável, geração de empregos e exportações. O aproveitamento de subprodutos agrícolas, como cascas de frutas para extração de óleo essencial, também representa uma estratégia de agregação de valor à produção existente. A substituição de conservantes sintéticos por OE pode reduzir custos de formulação a longo prazo, especialmente se a adoção de OE resultar em maior aceitação dos consumidores e menor necessidade de ingredientes múltiplos (CHEN et al., 2024; RAIS et al., 2025; YUŞUPOVA et al., 2026).

Por outro lado, existem custos associados à produção e extração de OE, que podem ser mais elevados devido à necessidade de matéria-prima vegetal em volume maior para obter quantidades comparáveis de compostos ativos, além de custos ligados à padronização, qualidade e estabilidade dos produtos finais. Tecnologias como nanoencapsulação podem melhorar a eficácia e reduzir a volatilidade de OE, mas adicionam custos tecnológicos às formulações (CHHETRI et

al., 2025; MAURYA; YADAV; SONI et al., 2024). As propriedades farmacológicas dos óleos essenciais têm sido foco de intensas pesquisas devido ao seu potencial como fontes de moléculas bioativas com aplicações terapêuticas. Estudos recentes mostram que esses compostos podem interagir com múltiplos alvos biológicos, influenciando processos inflamatórios, estresse oxidativo, crescimento celular e até mecanismos ligados ao metabolismo de doenças crônicas (DE SOUSA, 2023; QNEIBI et al., 2024; LI et al., 2025). Essa versatilidade abre possibilidades para o desenvolvimento de novos fármacos ou adjuvantes terapêuticos, especialmente em áreas como inflamação crônica, infecções e distúrbios metabólicos.

2.5 Microencapsulação de óleos essenciais

Os óleos essenciais apresentam amplo interesse tecnológico em função de suas propriedades antimicrobianas, antioxidantes e aromáticas, sendo amplamente explorados em diferentes setores industriais. No entanto, sua elevada volatilidade, baixa solubilidade em água e alta sensibilidade a fatores ambientais, como luz, oxigênio e temperatura, tornam esses compostos particularmente suscetíveis à degradação durante o processamento e o armazenamento, o que limita sua aplicação em sistemas aquosos e reduz sua estabilidade funcional. Nesse contexto, a microencapsulação surge como uma estratégia eficaz para a estabilização de óleos essenciais, uma vez que permite a proteção dos compostos voláteis contra condições adversas, reduz a perda por volatilização e minimiza processos de oxidação (ALTAY et al., 2022).

Entre as técnicas disponíveis, a microencapsulação por spray drying destaca-se por sua viabilidade industrial, simplicidade operacional e custo relativamente reduzido. Esse processo possibilita a incorporação do óleo essencial em uma matriz polimérica, formando partículas secas com maior estabilidade físico-química e potencial para liberação controlada dos compostos bioativos. A escolha adequada dos materiais de parede, bem como o controle das propriedades da emulsão e das condições de secagem, exerce influência direta sobre a eficiência de encapsulação, a retenção de compostos voláteis e o desempenho funcional das micropartículas. Dessa forma, a microencapsulação por spray drying não apenas contribui para a preservação da atividade biológica dos óleos essenciais, mas

também amplia suas possibilidades de aplicação e agrega valor tecnológico aos sistemas formulados (ALTAY et al., 2022).

2.6 Óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão) e sua potencial aplicação em cosméticos

O óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão) tem sido amplamente investigado devido à sua composição química característica, dominada por monoterpenos oxigenados, especialmente o citral (mistura de geranial e neral), responsável tanto por seu perfil aromático quanto por grande parte de suas propriedades biológicas (DE SOUSA et al., 2023; KOLA-MUSTAPHA et al., 2023). Na área cosmética, esse óleo desperta interesse não apenas como fragrância, mas como ingrediente funcional, dada a evidência consistente de atividade antimicrobiana, antioxidante e anti-inflamatória descrita na literatura científica (DE SOUSA et al., 2023; YUŞUPOVA et al., 2026).

Do ponto de vista bioativo, diversos estudos demonstram que o óleo essencial de *C. flexuosus* apresenta ação contra microrganismos relevantes para a contaminação de produtos cosméticos, incluindo bactérias Gram-positivas, Gram-negativas e fungos, atuando principalmente por desorganização da membrana celular, alteração da permeabilidade e interferência em sistemas enzimáticos essenciais. Essa atividade, associada à presença de compostos com capacidade antioxidante, posiciona o óleo como um candidato promissor para aplicações que vão além da perfumaria, incluindo sua exploração como agente conservante natural (KOLA-MUSTAPHA et al., 2023).

Além da atividade antimicrobiana, o OE de capim-limão possui também atividade antioxidante que pode ser atribuída à presença de compostos bioativos, como citral, geraniol e citronelal (KURJAK; SHAHID et al., 2022; CABALLERO-GALLARDO et al., 2022). Sendo assim, também apresenta potencial aplicação como agente antioxidante em formulações cosméticas, ao prevenir a oxidação das fases oleosas e, consequentemente, evitar alterações nas características organolépticas dos produtos decorrentes desta oxidação (CABALLERO-GALLARDO et al., 2022).

Nesse contexto, a microencapsulação do óleo essencial de *C. flexuosus* configura-se como uma estratégia tecnológica fundamental para viabilizar sua aplicação efetiva em formulações cosméticas, ao permitir a estabilização do ativo e a manutenção de sua atividade biológica ao longo do tempo. Em sistemas cosméticos, a simples incorporação de óleos essenciais enfrenta limitações relacionadas à volatilidade, à instabilidade oxidativa, à baixa dispersibilidade em matrizes predominantemente aquosas e às exigências regulatórias associadas à reprodutibilidade do produto final. A microencapsulação atua diretamente sobre essas limitações ao favorecer a incorporação homogênea do óleo essencial na matriz cosmética e ao reduzir sua perda por volatilização e degradação durante o processamento e o armazenamento. No contexto da preservação microbiológica, essa estratégia contribui para a manutenção da disponibilidade do agente antimicrobiano na fase contínua da formulação ao longo do tempo, evitando a rápida depleção do óleo essencial e a consequente perda de eficácia conservante. Dessa forma, a microencapsulação possibilita que o óleo essencial exerça sua atividade antimicrobiana de maneira mais estável e reprodutível no sistema cosmético como um todo, característica essencial para sua aplicação como componente de sistemas conservantes (MELO et al., 2022; ALENCAR et al., 2022).

A microencapsulação do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* tem sido descrita como uma estratégia eficaz para aumentar a estabilidade físico-química, reduzir perdas por volatilização e preservar a atividade biológica de seus constituintes majoritários. Melo et al. (2022) demonstraram que a microencapsulação por spray drying utilizando goma arábica resultou em eficiência de encapsulação de até 88%, com manutenção significativa da atividade antioxidante avaliada pelos ensaios DPPH e FRAP, além de preservação da atividade antimicrobiana quando comparada ao óleo livre. Os autores também observaram maior estabilidade térmica das micropartículas, evidenciando a proteção conferida pela matriz polimérica (MELO et al., 2022).

De maneira complementar, Liu et al. (2025) relataram que a encapsulação do óleo essencial de *C. flexuosus* em hidroxi-propil-β-ciclodextrina por técnica assistida por ultrassom promoveu aumento expressivo da estabilidade térmica, com deslocamento do principal evento de degradação para temperaturas superiores a

300 °C, além de liberação controlada dos compostos voláteis. O estudo demonstrou que a formação de complexos de inclusão contribuiu para reduzir a volatilidade e modular a disponibilidade do citral, favorecendo a aplicação tecnológica do óleo (LIU et al., 2025).

Adicionalmente, Shalaby et al. (2025) verificaram que sistemas nanoencapsulados apresentaram eficiência de encapsulação entre 52% e 84%, com partículas na faixa submicrométrica e maior persistência da atividade biológica quando comparados ao óleo não encapsulado. Os resultados indicam que a encapsulação não apenas protege os compostos bioativos, mas também pode potencializar sua eficácia funcional, provavelmente em função da liberação gradual e da maior estabilidade oxidativa (SHALABY et al., 2025).

Conjuntamente, esses achados reforçam que a microencapsulação do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* constitui uma abordagem tecnológica robusta para superar limitações intrínsecas relacionadas à volatilidade, sensibilidade térmica e susceptibilidade à oxidação, favorecendo sua incorporação em formulações que demandam estabilidade, segurança e manutenção da atividade antioxidante ao longo do armazenamento.

Embora existam trabalhos descrevendo o preparo e a caracterização de micropartículas contendo OE de capim-limão, nenhum deles tem como objetivo avaliar a estabilidade dessas micropartículas nem sua incorporação em formulações ou matrizes cosméticas. Como exemplos, pode-se citar os estudos de Melo et al. (2022) e Alencar et al. (2022) que investigaram a microencapsulação do OE de capim-limão por secagem por atomização, avaliando diferentes materiais de revestimento e condições de processo. Melo e colaboradores verificaram que micropartículas preparadas apenas com goma arábica apresentaram melhor eficiência de encapsulação e maior potencial de aplicação do que aquelas contendo goma arábica associada à maltodextrina. Já Alencar e colaboradores demonstraram que o uso de maltodextrina e gelatina possibilitou a obtenção de micropartículas com manutenção das atividades antioxidante e antibacteriana, porém observaram que temperaturas mais elevadas durante o processo de spray drying favoreceram a degradação de compostos fenólicos, reduzindo o potencial antioxidante.

REFERÊNCIAS

ALENCAR, E. R.; et al. Spray drying microencapsulation of lemongrass essential oil: influence of wall materials and process conditions on antioxidant and antibacterial activities. *Industrial Crops and Products*, v. 182, 2022.

BIBOW, A.; OLESZEK, W. Essential oils as potential natural antioxidants, antimicrobial, and antifungal agents in active systems. *Antibiotics*, v. 13, n. 12, 2024. https://doi.org/10.3390/antibiotics13121168.

BRAH, A. S.; KUMAR, S.; SINGH, R.; et al. Innovations and modifications of current extraction methods for essential oils: efficiency, sustainability and compositional impact. *SN Applied Sciences*, v. 6, 2024. https://doi.org/10.1007/s42452-024-06100-z.

CABALLERO-GALLARDO, K.; OLIVER-VERBEL, J.; STASHENKO, E. Chemical composition and biological activity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil with potential cosmetic applications. *Molecules*, v. 27, 2022.

CHATTERJEE, S.; et al. Parabens as a double-edged sword: environmental and health concerns. *Science of the Total Environment*, v. 914, 2024. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.169937.

CHEN, T.; et al. Deciphering trends in replacing conventional preservatives with multifunctional antimicrobial ingredients in cosmetics. *International Journal of Cosmetic Science*, 2024.

CHHETRI, S.; ARORA, S.; PARCHA, V.; KUMAR, D.; RAWAT, D. S. Nano encapsulation of an essential oil transpire the therapeutic approach. *Current Pharmaceutical Biotechnology*, v. 26, n. 9, p. 1348–1361, 2025. https://doi.org/10.2174/0113892010291682240423095306.

DE SOUSA, D. P.; DAMASCENO, R. O. S.; AMORATI, R.; et al. Essential oils: chemistry and pharmacological activities. *Biomolecules*, v. 13, n. 7, art. 1144, 2023. https://doi.org/10.3390/biom13071144.

DE SOUSA, D. P.; DAMASCENO, R. O. S.; AMORATI, R.; et al. Essential oils: chemistry and pharmacological activities – Part II. *Biomedicines*, v. 12, n. 6, 2024. https://doi.org/10.3390/biomedicines12061185.

DEEP MARKET INSIGHTS. *Brazil essential oils market size, industry analysis and forecast, 2025–2033*. 2025.

ELSHAFIE, H. S.; CAMELE, I. Plant essential oils with biological activity: chemical composition and ecological roles. *Plants*, v. 13, n. 4, 2024. https://doi.org/10.3390/plants13040612.

GRAND VIEW RESEARCH. *Brazil aromatherapy market size & outlook, 2025–2030*. San Francisco: Grand View Research, 2025a.

GRAND VIEW RESEARCH. *Essential oils market size, share & trends analysis report by product, by application, and segment forecasts, 2025–2034*. San Francisco: Grand View Research, 2025b.

KOLA-MUSTAPHA, A. T.; AJAO, A. A.; ADEWUSI, E. A.; et al. Chemical composition and antimicrobial activity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil against selected pathogenic microorganisms. *Molecules*, v. 28, 2023. https://doi.org/10.3390/molecules28145328.

KURJAK, D.; SHAHID, M.; et al. Antioxidant potential of essential oils rich in citral, geraniol and citronellal. *Plants*, v. 11, 2022.

LI, X.; et al. Advances in essential oils for metabolic diseases: mechanisms and therapeutic potential. *Frontiers in Pharmacology*, v. 16, 2025. https://doi.org/10.3389/fphar.2025.1423509.

LIU, X.; et al. Ultrasonic-assisted encapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil in hydroxypropyl-β-cyclodextrin: thermal stability and controlled release. *Food Hydrocolloids*, v. 149, 2025.

MAURYA, A.; YADAV, A.; SONI, M.; et al. Nanoencapsulated essential oils for post-harvest preservation of stored cereals: a review. *Foods*, v. 13, n. 24, art. 4013, 2024. https://doi.org/10.3390/foods13244013.

MELO, A. A.; et al. Microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil by spray drying using gum arabic: physicochemical characterization and bioactivity evaluation. *Food Chemistry*, v. 373, 2022.

QNEIBI, M.; et al. A comprehensive review of essential oils and their pharmacological properties. *Molecules*, v. 29, 2024. https://doi.org/10.3390/molecules29040783.

QUISPE-SÁNCHEZ, L.; et al. Microencapsulation and incorporation of essential oils into bioactive films for food preservation: recent advances. *Food Chemistry*, v. 430, 2025. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.137215.

RAIS, R.; et al. Harnessing essential oils for sustainable food preservatives: current perspectives. *Foods*, 2025.

SÁNCHEZ-OSORNO, D. M.; LOPEZ-JARAMILLO, P.; CAICEDO PAZ, A. V.; MARTÍNEZ GALÁN, J. P. Recent advances in the microencapsulation of essential oils, lipids, and compound lipids through spray drying: a review. *Pharmaceutics*, Basel, v. 15, n. 5, art. 1490, 2023. https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15051490.

SHALABY, E.; et al. Nanoencapsulation of lemongrass essential oil: enhanced stability and sustained biological activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 257, 2025.

SHANG, L.; et al. Recent advances in the cosmetic applications of natural bioactive compounds. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 257, 2024. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.128921.

SILVA, L. N.; CARDOSO, M. G.; BATISTA, L. R. Ecological functions of essential oils in plant–environment interactions. *Industrial Crops and Products*, v. 218, 2025. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2025.118502.

YUŞUPOVA, U.; et al. Essential oils as an alternative to synthetic antiseptics in cosmetics and personal care products. *International Journal of Cosmetic Science*, 2026.

ZHANG, Y.; LIU, H.; WANG, J.; et al. Emerging green extraction technologies for essential oils: advances, challenges and industrial perspectives. *Industrial Crops and Products*, v. 221, 2025. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2025.118743.

3 Objetivos

3.1 Objetivo Geral

Desenvolver e caracterizar micropartículas contendo óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* obtidas por spray drying, avaliando o impacto da microencapsulação sobre a estabilidade, a atividade antioxidante e antimicrobiana, bem como seu potencial de aplicação como ingrediente multifuncional em formulações cosméticas.

3.2 Objetivos Específicos

- Identificar óleos essenciais com simultânea atividade antimicrobiana e antioxidante;
- Desenvolver micropartículas utilizando diferentes polímeros naturais como materiais de parede através da técnica de microencapsulação por spray drying e avaliar o teor de óleo encapsulado;
- Investigar interações químicas entre os polímeros e o óleo essencial puro e encapsulado através de espectroscopia de infravermelho;
- Caracterizar as micropartículas quanto à morfologia através de microscopia eletrônica de varredura;

- Avaliar a atividade antioxidante *in vitro* dos óleos essenciais e das micropartículas;
- Determinar a concentração inibitória mínima (CIM) dos óleos puros e microencapsulados;
- Avaliar a estabilidade térmica do óleo essencial puro e microencapsulado por meio de análise termogravimétrica (TGA), comparando seus perfis de degradação e volatilização;
- Avaliar a estabilidade térmica e a fotoestabilidade dos óleos microencapsulados ao longo do tempo;
- Incorporar as micropartículas em uma matriz oleosa e avaliar sua estabilidade oxidativa em condição de estresse térmico, comparando com o óleo não encapsulado;
- Testar a eficácia como conservante das micropartículas e do óleo essencial puro em um gel-base de HPMC.

CAPÍTULO 1 - Triagem de Óleos Essenciais

Este capítulo descreve a etapa de triagem experimental realizada com o objetivo de identificar um óleo essencial com potencial para substituir conservantes e antioxidantes sintéticos em formulações cosméticas.

Entre os óleos avaliados, o óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão) apresentou o melhor desempenho funcional, sendo selecionado para o processo de microencapsulação. Essa etapa estabelece o fundamento científico da proposta de substituição parcial ou total de conservantes sintéticos por um insumo intermediário (micropartículas) de origem natural e biodegradável, cuja maior facilidade de dispersão em sistemas aquosos favorece sua aplicabilidade tecnológica, além de agregar valor sensorial à formulação.

1. Materiais e Métodos

Os óleos essenciais utilizados neste estudo foram adquiridos da empresa Harmonie Aromaterapia, conforme o Quadro 1. A composição química majoritária dos óleos foi previamente caracterizada por cromatografia gasosa, conforme descrito nas fichas técnicas fornecidas pelo fabricante, em colaboração com a Central de Análises do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Santa Catarina (CA-EQA/UFSC).

Quadro 1 - Óleos essenciais adquiridos para o estudo (Harmonie Aromaterapia).

	Nome científico	Nome popular
1	***Cananga odorata***	Ylang-ylang
2	***Cinnamomum cassia***	Canela
3	***Cymbopogon flexuosus***	Capim-limão, ou lemongrass
4	***Lavandula angustifolia***	Lavanda
5	***Melaleuca alternifolia***	Melaleuca ou tea tree
6	***Mentha piperita***	Hortelã-pimenta

Fonte: Autoral (2026).

O reagente 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH), utilizado nos ensaios de atividade antioxidante, foi adquirido da Fluka (Buchs, Suíça). O corante 2,3,5-trifeniltetrazólio (TTC), empregado como indicador de viabilidade microbiana na determinação da concentração inibitória mínima (MIC), foi obtido da Neon Comercial Ltda. (Brasil).

Os meios de cultura Ágar Mueller–Hinton (MHA) e Ágar Contagem de Placas (PCA) foram adquiridos da KASVI (Brasil), enquanto o Caldo Mueller–Hinton (MHB) foi obtido da Sigma-Aldrich (Estados Unidos). O Ágar Sabouraud Dextrose (SDA) e o Caldo Sabouraud Dextrose (SDB) foram fornecidos pela HiMedia Laboratories (Índia).

1.1 Triagem de óleos essenciais

A seleção dos OEs foi realizada com base em evidências da literatura que descrevem sua atividade antioxidante e antimicrobiana, propriedades consideradas essenciais para a aplicação como ingredientes multifuncionais em formulações cosméticas. Além do desempenho biológico, foram considerados aspectos relacionados à aceitabilidade sensorial e à compatibilidade do perfil olfativo com produtos de uso tópico.

A escolha do OE a ser submetido ao processo de microencapsulação (OE de capim-limão) foi definida a partir dos resultados experimentais obtidos nos ensaios de atividade antioxidante e antimicrobiana que serão descritos na sequência, permitindo uma seleção baseada em critérios funcionais e experimentais.

1.1.2 Avaliação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante (AA) dos óleos essenciais foi avaliada pelo método de sequestro do radical livre DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil), conforme descrito por Brand-Williams et al. (1995), com adaptações de acordo com atualizações metodológicas recentes (APAK et al., 2022). O ensaio baseia-se na capacidade de compostos antioxidantes presentes nos óleos essenciais de reduzir o radical DPPH, resultando em diminuição da absorbância do meio reacional.

A solução de DPPH a 0,2 mM foi preparada pela dissolução de 0,0040 g do reagente em 50 mL de etanol absoluto, sendo mantida protegida da luz devido à fotossensibilidade do composto. A solução foi preparada no dia do ensaio e descartada após o uso. As amostras foram preparadas a partir de uma solução estoque contendo 500 mg de óleo essencial em 50 mL de etanol, resultando em concentração final de 10.000 µg/mL. A partir dessa solução, foram preparadas diluições seriadas em etanol nas concentrações de 5000, 3500, 2000, 1000 e 500 µg/mL.

Para o ensaio, 2 mL de cada diluição foram misturados a 2 mL da solução de DPPH, seguida de incubação por 30 minutos em ambiente escuro, à temperatura

ambiente. Após a incubação, as leituras de absorbância foram realizadas em espectrofotômetro UV-Vis (Kasuaki) a 520 nm. Como branco, utilizou-se uma mistura contendo etanol e solução de DPPH nas mesmas proporções. A atividade antioxidante foi expressa como percentual de sequestro do radical DPPH, calculada conforme a equação:

$$AA\ (\%) = [(Ab - As) / Ab] \times 100,$$

em que *Ab* corresponde à absorbância do branco e *As* à absorbância da amostra.

1.1.3 Avaliação da atividade antimicrobiana

A atividade antimicrobiana dos óleos essenciais foi avaliada pelo método de microdiluição em caldo para a determinação da concentração inibitória mínima (MIC), seguindo as diretrizes do Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI M07-A11 para bactérias e CLSI M27-A4 para leveduras).

Foram utilizadas cepas padrão de referência de *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), *Escherichia coli* (ATCC 25922), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853) e *Candida albicans* (ATCC 1023). As bactérias foram inicialmente cultivadas em Mueller-Hinton Agar para garantir pureza e viabilidade e, posteriormente, transferidas para Mueller-Hinton Broth, sendo incubadas a 35 ± 2 °C por 24 horas para obtenção de culturas em fase logarítmica de crescimento. A levedura *C. albicans* foi cultivada em Sabouraud Dextrose Agar e, em seguida, inoculada em Sabouraud Dextrose Broth, com incubação a 35 ± 2 °C por 48 horas.

Os óleos essenciais foram previamente emulsionados em solução aquosa estéril contendo 0,5% de Tween 80, a fim de favorecer sua dispersão no meio. As diluições seriadas foram preparadas diretamente nas microplacas utilizando solução salina estéril como diluente. As suspensões microbianas foram ajustadas à turbidez correspondente ao padrão 0,5 da escala de McFarland, resultando em concentração final de aproximadamente 5×10^5 UFC/mL em cada poço.

As microplacas foram incubadas a 35 ± 2 °C por 24 horas para bactérias e por até 48 horas para *C. albicans*. A leitura da MIC foi realizada após a adição de cloreto de trifeniltetrazólio (TTC) a 0,5 mg/mL, seguida de incubação adicional por 2

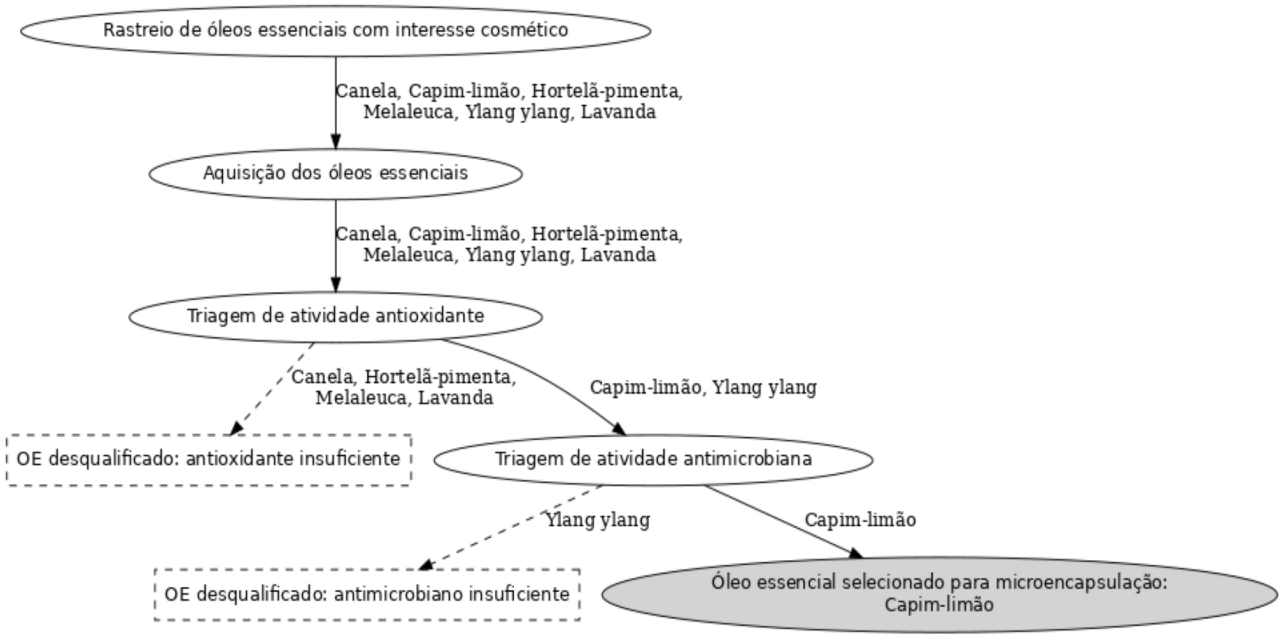
horas. A ausência de coloração rosa-avermelhada foi considerada indicativa de inibição total do crescimento microbiano. Foram incluídos controles de crescimento, esterilidade dos meios, diluentes e reagentes.

2. RESULTADOS

2.1 Triagem dos óleos essenciais

A seleção do óleo essencial a ser microencapsulado foi conduzida a partir de uma triagem funcional considerando simultaneamente a atividade antioxidante e antimicrobiana, propriedades fundamentais para a aplicação como conservante e antioxidante natural em formulações cosméticas (Figura 1). Essas propriedades são amplamente descritas como determinantes para a estabilidade microbiológica e oxidativa de produtos tópicos, especialmente em formulações com apelo natural e redução de conservantes sintéticos (DE SOUSA et al., 2023; ELSHAFIE; CAMELE, 2023).

Figura 1 - Fluxo de trabalho para a seleção do óleo essencial a ser encapsulado.



Fonte: Autoral (2024).

Além do potencial bioativo, foram considerados aspectos de segurança, aceitabilidade sensorial e viabilidade tecnológica, uma vez que óleos essenciais com elevada atividade biológica podem apresentar limitações relacionadas à irritabilidade

cutânea, volatilidade e necessidade de altas concentrações para alcançar eficácia funcional (TISSERAND; YOUNG, 2023; SANTOS et al., 2024).

Inicialmente, foram selecionados óleos essenciais amplamente descritos na literatura por apresentarem propriedades antioxidantes e antimicrobianas relevantes e histórico de aplicação em produtos cosméticos e farmacêuticos, incluindo *Cinnamomum zeylanicum* (canela), *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão), *Cananga odorata* (ylang-ylang), *Lavandula angustifolia* (lavanda), *Mentha piperita* (hortelã-pimenta) e *Melaleuca alternifolia* (tea tree) (NOCERA et al., 2022; DE SOUSA et al., 2023; BIBOW; OLESZEK, 2024).

2.2 Avaliação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante foi utilizada como critério inicial de triagem por sua relação direta com a estabilidade oxidativa de formulações cosméticas e por permitir a comparação objetiva entre óleos essenciais (NAZZARO et al., 2021). Na literatura, óleos essenciais com percentuais de inibição superiores a aproximadamente 50% em ensaios como DPPH ou ABTS são geralmente classificados como antioxidantes naturais funcionalmente relevantes (BHAVANIRAMYA et al., 2022). Essa característica é particularmente relevante quando considerados para aplicação em concentrações usualmente empregadas em formulações cosméticas tópicas, geralmente inferiores a 2% (m/m), faixa compatível com limites de segurança dérmica e prática industrial (TISSERAND; YOUNG, 2014; YUŞUPOVA et al., 2026).

Tabela 1 - Atividade antioxidante (%) de diferentes óleos essenciais através do método de DPPH.

Amostra (3500 µg/mL)	Atividade antioxidante (%)
Cymbopogon flexuosus	**42,54 (± 3,71)**
Cananga odorata	**58,37 (± 1,44)**
Cinnamomum cassia	**16,65**
Lavandula angustifolia, Mentha piperita e Melaleuca alternifolia	**<1**

Fonte: Autoral (2026).

Nesse contexto, os óleos essenciais de *Cananga odorata* e *Cymbopogon flexuosus* apresentaram valores de atividade antioxidante compatíveis ou superiores aos relatados para outros óleos essenciais amplamente empregados em cosméticos, como *Lavandula angustifolia* e *Melaleuca alternifolia*, cujos percentuais de inibição frequentemente situam-se abaixo de 40% nas mesmas condições experimentais (NAZZARO et al., 2021). Esses resultados indicaram que ambos os óleos selecionados possuem potencial antioxidante suficiente para contribuir de forma efetiva para a estabilidade oxidativa de formulações cosméticas mesmo quando empregados em concentrações limitadas.

O óleo essencial de *Cananga odorata* apresentou maior atividade antioxidante relativa, valor comparável aos máximos descritos na literatura para óleos essenciais ricos em linalol e ésteres aromáticos, frequentemente associados a percentuais superiores a 60% em ensaios *in vitro* (ELSHAFIE; CAMELE, 2023). Por sua vez, o óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* apresentou atividade antioxidante ligeiramente inferior, porém ainda inserida na faixa considerada tecnicamente adequada para aplicação cosmética, especialmente quando considerado seu uso combinado com outras funções tecnológicas, como atividade antimicrobiana (BHAVANIRAMYA et al., 2022).

Assim, a seleção de *C. odorata* e *C. flexuosus* para o ensaio subsequente foi justificada por apresentarem atividade antioxidante adequada para aplicação cosmética.

2.3 Avaliação da atividade antimicrobiana

A avaliação da atividade antimicrobiana demonstrou diferenças relevantes no espectro de ação entre os óleos selecionados (Tabela 2). O óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* apresentou maior eficácia antimicrobiana, com menores valores de concentração inibitória mínima frente a bactérias Gram-positivas e Gram-negativas, especialmente *Staphylococcus aureus*, microrganismo frequentemente relatado como contaminante relevante em formulações cosméticas (KOLA-MUSTAPHA et al., 2023; BIBOW; OLESZEK, 2024).

Tabela 2 - Mínima concentração inibitória (µg/mL) dos óleos essenciais frente a diferentes microrganismos.

	Óleo Essencial	
Microrganismo	Capim-limão	Ylang-ylang
E. coli	208,33	416,68
S. aureus	52,08	>2500
P. aeruginosa	104,16	208,33
C. albicans	104,16	13,021

Fonte: Autoral (2026).

A elevada atividade antimicrobiana do óleo de *C. flexuosus* é atribuída à alta concentração de citral, composto capaz de desorganizar a membrana celular microbiana, promover perda de integridade estrutural e interferir em processos metabólicos essenciais, resultando em efeito bactericida e fungicida (DE SOUSA et al., 2023).

Embora o óleo essencial de *Cananga odorata* apresente atividade antifúngica relevante, especialmente contra *Candida albicans*, sua eficácia frente a bactérias foi inferior, o que limita sua aplicação como conservante de amplo espectro em formulações cosméticas (ELSHAFIE; CAMELE, 2023).

2.4 Análise integrada da triagem

A análise integrada dos resultados evidencia que, apesar do maior potencial antioxidante isolado do óleo essencial de *Cananga odorata*, o óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* apresentou o melhor equilíbrio entre atividade antioxidante e antimicrobiana, atributo particularmente relevante para sua aplicação como ingrediente multifuncional em sistemas cosméticos, nos quais a combinação de estabilidade oxidativa e controle microbiológico é desejável (YUŞUPOVA et al., 2026; SHANG et al., 2024).

Quadro 2 - Visão geral da triagem antioxidante e antimicrobiana dos óleos essenciais de *C. flexuosus* e *C. odorata*.

	C. flexuosus **(capim-limão)**	***C. odorata*** **(Ylang-ylang)**
Atividade antioxidante (%)	42,54 (± 3,71)	58,37 (± 1,44)
MIC (µg/mL) - *Escherichia coli*	208,33	416,68
MIC (µg/mL) - *Staphylococcus* aureus	52,08	>2500
MIC (µg/mL) - *Pseudomonas aeruginosa*	104,16	208,33
MIC (µg/mL) - *Candida albicans*	104,16	13,021

Além do desempenho biológico, o óleo de *C. flexuosus* apresenta vantagens adicionais, como odor amplamente aceito, histórico de uso seguro em produtos cosméticos e menor potencial sensibilizante quando comparado a óleos ricos em fenóis ou aldeídos aromáticos mais reativos, como os derivados de *Cinnamomum* spp. (PATEL et al., 2024).

2.5 Seleção do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus*

Com base nos resultados da triagem funcional e nas evidências da literatura, o óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* foi selecionado para a etapa de microencapsulação. Sua composição química, rica em geranial, neral e geraniol, está associada a elevada bioatividade e tem sido descrita como favorável à estabilização por sistemas de microencapsulação polimérica, os quais promovem proteção contra volatilização e degradação oxidativa (MELO et al., 2022; LIU et al., 2025).

A composição química do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (Tabela 3) apresentou predominância de monoterpenos oxigenados, com destaque para os isômeros do citral, geranial e neral, que juntos corresponderam à maior fração da composição total. Esse perfil é característico da espécie e está de acordo com os critérios estabelecidos pela norma ISO 4719, a qual define o citral total como o

principal parâmetro de qualidade para esse óleo essencial (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2012). Resultados semelhantes são amplamente descritos na literatura, confirmando a relação entre elevado teor de citral e atividade antimicrobiana e antioxidante (KOLA-MUSTAPHA et al., 2023; DE SOUSA et al., 2023).

Tabela 3 - Composição química do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* determinada por cromatografia gasosa.

Composto	TR (min)	RI experimental	RI literatura	Área relativa (%)	Classe química
α-Thujene	6,64	924,63	924	0,09	Monoterpeno
α-Pinene	6,93	934,09	932	0,14	Monoterpeno
Camphene	7,43	950,83	959	0,84	Monoterpeno
6-Methyl-5-hepten-2-one	8,38	982,27	985	0,73	Monoterpeno oxigenado
Myrcene	9,03	991,43	991	8,94	Monoterpeno
Limonene	10,24	1024,5	1024	0,52	Monoterpeno
Linalool	10,79	1096,22	1095	0,61	Monoterpeno oxigenado
Neral (citral b)	**12,2**	**1239,88**	**1238**	**34,71**	**Monoterpeno oxigenado**
Geranial (citral a)	**12,62**	**1267,44**	**1264**	**39,82**	**Monoterpeno oxigenado**
Geraniol	13,09	1255,61	1255	4,37	Monoterpeno oxigenado
β-Caryophyllene	15,88	1418,73	1417	1,26	Sesquiterpeno
Outros compostos (< 1%)	–	–	–	7,97	–
Total identificado	–	–	–	100	–

Fonte: Harmonie Aromaterapia (2025).

REFERÊNCIAS

APAK, R.; ÖZYÜREK, M.; GÜÇLÜ, K.; ÇAPANOĞLU, E. Antioxidant activity/capacity measurement. 1. Classification, physicochemical principles, mechanisms, and electron transfer (ET)-based assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 70, n. 37, p. 11563–11606, 2022. DOI: 10.1021/acs.jafc.2c04599.

BHAVANIRAMYA, S.; VISHNUPRIYA, S.; AL-TAHINI, A. M.; et al. Antioxidant and antimicrobial properties of essential oils: a review. *Food Bioscience*, v. 46, 2022.

BIBOW, A.; OLESZEK, W. Essential oils as potential natural antioxidants, antimicrobial, and antifungal agents in active systems. *Antibiotics*, v. 13, n. 12, 2024. DOI: 10.3390/antibiotics13121168.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT – Food Science and Technology*, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1995. DOI: 10.1016/S0023-6438(95)80008-5.

CABALLERO-GALLARDO, K.; OLIVER-VERBEL, J.; STASHENKO, E. Chemical composition and biological activity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil with potential cosmetic applications. *Molecules*, v. 27, 2022.

CLINICAL AND LABORATORY STANDARDS INSTITUTE (CLSI). *Methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically; approved standard*. 11. ed. CLSI document M07-A11. Wayne, PA: Clinical and Laboratory Standards Institute, 2018.

CLINICAL AND LABORATORY STANDARDS INSTITUTE (CLSI). *Reference method for broth dilution antifungal susceptibility testing of yeasts; approved standard*. 4. ed. CLSI document M27-A4. Wayne, PA: Clinical and Laboratory Standards Institute, 2017.

DE SOUSA, D. P.; DAMASCENO, R. O. S.; AMORATI, R.; et al. Essential oils: chemistry and pharmacological activities. *Biomolecules*, v. 13, n. 7, art. 1144, 2023. DOI: 10.3390/biom13071144.

ELSHAFIE, H. S.; CAMELE, I. Plant essential oils with biological activity: chemical composition and ecological roles. *Plants*, v. 13, n. 4, 2023. DOI: 10.3390/plants13040612.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 4719:2012. Oil of lemongrass (*Cymbopogon flexuosus* (Nees ex Steud.) Wats.). Geneva: ISO, 2012.

KOLA-MUSTAPHA, A. T.; AJAO, A. A.; ADEWUSI, E. A.; et al. Chemical composition and antimicrobial activity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil against selected pathogenic microorganisms. *Molecules*, v. 28, 2023. DOI: 10.3390/molecules28145328.

LIU, X.; et al. Ultrasonic-assisted encapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil in hydroxypropyl-β-cyclodextrin: thermal stability and controlled release. *Food Hydrocolloids*, v. 149, 2025.

MELO, A. A.; et al. Microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil by spray drying using gum arabic: physicochemical characterization and bioactivity evaluation. *Food Chemistry*, v. 373, 2022.

NAZZARO, F.; FRATIANNI, F.; COPPOLA, R.; DE FEO, V. Essential oils and antifungal activity. *Pharmaceuticals*, v. 14, n. 6, 2021.

PATEL, S. K.; VIKRAM, A.; PATHANIA, D.; et al. Allergic potential & molecular mechanism of skin sensitization of cinnamaldehyde under environmental UVB exposure. *Chemosphere*, v. 368, 2024. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2024.143508.

SANTOS, P. A.; AVELAR-FREITAS, B. A.; et al. Safety assessment of essential oils in cosmetic formulations: toxicological and regulatory considerations. *International Journal of Cosmetic Science*, v. 46, 2024. DOI: 10.1111/ics.12934.

SHALABY, E.; et al. Nanoencapsulation of lemongrass essential oil: enhanced stability and sustained biological activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 257, 2025.

SHANG, L.; et al. Recent advances in the cosmetic applications of natural bioactive compounds. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 257, 2024.

TISSERAND, R.; YOUNG, R. *Essential oil safety: a guide for health care professionals*. 2. ed. Edinburgh: Churchill Livingstone, 2014.

TISSERAND, R.; YOUNG, R. Essential oil safety: updated perspectives on dermal safety and toxicological considerations. *Frontiers in Pharmacology*, v. 14, 2023. DOI: 10.3389/fphar.2023.1184567.

YUŞUPOVA, U.; et al. Essential oils as an alternative to synthetic antiseptics in cosmetics and personal care products. *International Journal of Cosmetic Science*, 2026.

CAPÍTULO 2 - Artigo para submissão

Este capítulo apresenta o estudo experimental desenvolvido a partir da seleção do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus*, estruturado na forma de artigo científico para submissão ao *International Journal of Biological Macromolecules*.

Inicialmente, são descritos os materiais empregados e o processo de obtenção das micropartículas por spray drying, utilizando diferentes polímeros naturais como materiais de parede, incluindo goma arábica, HPMC e ácido hialurônico. São detalhadas as condições de preparo das emulsões e os parâmetros operacionais adotados, bem como os critérios de escolha das formulações avaliadas.

Na sequência, são apresentadas as análises de caracterização físico-química das micropartículas, abrangendo a determinação do teor de óleo encapsulado por espectrofotometria UV-Vis, a avaliação de possíveis interações químicas por espectroscopia no infravermelho (FTIR) e a caracterização morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

O capítulo contempla ainda a avaliação funcional do sistema desenvolvido, incluindo a atividade antioxidante pelo método do DPPH e a determinação da concentração inibitória mínima frente a microrganismos de relevância cosmética, seguindo diretrizes internacionais.

Adicionalmente, foram conduzidos estudos de estabilidade acelerada sob estresse térmico e radiação ultravioleta, bem como ensaios de estabilidade oxidativa em modelo lipídico. Por fim, é apresentada a avaliação da eficácia conservante das micropartículas em um gel-base de HPMC.

Gum arabic-based microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil: enhanced stability with antioxidant and preservative activity in lipid and semisolid formulations

Matheus Luis Duarte[1], Jamylly Vanessa Martins[1], Sophia Aparecida Brandão da Rocha[1], Eduardo Henrique Santangelo Silva[1], Luana Martins da Silva[2], Bianca Ramos Pezzini[1], Giovana Carolina Bazzo[1]*

[1]Department of Pharmaceutical Sciences, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil
[2]Department of Food Science, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

*Corresponding author

E-mail address: giovana.bazzo@ufsc.br (G.C. Bazzo)

ABSTRACT

This study investigates gum arabic-based microencapsulation as a strategy to enhance the stability and multifunctional performance of *Cymbopogon flexuosus* essential oil (LEO) for pharmaceutical and cosmetic applications. Gum arabic was compared with hidroxypropylmetylcelulose and hyaluronic acid as alternative biopolymeric matrices for microparticle production via spray drying. Among the evaluated systems, gum arabic enabled high encapsulation efficiency (82.2 ± 4.5%) and the formation of morphologically intact microparticles, indicating effective retention of the volatile fraction. Importantly, the spray drying process did not compromise the multifuncional properties of the oil, as antioxidant and antimicrobial activities remained comparable to those of the free LEO. Under stress conditions, however, clear differences emerged. Encapsulated LEO showed markedly improved resistance to thermal and UV-induced degradation, maintaining significantly higher antioxidant activity after 60 days, while the free oil exhibited pronounced loss of functionality. This protective effect was further supported by thermogravimetric

analysis, which revealed a substantial delay in oil volatilization. In a lipid matrix, the behavior of free LEO shifted toward pro-oxidant activity under prolonged heating, whereas encapsulation effectively controlled oxidation, reducing peroxide formation and slowing oxidation kinetics. In a hydrogel-based formulation, both free and encapsulated LEO achieved complete microbial reduction within 7 days in a preservative efficacy (challenge) test and sustained this effect for 28 days; however, only the encapsulated system ensured physical stability and homogeneous distribution of the active compound. These findings demonstrate that gum arabic-based microencapsulation not only stabilizes LEO but also modulates its functional behavior in lipid and aqueous systems, supporting its application as a multifunctional bioactive ingredient in pharmaceutical and cosmetic formulations.

Keywords: *Cymbopogon flexuosus*; Essential oil; Microencapsulation; Gum arabic; Oxidative stability; Antimicrobial activity

1. Introduction

The growing demand for sustainable, multifunctional ingredients has driven interest in plant-derived bioactives as alternatives to synthetic additives [1,2]. Essential oils are promising candidates due to their antimicrobial and antioxidant properties [3,4]. *Cymbopogon flexuosus* (lemongrass) essential oil, rich in citral (geranial and neral), exhibits membrane-disruptive antimicrobial effects and free radical scavenging activity [5,6], making it suitable for cosmetic and pharmaceutical preparations requiring both microbial control and oxidative stability.

Direct incorporation of essential oils into formulations is challenging due to high volatility, oxidation susceptibility, poor aqueous dispersibility, and sensitivity to light and temperature, which compromise stability, activity, and reproducibility [7,8,9].

Microencapsulation offers a solution by entrapping volatile compounds in a polymeric matrix, reducing evaporation, protecting against degradation, and enabling controlled release [7,10]. Spray drying is particularly attractive for its scalability, cost-effectiveness, reproducibility, and compatibility with pharmaceutical-grade

excipients. When natural, biocompatible wall materials are used, microparticles also support sustainability-driven formulation approaches [11].

Although lemongrass essential oil microparticles have been characterized previously [10], their functional performance under stress and after incorporation into formulations remains underexplored [12,13]. Specifically, it is unclear whether microencapsulation preserves antioxidant and antimicrobial activity under thermal and UV stress, and whether it enhances oxidative stability in lipids and preservative efficacy in semisolid formulations.

This study aimed to develop spray-dried microparticles of *Cymbopogon flexuosus* essential oil using natural polymeric walls and to evaluate encapsulation efficiency, physicochemical properties, antioxidant and antimicrobial activity, thermal and photo-stability, oxidative behavior in a lipid model, and preservative efficacy in an HPMC-based hydrogel. The work provides a comprehensive assessment of microencapsulation as a strategy to enhance the pharmaceutical and cosmetic applicability of lemongrass essential oil, employing exclusively ingredients of natural origin and an environmentally friendly process, without the use of organic solvents.

2. Material and Methods

2.1 Materials

Cymbopogon flexuosus (lemongrass) essential oil (LEO) was obtained from Harmonie Aromaterapia (Brazil). Its major constituents were previously characterized by gas chromatography (GC). Batch consistency was confirmed prior to use and after 60 days of UV and thermal exposure (Table S1, Supplementary material).

Pharmaceutical-grade polymers used as wall materials for microparticles included gum arabic (diLuca Comércio, São Paulo, Brazil), hydroxypropyl methylcellulose (HPMC E6 Premium LV; Colorcon do Brasil Ltda., São Paulo, Brazil), and low molecular weight hyaluronic acid (Feekcnc, China). The natural emulsifier PolyAquol™ LW was kindly provided by Innovacos Corp. (New Jersey, USA).

2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) was purchased from Fluka (Buchs, Switzerland) and 2,3,5-Triphenyltetrazolium chloride (TTC) was obtained from Neon Comercial Ltda. (Brazil).

Mueller–Hinton agar (MHA) and Plate Count Agar (PCA) were from KASVI (Brazil), while Mueller–Hinton broth (MHB) was from Sigma-Aldrich (USA). Sabouraud Dextrose Agar (SDA) and Broth (SDB) were supplied by HiMedia Laboratories (India).

Sweet almond oil (*Prunus dulcis* [Mill.] D.A. Webb) was obtained from Balão das Essências (Brazil) and used as the lipid matrix in oxidation assays. All chemicals were of analytical grade unless otherwise stated.

2.2 Preparation of Essential Oil Microparticles by Spray Drying

Microparticles containing *Cymbopogon flexuosus* essential oil (LEO-MPs) were produced by spray drying using a Büchi Mini Spray Dryer (B-290). Hyaluronic acid, gum arabic, and hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) were selected as natural, biocompatible wall materials with aqueous stability, film-forming ability, and suitability for pharmaceutical and cosmetic applications [14,15,16,17].

Oil-in-water (O/W) emulsions were prepared by dispersing the LEO into aqueous polymer solutions containing the surfactant Polyaquol LW using an Ultra-Turrax homogenizer (IKA, model T18, Campinas, Brazil),

The feed formulations were designed to produce stable oil-in-water emulsions suitable for spray drying, ensuring an appropriate balance between emulsion stability, viscosity, and encapsulation efficiency. Polymer concentrations were selected based on their film-forming properties and reported performance as wall materials, while maintaining viscosities compatible with atomization [14,15,17]. Two essential oil loadings (12.5% and 25% w/w, relative to total solids) were evaluated to investigate the effect of the core-to-wall ratio on encapsulation efficiency. The surfactant concentration (5% w/w relative to the polymer mass) was adjusted proportionally to the oil phase to ensure adequate interfacial stabilization and prevent droplet coalescence, thereby contributing to improved encapsulation efficiency [18]. Emulsion compositions are provided in Table 1.

Table 1 - Feed formulations (O/W emulsions) for spray-drying microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil

Formulation components	G1	G2	H1	H2	A1	A2
Gum arabic	14g	14g	-	-	-	-
HPMC	-	-	7g	7 g	-	-
Hyaluronic acid	-	-	-	-	5 g	5 g
Polyaquol LW	0,7 g	0,7 g	0,35 g	0,35 g	0,25 g	0,25 g
Essential oil	1,75 g	3 g	1 g	1,75 g	0,625 g	1,25 g
Water	q.s. to 100 mL	q.s. to 100 mL	q.s. to 100 mL	q.s. to 100 mL	q.s. to 200 mL	q.s. to 200 mL

The emulsions were subsequently dried by spray drying to obtain LEO-loaded microparticles. Process parameters, including inlet temperature, air flow rate, aspiration, and feed rate, were based on the literature [14,16,17] and experimentally defined to ensure adequate encapsulation efficiency and particle stability. The spray drying conditions applied for each formulation are summarized in Table 2.

Table 2 - Feed formulations and spray-drying process conditions for *Cymbopogon flexuosus* essential oil microencapsulation

Feed formulation	EO content relative to total solids (%)	Wall material	Inlet temperature (ºC)	Air flow rate (L/h)	Feed rate (mL/min)
G1	12,5	Gum arabic	140	500	3

G2	25	Gum arabic	140	500	3
H1	12,5	HPMC	130	500	3
H2	25	HPMC	130	500	3
A1	12,5	Hyaluronic acid	120	500	3
A2	25	Hyaluronic acid	120	500	3

2.3 Physicochemical Characterization of Lemongrass essential oil-Loaded Microparticles

2.3.1 Essential Oil Content

Encapsulated LEO content was determined by UV–Vis spectrophotometry following a methodology previously validated by our research group. A hydroalcoholic solvent (ethanol:water, 1:1, v/v) dissolved the EO and wall materials, ensuring complete oil release. Quantification used a calibration curve of free LEO (5-15 µg/mL) measured at 240 nm (GENESYS™ 180 UV-Vis Spectrophotometer, Thermo Fisher Scientific, USA). Microparticle samples were diluted to a theoretical LEO concentration of 10 µg/mL, and encapsulation efficiency was calculated as the ratio of measured to theoretical concentration. All measurements were performed in triplicate.

2.3.2 Morphological characterization by scanning electron microscopy (SEM)

Samples were sputter-coated with gold and examined using a scanning electron microscope (JSM-6390LV, JEOL Ltd., Japan) under high vacuum. Micrographs at various magnifications were used to assess particle morphology, surface roughness, and structural defects. SEM provided qualitative information on the integrity and uniformity of the spray-dried microparticles.

2.3.3 Chemical interaction analysis by FTIR spectroscopy

FTIR spectroscopy was used to investigate potential interactions between the essential oil and wall materials. Spectra of individual components, their 1:1 physical mixtures, and spray-dried microparticles were recorded using a PerkinElmer Frontier

FT-NIR/MIR spectrometer (USA), and characteristic absorption bands were compared.

2.4 Antioxidant activity

Antioxidant activity was evaluated using the DPPH radical scavenging assay [19, 20]. A 0.2 mM DPPH solution in ethanol was mixed with LEO dilutions (5000, 3500, and 2000 µg/mL) incubated in the dark for 30 min at room temperature, and absorbance measured at 520 nm (UV–Vis spectrophotometer, Kasuaki). Ethanol with DPPH served as control. Antioxidant activity (AA) was calculated using Equation (1):

$$AA\ (\%) = [(Ab - As) / Ab] \times 100 \quad (1)$$

where *As* is sample absorbance and *Ab* is control absorbance.

2.5 Antimicrobial activity evaluation

Antimicrobial activity was evaluated by broth microdilution to determine minimum inhibitory concentration (MIC), following CLSI guidelines (M07 for bacteria and M27 for yeasts) [21,22]. *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), *Escherichia coli* (ATCC 25922), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853), and *Candida albicans* (ATCC 1023) were tested. Bacteria were cultured in Mueller-Hinton broth and *C. albicans* in Sabouraud dextrose broth to obtain logarithmic-phase cultures. Essential oil was emulsified in sterile 0.5% (v/v) Tween 80 and serially diluted in saline. Microbial suspensions were adjusted to 0.5 McFarland (~5 × 10^5 CFU/mL per well). Microplates were incubated at 35 ± 2 °C for 24 h (bacteria) or 48 h (*C. albicans*). MIC was determined using 0.5 mg/mL TTC as a growth indicator; absence of color indicated complete inhibition. Growth, sterility, and reagent controls were included.

2.6 Forced degradation study under thermal and UV light stress

Forced stability studies were carried out to assess the ability of gum arabic microparticles to preserve the bioactivity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil under thermal and ultraviolet light stress conditions. Essential oil-loaded GA microparticles and the corresponding free essential oil were subjected to accelerated

thermal stress at 50 °C and to ultraviolet radiation in a controlled chamber equipped with a TUV lamp (254 nm, 30 W, 96 V, 400 μW/cm²), following protocols commonly applied for preliminary stability screening [23].

For both stress conditions, samples were stored for 60 days, and aliquots were collected at 0, 30, and 60 days. At each time point, antioxidant activity and antimicrobial efficacy were evaluated by the DPPH radical scavenging assay and minimum inhibitory concentration determination, respectively, using the methodologies described in Sections 2.4 and 2.5. All experiments were performed in triplicate.

Following thermal incubation and UV exposure, samples of free and microencapsulated LEO were subjected to gas chromatography (GC) analysis to evaluate potential changes in chemical composition. The experimental conditions are described in the Supplementary Material.

2.7 Thermogravimetric Analysis (TGA)

Thermogravimetric analysis (TGA-50, Shimadzu, Japan) was performed to evaluate the thermal behavior and stability of LEO-GA-loaded microparticlesgum arabic microparticles loaded with *Cymbopogon flexuosus* essential oil, in comparison with the free essential oil. Analyses were conducted under a nitrogen atmosphere using a constant heating rate of 10 °C/min over a temperature range of 25 to 600 °C. Thermograms were recorded and analyzed using TA-60WS software (Shimadzu, Japan). Onset degradation temperatures (T_{onset}) and mass loss events were determined from derivative thermogravimetric (DTG) curves.

2.8 Evaluation of oxidative stability in a lipid model matrix

With the aim of evaluating the ability of the microparticles to prevent lipid oxidation in lipidic matrices, the lemongrass essential oil-loaded GA microparticles were added to a matrix composed of sweet almond oil (*P. dulcis*) and its oxidative stability was monitored under thermal stress conditions.Three systems were analyzed: almond oil without the addition of antioxidants (O1), almond oil containing non-encapsulated lemongrass essential oil (O2), and almond oil containing lemongrass essential

oil-loaded microparticles (O3). The essential oil concentration was fixed at 1% (w/w) relative to the oil phase.

Oxidative stability was evaluated by peroxide value (PV) and p-anisidine value (p-AnV). Samples were subjected to accelerated storage at 50 °C for 60 days, followed by 60 °C for an additional 85 days. PV was determined according to AOCS Official Method Cd 8-53, and p-AnV according to AOCS Official Method Cd 18-90 [24]. All analyses were performed in triplicate, and results were expressed as mean ± standard deviation. Statistical significance was set at $p < 0.05$.

Lipid oxidation kinetics were evaluated by fitting peroxide value (PV) data to zero- and first-order models (equations 2 and 3) to estimate the apparent oxidation rate constant (k). The model showing the best linear fit (R^2) was used to describe the oxidative behavior of the lipid systems, as oxidation in lipid-based matrices is typically well represented by zero or first-order reaction kinetics [25].

Zero order kinectic (2)
Model equation: $C = C_0 + kt$

First order kinetic (3)
Model equation: $\ln(C/C_0) = kt$

where C_0 represents the initial PV (mmol/kg), C represents the PV at t (mmol/kg), *k* represents the reaction rate constant and *t* represents time.

2.9 Preservative efficacy test

A microbiological preservative efficacy (challenge test) was performed as a preliminary assessment of the preservative efficacy of free LEO and LEO-GA-loaded microparticles incorporated into an HPMC-based hydrogel (semisolid system), in accordance with the European Pharmacopoeia, with minor adaptations [26].

The HPMC-based hydrogel was prepared in sterile purified water at a concentration of 10% (w/w) and allowed to hydrate for 24 h at room temperature until complete gel formation. The pH was adjusted and maintained between 5.8 and 6.0. Free LEO or LEO-MPs were incorporated by gentle mixing to obtain a final essential oil

concentration of 0.2% (w/w). A preservative-free HPMC hydrogel was used as the control.

Viscosity measurements were performed using a rotational viscometer (LVDV-II+ Pro, Brookfield Engineering Laboratories, Massachusetts, USA) coupled to a thermostatic bath (TE-2005, Tecnal, São Paulo, Brazil). The analyses were carried out using spindle SC4-34 at a constant rotational speed of 5 rpm. The apparent viscosity of the HPMC-based hydrogel was determined in order to evaluate the effect of free LEO and LEO-GA-loaded microparticles (LEO-GA-MPs) on the structural properties of the formulation.

The formulations were challenged with *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), *Escherichia coli* (ATCC 25922), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853), and *Candida albicans* (ATCC 10231). Standardized microbial suspensions were inoculated at 0.5 percent of the gel mass, targeting initial loads of approximately 10^5 CFU/g for bacteria and 10^4 CFU/g for *C. albicans*. The samples were incubated at 25 ± 2 °C (BF115, BINDER GmbH, Germany) and analyzed at 0, 7, 14, and 28 days.

Prior to enumeration, residual antimicrobial activity was neutralized by dilution in sterile saline solution (0.85% w/v) supplemented with Tween 80 (0.05% w/v). Viable microorganisms were quantified by the pour plate method using appropriate culture media, in accordance with the European Pharmacopoeia. Preservative efficacy was evaluated based on logarithmic reductions in microbial counts over time. All experiments were conducted in duplicate for each microbial strain.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Essential oil content

Three biopolymers were initially evaluated as candidates for the microencapsulation of LEO. As shown in Figure 1, both the type of polymer and the proportion of essential oil used in the emulsion preparation significantly influenced the oil content. The lowest encapsulated oil contents were obtained using HPMC at the lower LEO concentration (H1, 12.5% EO), whereas the highest values were observed with gum

arabic at the higher EO concentration (G2, 25% EO). This trend reflects the typical trade-off associated with increasing core loading, as higher oil contents can enhance payload but also compromise emulsion stability and oil retention during spray drying, depending on the effectiveness of interfacial stabilization mechanisms [7].

The superior performance of gum arabic is consistent with recent studies demonstrating its high encapsulation efficiency and improved oil retention during spray drying of essential oils [14]. Improved oil retention in gum arabic systems has been reported for LEO and several essential oils, including *Juniperus communis* and other aromatic plant oils, where higher encapsulation efficiencies were attributed to better interfacial stabilization and reduced surface oil formation [15,23].

Formulations containing hyaluronic acid (A1 and A2) exhibited intermediate oil retention. Although hyaluronic acid presents attractive cosmetic and biocompatible properties, its high hygroscopicity and sensitivity to processing conditions may affect matrix stability during dehydration [16]. Additionally, polymers with higher intrinsic viscosity can impair droplet disruption and homogenization efficiency, leading to broader droplet size distribution and potentially reduced encapsulation efficiency, as discussed in recent spray-drying reviews [11]. These viscosity-related effects may explain the intermediate performance observed for HA-based formulations.

The HPMC-based microparticles (H1 and H2) presented the lowest oil content (11-26%). Spray-drying performance strongly depends on the formation of stable emulsions prior to atomization; insufficient interfacial stabilization may result in droplet coalescence and oil migration to the particle surface, thereby reducing encapsulation efficiency. The lower oil retention observed in HPMC-based microparticles can be attributed to its limited interfacial activity, as polysaccharides such as HPMC do not strongly adsorb at the oil-water interface, resulting in less stable emulsions and increased oil migration during drying. This behavior is consistent with previous reports, which indicate that HPMC-based systems generally exhibit lower encapsulation efficiency compared to gum arabic and other amphiphilic wall materials [27]

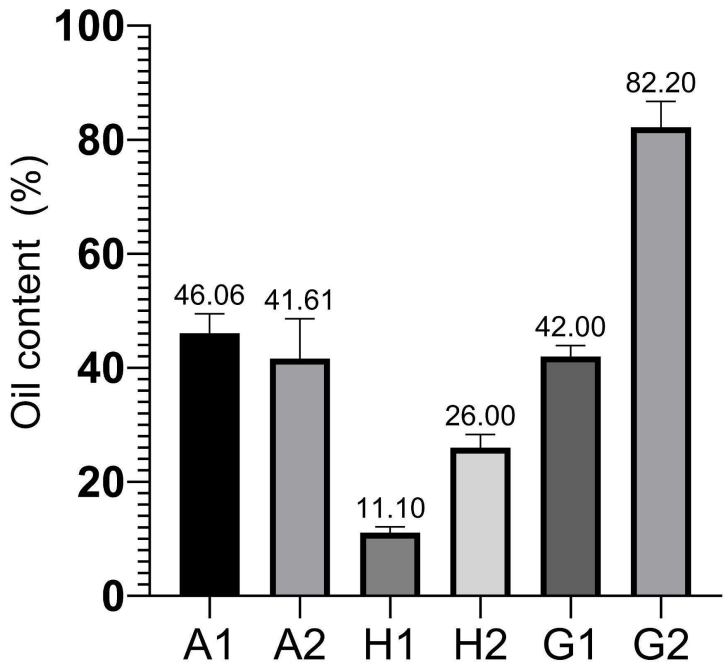


Figure 1. Oil content of LEO-loaded microparticles prepared with different wall materials. Data are expressed as mean ± standard deviation (n = 3).

3.2 Chemical interaction analysis by FTIR spectroscopy

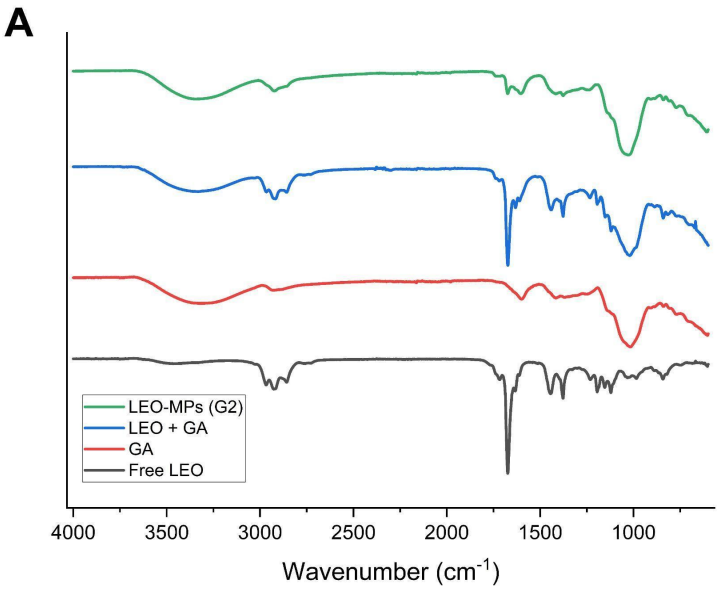
The spectrum of the isolated LEO exhibited characteristic absorption bands at approximately 1730 cm^{-1} (aldehydic C=O stretching, consistent with citral), ~2925 cm^{-1} (aliphatic C–H stretching), and a broad band around ~3400 cm^{-1} (O–H stretching), in agreement with recent FTIR studies [28].

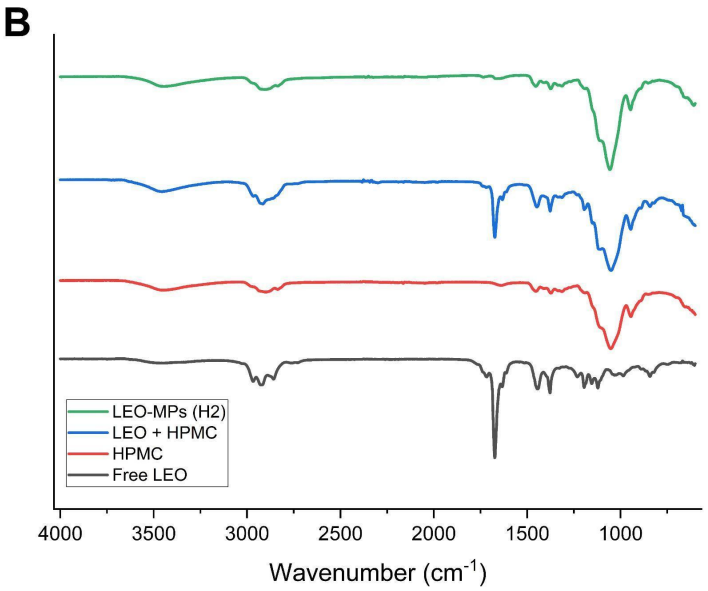
Gum arabic presented typical polysaccharide bands (Fig. 2-A), including a broad O–H stretching band (~3214 cm^{-1}), carbonyl-associated absorption (~1617 cm^{-1}), and signals within the carbohydrate fingerprint region, in agreement with previously reported FTIR spectra in the literature [29]. The spectra of the physical mixture (LEO + gum arabic) and the spray-dried microparticles (G2) showed preservation of the main characteristic bands of both components, without significant peak shifts, disappearance of relevant signals, or emergence of new bands. This preservation of the main spectral features suggests that encapsulation occurred predominantly

through physical entrapment within the polymeric matrix, with no evidence of strong chemical interactions between the LEO and gum arabic.

HPMC exhibited characteristic absorption bands (Fig. 2-B) at ~3425 cm^{-1} (O–H stretching), ~2925 cm^{-1} (C–H stretching), and ~1055 cm^{-1} (C–O stretching), consistent with modified cellulose derivatives as described in recent spectroscopic analyses [30]. In the physical mixture (LEO + HPMC), absorption bands corresponding to both the essential oil (3422, 2929, and 1730 cm^{-1}, the latter attributed to citral) and HPMC (1370 cm^{-1}) were detected, suggesting the absence of significant chemical interactions between components. In the microparticles, the FTIR spectrum revealed the predominance of bands attributed to HPMC, while the characteristic bands of the LEO were less evident, confirming the low encapsulation efficiency associated with the use of HPMC as a wall material.

Hyaluronic acid (Fig. 2-C) exhibited a broad and intense band around 3400 cm^{-1}, attributed to O–H stretching vibrations of abundant hydroxyl groups in the polysaccharide backbone. A band at ~2920 cm^{-1} corresponded to C–H stretching of aliphatic chains, while the signal observed at ~1650 cm^{-1} was assigned to C=O stretching of the amide I group. The band at ~1410 cm^{-1} was associated with symmetric stretching of the carboxylate group (COO^-), characteristic of glucuronic acid units. Additionally, bands in the ~1030–1150 cm^{-1} region were attributed to C–O–C stretching vibrations typical of polysaccharide structures [31]. The spectra of the physical mixture (HA + LEO) and the microparticles preserved the main characteristic bands of both components, including ~3400 cm^{-1} (O–H stretching), ~2925 cm^{-1} (C–H stretching), ~1730 cm^{-1} (carbonyl stretching of citral, EO), ~1650 cm^{-1} (amide I carbonyl, HA), ~1410 cm^{-1} (COO^- symmetric stretching), and ~1030–1150 cm^{-1} (C–O–C vibrations). This preservation of the spectral features, without disappearance or significant shifts of characteristic bands, suggests that encapsulation occurred predominantly through physical entrapment within the polymeric matrix, with no evidence of strong chemical interactions between the constituents.


A
LEO-MPs (G2)
LEO + GA
GA
Free LEO
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
Wavenumber (cm-1)


B
LEO-MPs (H2)
LEO + HPMC
HPMC
Free LEO
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
Wavenumber (cm-1)

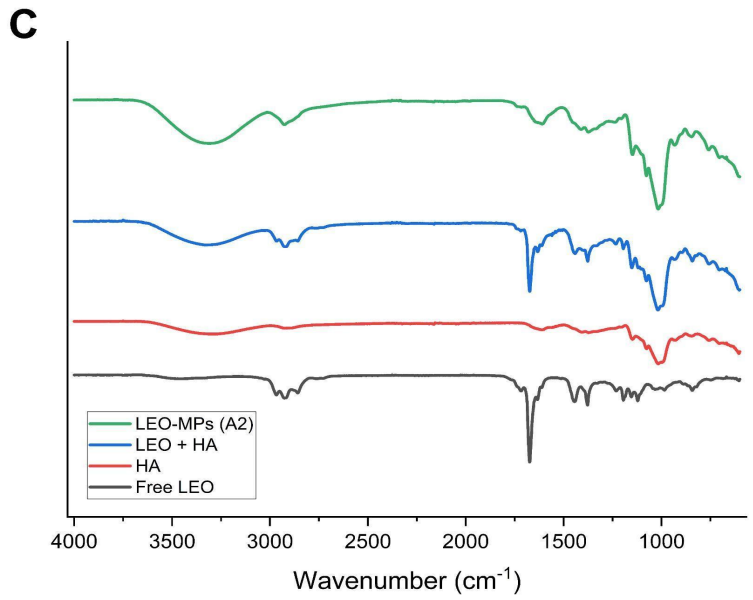


Figure 2. FTIR spectra of free lemongrass essential oil (LEO), gum arabic (A), hydroxypropylmethylcellulose (B), hyaluronic acid (C), their physical mixtures (LEO + polymers), and LEO-loaded microparticles.

3.3 Morphological characterization by scanning electron microscopy (SEM)

Scanning electron microscopy revealed distinct morphological differences among microparticles produced using gum arabic, HPMC and hyaluronic acid as wall materials. The observations described below are restricted to structural features directly discernible at 600× and 1400× magnifications (Figure 3).

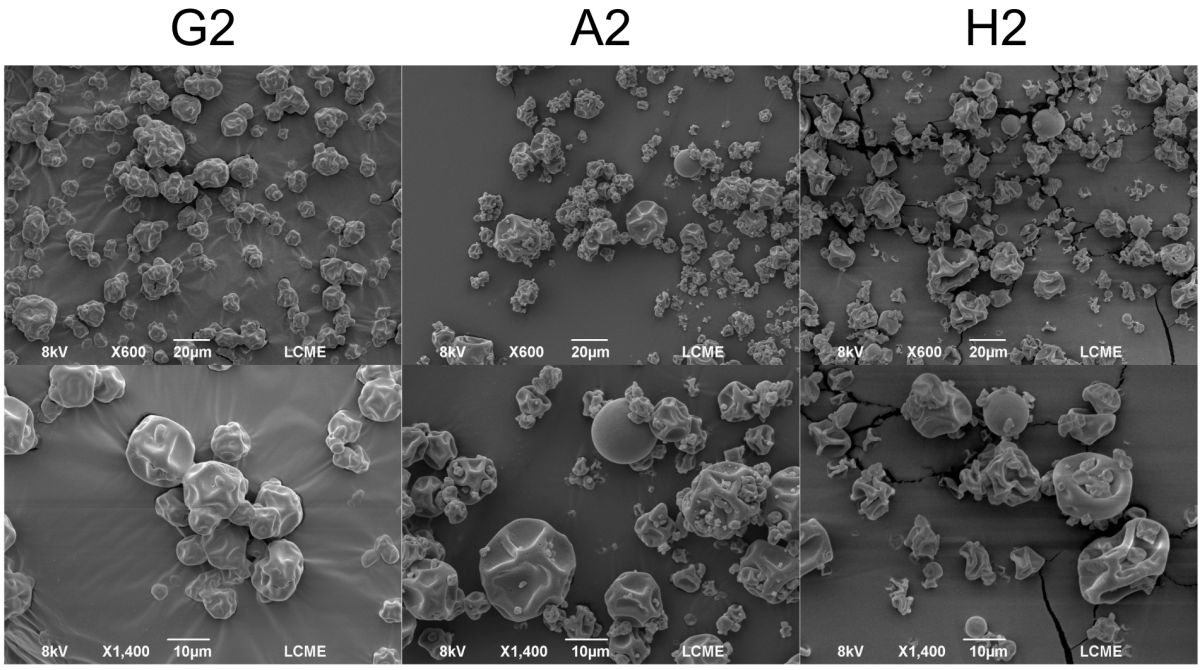


Figure 3. Scanning electron microscopy (SEM) micrographs of formulations H2 (HPMC), A2 (hyaluronic acid), and G2 (gum arabic) at 600× and 1,400×. Images were acquired at 8 kV.

Microparticles produced using gum arabic (G2) exhibited predominantly spherical to near-spherical morphology, with well-defined contours and relatively uniform particle geometry. At higher magnification, particle surfaces appeared continuous with moderate surface wrinkling. These surface undulations were generally shallow and did not indicate structural rupture or the presence of deep cracks. The observed wrinkling is consistent with contraction phenomena during drying rather than mechanical failure, a morphology commonly reported for spray-dried systems based on gum arabic [14,15,23]. At lower magnification, the particle population appeared relatively homogeneous, with limited aggregation and preservation of overall sphericity. Such morphology has been associated with efficient film formation and rapid crust development during atomization [23].

In contrast, microparticles produced using hyaluronic acid (A2) exhibited increased morphological heterogeneity. Particles displayed irregular contours and varying degrees of structural collapse, with pronounced surface wrinkling and inward folding, resulting in a contracted or deflated appearance. Although some particles retained approximately spherical geometry, a substantial fraction showed partial loss of

symmetry. Surface continuity was less uniform compared to GA-MPs. At the population level, this heterogeneity was more evident, which may be associated with the higher viscosity of the feed solution, as increased viscosity can hinder efficient atomization, leading to larger droplets and particles with irregular morphology and structural collapse during drying [16].

Microparticles produced using HPMC (H2) exhibited the most pronounced morphological alterations among the evaluated systems. Most particles showed marked loss of sphericity, extensive surface wrinkling, and significant structural collapse. Many particles appeared folded or compressed, with highly irregular contours. This behavior is consistent with the hygroscopic nature and chain mobility of such polymers under rapid dehydration conditions, which can hinder stable crust formation during spray drying [17,27]. At lower magnification, the particle population displayed broad morphological variability, reinforcing the reduced structural uniformity of this system.

Considering both the morphological characteristics and the results of oil content and physicochemical characterization, microparticles produced with gum arabic (formulation G2) (LEO-GA-MPs) were selected for subsequent studies.

3.4 Effect of Spray Drying on the Multiunctional Activities of Lemongrass Essential Oil

The influence of spray drying on the multifunctional properties of lemongrass essential oil was assessed by comparing its antioxidant and antimicrobial activities before and after spray drying.

3.4.1. Antioxidant activity

Free LEO and LEO-GA-loaded microparticles exhibited a clear concentration-dependent DPPH radical scavenging activity (Table 4), confirming the intrinsic antioxidant potential of the essential oil. The free LEO showed scavenging values ranging from 49.8% to 52.9% (51.0% ± 1.6), whereas the microencapsulated sample ranged from 50.1% to 58.9% (55.2% ± 4.5). One-way analysis of variance

(ANOVA) revealed no statistically significant difference between the groups ($p > 0.05$), indicating comparable scavenging efficiencies.

These findings indicate that the spray-drying process did not compromise the bioactive constituents responsible for antioxidant activity, particularly oxygenated monoterpenes such as citral. This behavior is consistent with previous studies on *Cymbopogon flexuosus* essential oil microencapsulation, in which antioxidant activity was preserved after spray drying, indicating high radical scavenging capacity [6,10]. Similar trends have been reported for *Cymbopogon citratus*, confirming that microencapsulation can effectively preserve bioactive compounds responsible for radical scavenging [32].

In contrast, some studies have reported partial reductions in antioxidant activity after microencapsulation, depending on the wall material and processing conditions, especially the use of high temperatures [11,23], highlighting that the preservation of antioxidant performance is influenced by both formulation and processing conditions.

Table 4 - Antioxidant activity (%) of free essential oil and microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* (LEO-GA-MPs) determined by the DPPH assay

Concentration (µg/mL)	LEO-GA-MPs	Free LEO
5000	69.09 ± 2.35	64.51 ± 7.37
3500	55.21 ± 4.50	51.05 ± 1.60
2000	25.65 ± 10.97	22.05 ± 6.78

3.4.2 Antimicrobial activity

Free LEO and LEO-GA-loaded microparticles exhibited comparable minimum inhibitory concentration (MIC) values against all tested microorganisms (Table 5), indicating that microencapsulation did not impair the antimicrobial activity of the oil. This result suggests that the encapsulation process preserved the bioactive compounds responsible for antimicrobial activity. These findings are consistent with

previous studies demonstrating that microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil does not significantly affect its antimicrobial properties, with similar MIC values reported for free and encapsulated systems [33].

Reported MIC values for *Cymbopogon flexuosus* essential oil vary considerably depending on the microbial strain and experimental conditions. For example, antibacterial assays against *Aeromonas* spp. have shown MIC values ranging from approximately 470 to 1900 µg/mL for Gram-negative isolates in one study [35], while another study reported higher MIC values against *Aeromonas hydrophila*, with around 2000 µg/mL for susceptible strains and 2670–3330 µg/mL for resistant isolates [34], reflecting the relatively high concentrations often required under standardized broth microdilution conditions. Similarly, MIC values up to 1900–15000 µg/mL have been reported for more resistant strains such as *Enterococcus* spp. [35]. In addition, values around 3900 µg/mL have been described for foodborne pathogens, further supporting the moderate antimicrobial activity of this essential oil [36].

In contrast, antifungal activity against *Candida albicans* has been reported at substantially lower concentrations, with MIC values around 0.78–1.25 µL/mL, indicating higher susceptibility compared to most bacterial species [37]. These findings emphasize the strong influence of microbial type on the antimicrobial effectiveness of *C. flexuosus* essential oil.

In the present study, identical MIC values were observed for *E. coli* (208 µg/mL) and *C. albicans* (104 µg/mL) between free and encapsulated samples. For *S. aureus*, the MIC increased from 52 to 104 µg/mL after encapsulation, whereas for *P. aeruginosa* a reduction from 104 to 52 µg/mL was observed. These variations suggest that the effect of microencapsulation on antimicrobial activity may be microorganism-dependent.

The polymeric matrix may act as a diffusion barrier, potentially limiting the availability of active compounds in the culture medium, as reported for encapsulated systems [10,11]. However, this effect was not consistently observed across all tested microorganisms, and the overall antimicrobial performance was preserved. Given the relatively small differences observed and the inherent variability associated with MIC

determinations, these results should be interpreted with caution and do not indicate a consistent enhancement or reduction in antimicrobial activity following encapsulation.

Table 5. MIC values (µg/mL) of free LEO and LEO-GA-loaded microparticles against tested microorganisms.

Microorganism	Free LEO	LEO-GA-MPs
E. coli	208	208
S. aureus	52	104
P. aeruginosa	104	52
C. albicans	104	104

Overall, the preservation of DPPH radical scavenging and antimicrobial activities after microencapsulation supports spray drying as an effective strategy to stabilize LEO without loss of multifunctional properties, reinforcing its potential in pharmaceutical, food, and cosmetic applications.

3.5 Forced degradation study under thermal and UV light stress

Microencapsulation of *Cymbopogon flexuosus* essential oil in gum arabic by spray drying effectively preserved antioxidant activity under thermal (50 °C) and UV stress over 60 days (Figure 4). At day 0, free LEO and LEO-GA-loaded microparticles exhibited comparable antioxidant activities, with mean values of 51.0 ± 1.6% and 55.2 ± 4.5%, respectively, and no statistically significant difference between treatments (ANOVA, $p > 0.05$).

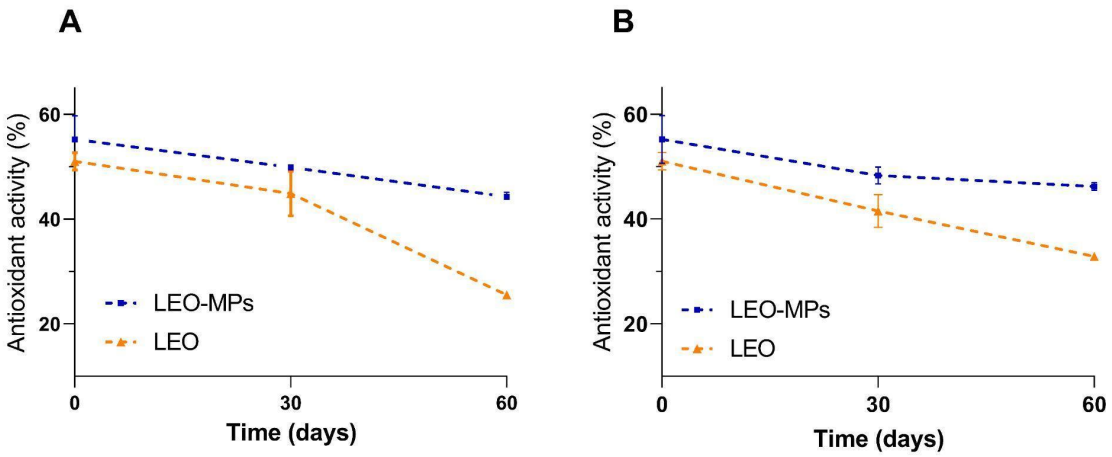


Figure 4. Changes in antioxidant activity (%) of free lemongrass essential oil (LEO) and LEO-loaded GA microparticles (LEO-GA-MPs) during 60 days of storage under thermal (A) and UV light (B) stress conditions. Data are expressed as mean ± SD (n = 3).

After 60 days of storage under thermal stress, free LEO exhibited a pronounced reduction in DPPH radical scavenging activity (25.5 ± 0.3%), whereas LEO-loaded GA microparticles retained significantly higher activity (44.2 ± 0.8%) (independent t-test, $p < 0.0001$), clearly demonstrating the protective effect of microencapsulation against thermal degradation (Figure 4 A).

A comparable pattern was observed under UV exposure. After 60 days, free LEO showed a scavenging activity of 32.9 ± 0.4%, while the microencapsulated formulation maintained a significantly higher value of 46.2 ± 0.8% (independent t-test, $p < 0.001$), indicating enhanced resistance to photooxidative degradation.

The marked decline in antioxidant performance of free *Cymbopogon flexuosus* essential oil under thermal stress was consistent with compositional alterations detected by GC analysis (Supplementary Material). Although total citral content remained relatively high (~77–79%), heat exposure reduced the relative proportion of neral (34.17 to 30.12%) and decreased several minor mono- and sesquiterpenes, including limonene, α-pinene, camphene, and caryophyllene. These compounds are known to contribute synergistically to antioxidant activity. Since essential oil bioactivity depends not only on major aldehydes but also on cooperative interactions

among minor terpene fractions [38,39], their depletion likely contributed to the significant reduction in radical scavenging capacity observed for free LEO.

Collectively, these results demonstrate that spray drying microencapsulation effectively mitigated both thermal and photooxidative degradation, preserving the functional integrity and antioxidant performance of LEO during storage under stress conditions.

The stronger effect observed under thermal stress compared with UV exposure is consistent with the distinct degradation mechanisms involved. Prolonged heat promotes volatilization, oxidative degradation, and structural breakdown of monoterpenes, whereas UV exposure predominantly induces partial oxidation and the formation of secondary oxidation products [40]. The reduction in neral is particularly relevant, as variations in the relative proportion of citral isomers (neral and geranial) have been associated with differences in antioxidant activity [41]. In addition, thermal conditions are known to affect citral stability and antioxidant performance [42]. Therefore, even without substantial loss of total citral, isomer redistribution combined with depletion of minor synergistic constituents likely explains the more pronounced decrease in antioxidant activity under thermal conditions.

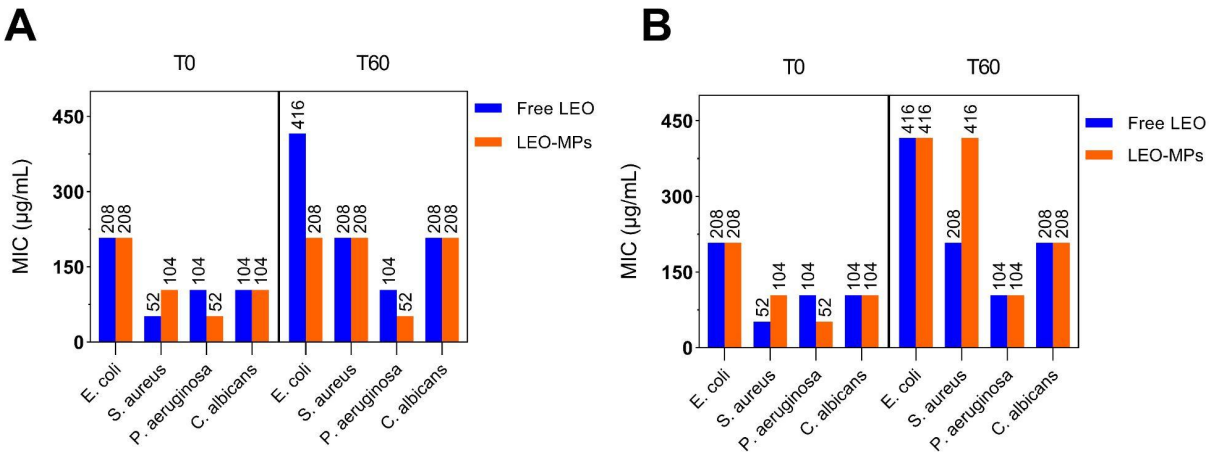


Figure 5. MIC values of free and microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* essential oil under thermal (A) and UV (B) stress at baseline (T0) and after 60 days (T60).

After 60 days of thermal incubation and UV exposure, both free and microencapsulated LEO exhibited increased MIC values, indicating a partial decline in antimicrobial activity over time. Nevertheless, all values remained within a measurable activity range.

This behavior is consistent with the compositional changes detected by GC analysis (Supplementary Material), as previously discussed regarding the antioxidant activity results. These changes suggest that stress exposure promotes selective alteration of more labile constituents rather than extensive degradation of the major compounds.

Although present at lower concentrations, the LEO minor constituents are known to contribute synergistically to antimicrobial activity by enhancing membrane permeability and facilitating the action of aldehydes such as citral [6]. Their depletion, together with changes in citral isomer distribution, likely contributed to the observed increase in MIC values.

No consistent differences were observed between thermal and UV conditions across all tested microorganisms, indicating that both stress factors induced comparable levels of functional alteration. This suggests that, despite differences in degradation mechanisms, both conditions ultimately resulted in moderate compositional changes with similar biological impact.

Taken together, these results indicate that the slight reduction in antimicrobial performance after storage is primarily associated with stress-induced alterations in the composition of bioactive compounds rather than extensive degradation. Changes in the relative proportions of citral isomers and depletion of synergistic minor terpenes may interfere with cooperative interactions within the essential oil, ultimately affecting its biological activity.

3.6 Thermogravimetric Analysis (TGA)

Thermogravimetric analysis demonstrated a pronounced alteration in the thermal degradation profile of *Cymbopogon flexuosus* essential oil following microencapsulation. The free oil exhibited a degradation temperature onset (T_{onset}) at 160.35 °C, accompanied by a mass loss corresponding to 75.681% of its initial mass (Figure 6-A). The DTG profile revealed a single, sharp degradation event with a maximum mass loss at approximately 180 °C, indicating rapid volatilization and thermal decompostition occurring within a narrow temperature range (Fig. 6-B). This behavior is consistent with previously reported lemongrass oil thermograms, in which weight loss begins at relatively low temperatures (~40 °C) and reaches a maximum degradation rate near 150 °C, with almost complete volatilization above this range. Such thermal susceptibility reflects the high vapor pressure and low molecular weight of citral and related oxygenated monoterpenes [43,44].

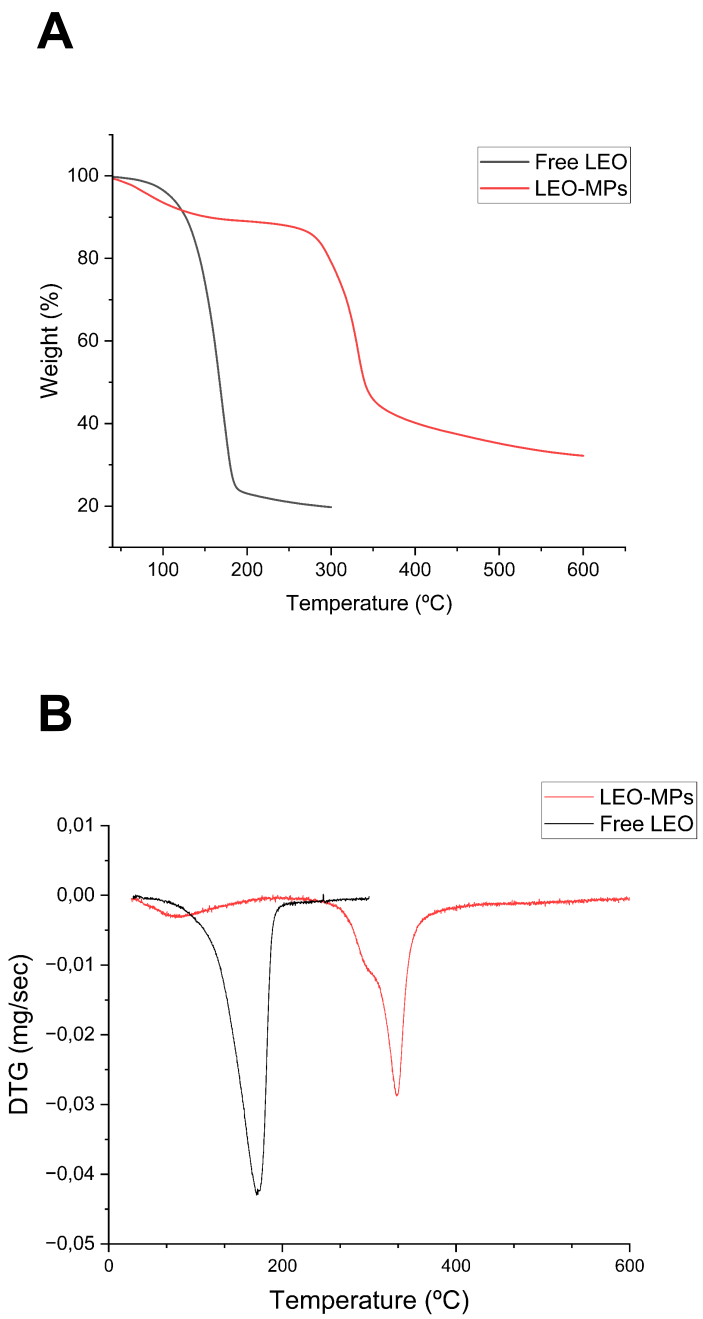


Figure 6. Thermogravimetric analysis (TGA) of free and spray-dried microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* essential oil: (A) TG curves and (B) derivative thermogravimetric (DTG) profiles.

In contrast, the microparticulate system exhibited increased thermal resistance compared to the free oil, with the degradation onset shifted to 284.66 °C (Fig. 6-A), corresponding to an increase of 124.31 °C. Furthermore, total mass loss was reduced from 75.681% to 60.232%, indicating improved retention of volatile constituents within the polymeric matrix. This behavior is consistent with previous

studies showing that spray-drying microencapsulation enhances thermal stability and delays volatilization of essential oils [43,44].

The DTG profile of the microparticles revealed a multi-step degradation pattern. An initial low-intensity event observed below 150 °C can be attributed to moisture desorption from the hydrophilic polymeric structure, a common feature in spray-dried systems [43]. This was followed by a secondary event between approximately 260–280 °C, which may be associated with the release of entrapped volatile compounds and polysaccharide chain scission within the gum arabic matrix, as commonly reported for carbohydrate-based encapsulating agents. The principal degradation peak was observed at higher temperatures (330–345 °C), corresponding to thermal decomposition of the polymeric matrix [43].

Compared to the free oil, the broader and less intense DTG peak observed for the microparticles indicates a more gradual mass loss process. This behavior suggests that incorporation of the essential oil into the polymeric system modifies its thermal degradation profile, delaying volatilization and distributing mass loss over a wider temperature range, as previously described for encapsulated systems [43].

From an application perspective, the substantial increase in degradation onset temperature and the reduction in total mass loss indicate enhanced thermal robustness of the encapsulated system. These characteristics indicate enhanced resistance to processing conditions, including the preparation of semisolid formulations with hot incorporation of the essential oil as the active ingredient. The broader DTG peak observed for the microparticles is consistent with a more progressive degradation behavior compared to the abrupt volatilization observed for the free oil. Additionally, this result is consistent with those obtained in the forced thermal degradation study and highlights the protective effect of microencapsulation.

3.7 Evaluation of oxidative stability in a lipidic matrix

Lipid oxidation is one of the main factors responsible for the deterioration of lipid-rich systems during storage and processing [46]. These reactions are undesirable, as they can negatively affect the chemical stability and sensory properties of lipid-containing formulations.

Peroxide value (PV), an indicator of hydroperoxide levels among primary oxidation products, was determined to assess the oxidative stability of sweet almond oil containing the microparticles, in comparison with the same matrix containing non-encapsulated oil. The selection of sweet almond oil as the lipid matrix in this study was based on its well-established use in pharmaceutical and cosmetic formulations. During the initial storage of the samples at 50 °C for 60 days, minimal variations in PV values were observed, indicating that the initial thermal stress was insufficient to induce extensive lipid oxidation within this time frame. For this reason, the storage temperature was subsequently increased to 60 °C in order to accelerate oxidative reactions and enable clearer discrimination among the antioxidant performances of the tested systems.

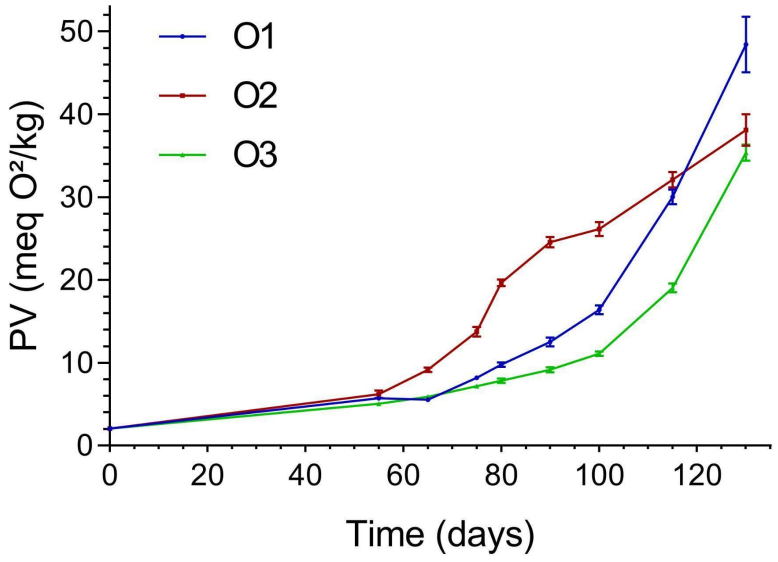


Figure 7. Evolution of peroxide value (PV) of almond oil systems during storage at 50 to 60 °C. O1: control oil; O2: oil containing free LEO; O3: oil containing LEO-MPs. Values are expressed as mean ± SD (n = 3).

As can be observed in Figure 7, the control sample (O1), consisting of pure almond

oil without antioxidant, exhibited the highest PV values and the most pronounced degradation profile over the storage period. PV increased from approximately 2 meq O_2/kg at time zero to 49 meq O_2/kg at the end of the experiment. This behavior is consistent with literature reports describing the oxidative susceptibility of vegetable oils lacking added antioxidants, particularly those containing unsaturated fatty acids [47. Although almond oil contains endogenous antioxidants such as tocopherols, the presence of unsaturated fatty acids, particularly linoleic acid, provides reactive sites for oxygen attack under prolonged thermal stress, ultimately leading to hydroperoxide accumulation [48]

Interestingly, the sample containing free lemongrass essential oil (O2) displayed a transiently higher PV than the control oil, particularly between 65 and 100 days of storage. This result indicates that, under certain conditions, the addition of non-encapsulated LEO may accelerate rather than inhibit lipid oxidation, as previously reported in studies where essential oil (*Aloysia citrodora*) incorporation increased oxidation parameters and reduced oxidative stability of edible oils [49]. A plausible explanation for this behavior lies in the thermal and oxidative instability of essential oil constituents when directly exposed to heat and oxygen. Lemongrass essential oil is rich in highly volatile and chemically unstable compounds, particularly citral isomers, which are susceptible to degradation under thermal and oxidative conditions [45]. In addition, temperature-induced compositional changes in essential oils, including reductions in citral content and alterations in minor terpene fractions, have been reported [42]. Given that these compounds contain multiple double bonds and reactive functional groups, their degradation may contribute to the formation of secondary oxidation products in lipid systems.

The resulting degradation products may further promote oxidation reactions in the surrounding lipid matrix, contributing to lipid hydroperoxide formation under thermal stress [47]. Thus, in the absence of a protective barrier, the essential oil and the almond oil likely underwent simultaneous oxidation, leading to an overall increase in PV relative to the control [49].

These findings highlight the critical role of microencapsulation in preserving the functional activity of essential oils. Encapsulation has been shown to provide a physical barrier that limits oxygen diffusion, reduces volatilization, and protects

sensitive compounds from environmental stresses such as heat and oxygen exposure [7,11,13]. Without such protection, essential oils are prone to degradation and loss of functional properties under adverse conditions [45,50].

In contrast, the formulation containing LEO-GA-loaded microparticles (O3) exhibited the lowest PV values throughout the experimental period, demonstrating superior oxidative stability. This behavior confirms that microencapsulation effectively preserved the antioxidant functionality of the essential oil and mitigated lipid oxidation in the almond oil matrix. The protective effect conferred by gum arabic likely slowed the release of the essential oil, reduced its direct exposure to heat and oxygen, and limited degradation processes. Similar protective effects of microencapsulation on essential oil stability have been widely reported, as encapsulating matrices act as physical barriers that protect volatile compounds, prevent degradation reactions, and enable controlled release [23]. In addition, encapsulated essential oils exhibit reduced release rates and improved thermal stability compared to their free counterparts [16,43].

The p-anisidine value (p-AnV), which reflects the formation of secondary oxidation products such as aldehydes and ketones, further supports these interpretations (Fig. 8). Secondary oxidation products arise from the decomposition of unstable hydroperoxides and are primarily responsible for rancid off-flavors [48]. In this study, secondary oxidation developed slowly, likely due to the presence of endogenous antioxidants in almond oil that initially delayed hydroperoxide breakdown.

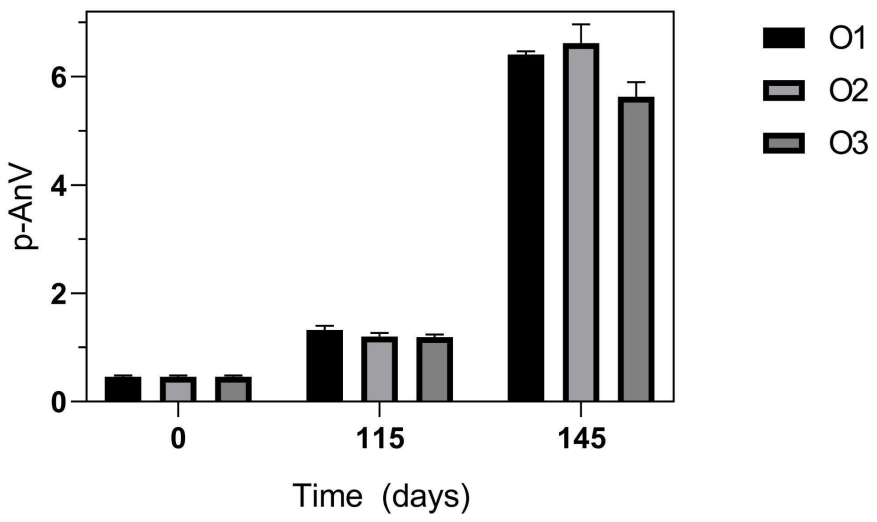


Figure 8. p-Anisidine values (p-AV) of sweet almond oil systems during accelerated thermal storage: control (O1), oil containing LEO (O2), and oil containing LEO-GA-MPs (O3) at 0, 115, and 145 days.

As observed in Figure 8, after 115 days of storage, the control sample (O1) exhibited the highest p-AnV, consistent with its elevated PV and advanced oxidative degradation. This behavior is characteristic of lipid systems lacking effective antioxidant protection and aligns with previous studies on vegetable oils under thermal stress. While the incorporation of essential oils has been widely explored as a strategy to improve oxidative stability [46], the present results underscore the limitations of this approach when the essential oil is not protected.

Notably, the p-AnV of the sample containing free essential oil (O2) reached values comparable to the control at the end of the study, indicating a loss of antioxidant efficacy over prolonged storage. This outcome suggests that the antioxidant constituents of lemongrass essential oil were themselves oxidatively degraded under sustained thermal stress, resulting in limited long-term protection. Similar behavior has been reported in lipid systems where the addition of non-encapsulated essential oils led to increased oxidation and reduced oxidative stability during storage [49].

Consistent with the PV results, the sample containing essential oil-loaded microparticles (O3) exhibited the lowest p-AnV values, confirming its enhanced resistance to both primary and secondary oxidation. The concordance between PV and p-AnV trends indicates that microencapsulation not only delayed hydroperoxide formation but also suppressed their subsequent decomposition into secondary oxidation products. This reinforces the conclusion that gum arabic-based microencapsulation effectively protected the essential oil from degradation while maintaining its antioxidant activity within the lipid matrix [23].

Overall, these findings demonstrate that while almond oil alone is susceptible to oxidative degradation under thermal stress, and the addition of free essential oil may even exacerbate oxidation at intermediate stages, microencapsulation represents an effective strategy to stabilize lemongrass essential oil and enhance its antioxidant performance in lipid systems.

Kinetic models of lipid oxidation have been widely applied to describe and predict the progression and extent of oxidative deterioration in lipid-containing systems [25]. For the control sample (O1), the oxidation process exhibited a superior fit to the first-order kinetic model (R^2 = 0.9968), compared with the zero-order model (R^2 = 0.9038). The calculated rate constant (k = 0.033 day^{-1}) indicates a progressive acceleration of peroxide formation as oxidation proceeded, consistent with typical lipid autoxidation mechanisms involving radical propagation (Table 6).

Table 6. Kinetic parameters of lipid oxidation in sweet almond oil systems fitted to zero-order and first-order models.

	Zero order			First order		
Sample	**Equation**	**R^2**	**k**	**Equation**	**R^2**	**k**
-	$C = C_0 + kt$	-	-	$\ln(C/C_0) = kt$	-	-
O1	C = 0,6392t - 41,35	0,9038	0,6392	ln(C) = 0,0330t - 1,1447	0,9968	0,0330
O2	C = 338t -17,277	0,9641	0,4338	ln(C) = 0,0204t + 0,4283	0,8719	0,0204
O3	C = 0,4218t - 25,802	0,8455	0,4218	ln(C) = 0,0272t - 0,8424	0,9701	0,0272

Similarly, the microencapsulated system (O3) also followed first-order kinetics (R^2 = 0.9701), suggesting that peroxide formation remained dependent on the concentration of oxidizable substrates throughout storage. Notably, O3 presented a lower reaction rate constant (k = 0.0272 day^{-1}) compared with O1, indicating a reduced oxidation rate and confirming the protective effect of microencapsulation against thermal oxidation.

In contrast, the system containing free essential oil (O2) showed a better fit to the zero-order kinetic model (R^2 = 0.9641), while the first-order fit was considerably lower (R^2 = 0.8719). The zero-order behavior suggests a degradation process less dependent on substrate concentration and potentially influenced by simultaneous oxidation of both the almond oil matrix and the unprotected essential oil. This altered kinetic profile supports the hypothesis that the free essential oil may have undergone accelerated degradation, contributing to a distinct oxidation pathway compared with the encapsulated system.

Overall, the kinetic parameters demonstrate that microencapsulation not only reduced the oxidation rate constant but also preserved the expected first-order degradation behavior of lipid autoxidation, reinforcing its effectiveness in stabilizing the oil system under thermal stress conditions.

3.8 Preservative Efficacy Test

The preservative efficacy test was conducted using a hydrophilic base formulation consisting of a HPMC-based hydrogel, in order to promote potential microbial proliferation and enable the evaluation of the antimicrobial effect of LEO and LEO-GP-MP.

The test was conducted in accordance with the European Pharmacopoeia guidelines, and antimicrobial performance was evaluated based on Criterion A requirements for topical and cosmetic preparations (Table 7). According to this criterion, bacterial strains must demonstrate a reduction of at least 3 log units within 7 days, with no subsequent increase at Days 14 and 28, while *Candida albicans* must exhibit a minimum 1 log reduction within 14 days, without regrowth during the test period (Farmacopeia).

Table 7. Microbial recovery (log_{10} CFU/g) during the 28-day preservative efficacy test of HPMC gel formulations containing free and microencapsulated *Cymbopogon flexuosus* essential oil (LEO).

Microorganism	Sample	Initial recovery (t_0)	Day 7	Day 14	Day 28	Compliance
S. aureus	LEO-GA-MPs	5,589	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	Free LEO	5,433	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	HPMC hydrogel	5,716	6,681	7,195	7,248	✗

E. coli	LEO-GA-MPs	4,824	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	Free LEO	4,759	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	HPMC hydrogel	5,301	7,556	7,845	8,003	✗
P. aeruginosa	LEO-GA-MPs	5,599	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	Free LEO	5,589	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	HPMC hydrogel	5,989	6,744	6,987	7,021	✗
C. albicans	LEO-GA-MPs	3,720	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	Free LEO	3,698	<LOD	<LOD	<LOD	✓ (Criterion A)
	HPMC hydrogel	4,301	6,371	6,406	6,514	✗

<LOD indicates counts below the microbiological detection limit of the assay.

All formulations, containing either free LEO or LEO-GA-loaded microparticles, demonstrated rapid and sustained antimicrobial activity against all tested microorganisms. For all strains, microbial counts were reduced to below the limit of detection (<LOD) within 7 days and remained undetectable throughout the 28-day evaluation period, fulfilling Criterion A requirements and indicating robust preservative efficacy.

In contrast, the HPMC hydrogel without essential oil was unable to control microbial proliferation. Instead of reduction, progressive microbial growth was observed over time, confirming that the polymeric matrix does not exhibit intrinsic antimicrobial activity and that the observed preservative effect is attributable to the presence of LEO (Fig. 8).

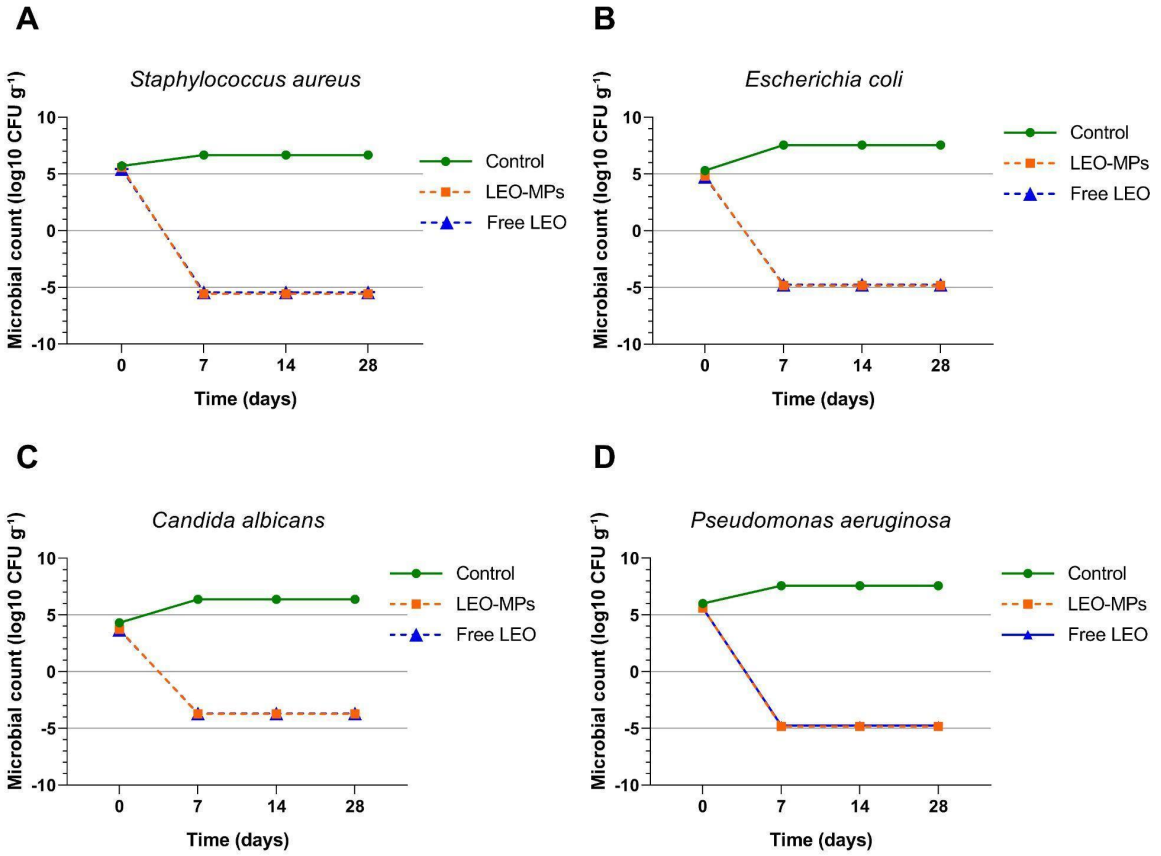


Figure 9. Microbial survival curves (log_{10} CFU g^{-1}) during preservative efficacy testing of HPMC gel formulations challenged with (A) *Staphylococcus aureus*, (B) *Escherichia coli*, (C) *Candida albicans*, and (D) *Pseudomonas aeruginosa*. Control corresponds to contaminated gel without preservative.

The HPMC-based hydrogel exhibited a Newtonian flow behavior with viscosity of 120 mPa·s. Similar values were observed for the formulation containing free LEO, indicating that direct incorporation of the essential oil did not significantly alter the flow behavior of the system. In contrast, the addition of LEO-GA-loaded microparticles increased viscosity to 290 mPa·s (approximately 2.4-fold).

Changes in viscosity were observed only in the LEO-MP-containing formulation, whereas incorporation of free LEO did not significantly affect the flow profile. In semisolid systems such as HPMC hydrogels, viscosity is a key parameter associated with physical stability and the maintenance of homogeneous distribution of active compounds, both of which are important for preservative performance [26,51]. Notably, the increase in viscosity observed for the LEO-GA-MP formulation did not

compromise antimicrobial efficacy, as evidenced by the absence of delayed microbial regrowth during the challenge test.

In parallel with microbiological performance, marked differences in physical stability were observed among the evaluated formulations. The HPMC hydrogel containing free LEO exhibited progressive phase separation during storage, indicating limited compatibility between the lipophilic oil phase and the hydrophilic polymeric matrix. Such heterogeneity may compromise the uniform distribution of antimicrobial agents within semisolid systems, potentially leading to localized depletion of preservative and uneven microbial protection [26].

By contrast, the HPMC hydrogel containing LEO-GA-MPs remained macroscopically homogeneous throughout the storage period. In this system, the essential oil was retained within the polymeric carrier, enabling its uniform distribution within the hydrogel matrix and preventing phase separation. This improved physical stability is particularly relevant for preservative systems, as compliance with pharmacopoeial requirements presupposes homogeneous dispersion of the antimicrobial agent throughout the formulation (European Pharmacopoeia, 2023; Chen et al., 2024). Furthermore, retention of the essential oil within the microparticulate system may contribute to reduced volatilization and degradation, supporting the sustained antimicrobial performance observed during the challenge test [23,32].

These findings are in line with the growing shift toward multifunctional ingredients with intrinsic antimicrobial properties as alternatives to conventional preservatives [2]. In this context, LEO-GA-loaded microparticles emerge as a promising strategy for the development of self-preserving semisolid formulations, enabling effective antimicrobial performance while improving physicochemical stability and formulation homogeneity.

4. Conclusion

This study demonstrates that spray-drying microencapsulation using natural polymeric wall materials effectively stabilizes *Cymbopogon flexuosus* essential oil while preserving its multifunctional bioactivity. Among the evaluated systems, gum

arabic provided the highest encapsulation efficiency (82.2 ± 4.5%), indicating its suitability as a carrier matrix for volatile citral-rich essential oil as LEO.

Microencapsulation did not compromise antioxidant activity, with encapsulated samples exhibiting radical scavenging capacity comparable to the free oil. Under forced degradation conditions, the protective effect of the polymeric matrix became evident. After 60 days at 50 °C, encapsulated oil retained significantly higher antioxidant activity than the free oil. A similar trend was observed under UV exposure. These findings confirm the role of microencapsulation in mitigating thermal and photo-induced degradation of volatile bioactive compounds.

Antimicrobial activity was preserved after spray drying, and both free and microencapsulated essential oil met pharmacopoeial preservative efficacy criteria when incorporated into a semisolid gel formulation. Additionally, incorporation of the microparticles into a lipid matrix resulted in reduced oxidative degradation under accelerated thermal conditions, indicating improved oxidative stability in formulation-relevant environments.

Overall, the results support spray-drying microencapsulation as a technically viable and scalable approach to enhance the stability and maintain the multifunctional performance of *Cymbopogon flexuosus* essential oil. The combination of preserved bioactivity, improved resistance to environmental stress, and compatibility with semisolid and lipid systems highlights the potential of this strategy for the development of stable cosmetic and pharmaceutical formulations containing naturally derived bioactive compounds.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgments

Matheus L. Duarte acknowledges Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Estado de Santa Catarina (FAPESC) for the scholarship support. The authors also thank the Central Laboratory for Electron Microscopy at the Federal University of Santa Catarina (LCME/UFSC) for the SEM analyses, and the Analytical Center of the Department of Chemical and Food Engineering at UFSC for the gas chromatography analyses.

Authors contribution

Matheus L. Duarte: Conceptualization, Methodology, Investigation, Data curation, Formal analysis, Writing (original draft). Jamylly V. Martins: Methodology, Investigation. Sophia A. B. da Rocha: Methodology, Investigation. Eduardo H. S. Silva: Methodology, Investigation. Luana M. da Silva: Investigation. Bianca R. Pezzini: Conceptualization. Giovana C. Bazzo: Conceptualization, Supervision, Project administration, Writing (review & editing).

Data availability

The data supporting the findings of this study are available from the corresponding author upon reasonable request.

References

[1] U. Yusupova, D. Tojiboeva, R. Mukhamatkhanova, D. Dusmatova, Essential oils as an alternative to synthetic antiseptics in cosmetics and personal care products, Chem. Biodivers. 23 (2026) e03449. https://doi.org/10.1002/cbdv.202503449

[2] T. Chen, H. Chang, Deciphering trends in replacing preservatives in cosmetics intended for infants and sensitive population, Sci. Rep. 14 (2024) 19053. https://doi.org/10.1038/s41598-024-69624-9

[3] D.P. de Sousa, R.O.S. Damasceno, R. Amorati, H.A. Elshabrawy, R.D. de Castro, D.P. Bezerra, V.R.V. Nunes, R.C. Gomes, T.C. Lima, Essential oils: chemistry and pharmacological activities, Biomolecules 13 (2023) 1144. https://doi.org/10.3390/biom13071144

[4] A. Bibow, W. Oleszek, Essential oils as potential natural antioxidants, antimicrobial, and antifungal agents in active food packaging, Antibiotics 13 (2024) 1168. https://doi.org/10.3390/antibiotics13121168

[5] D. Prochnow, R.S. dos Santos, L.M. Barros, D. Schmidt, B.M. Heinzmann, V.K. da Luz, A. Costa de Oliveira, C. Pegoraro, L.C. da Maia (2023). Chemical profile of essential oil in four *Cymbopogon* species grown in southern Brazil. Genet. Mol. Res. 22(4): GMR19160. https://doi.org/10.4238/gmr19160

[6] A. Bhatnagar, Chemical composition and antioxidant activity of essential oil of *Cymbopogon* flexuosus, J. Appl. Nat. Sci. 12 (2020) 25–29. https://doi.org/10.31018/jans.v12i1.2207

[7] Ö. Altay, Ö. Köprüalan, I. İlter, M. Koç, F.K. Ertekin, S.M. Jafari, Spray drying encapsulation of essential oils: process efficiency, formulation strategies, and applications, Crit. Rev. Food Sci. Nutr. 64 (2024) 1139–1157. https://doi.org/10.1080/10408398.2022.2113364

[8] H.S. Elshafie, Plant essential oil with biological activity, Plants 11 (2022) 980. https://doi.org/10.3390/plants11070980

[9] R. Tisserand, R. Young, Essential oil safety: a guide for health care professionals, second ed., Churchill Livingstone, 2013.

[10] A.M. de Melo, R.C.T. Barbi, F.L. Chaves Almeida, W.F.C. de Souza, A.M. de Melo Cavalcante, H.J.B. de Souza, D.A. Botrel, S.V. Borges, R.G. Costa, M.R. Quirino, S. de Sousa, Effect of microencapsulation on chemical composition and antimicrobial, antioxidant and cytotoxic properties of lemongrass (*Cymbopogon flexuosus*) essential oil, Food Technol. Biotechnol. 60 (2022) 386–395. https://doi.org/10.17113/ftb.60.03.22.7470

[11] L. Pudžiuvelytė, E. Petrauskaitė, J. Stabrauskienė, J. Bernatonienė, Spray-drying microencapsulation of natural bioactives: advances in sustainable wall materials, Pharmaceuticals 18 (2025) 963. https://doi.org/10.3390/ph18070963

[12] I.T. Carvalho, B.N. Estevinho, L. Santos, Application of microencapsulated essential oils in cosmetic and personal healthcare products: a review, Int. J. Cosmet. Sci. 38 (2016) 109–119. https://doi.org/10.1111/ics.12232

[13] B. Fernandes, M.C. Oliveira, A.C. Marques, R.G. Dos Santos, C. Serrano, Microencapsulation of essential oils and oleoresins: applications in food products, Foods 13 (2024) 3873. https://doi.org/10.3390/foods13233873

[14] Y. Yang, W. Yang, X. Chen, H. Xiao, G.Q. Liu, W. Han, J. Li, Starch nanoparticle loading cinnamon essential oil encapsulated by complex coacervation of chitosan and gum Arabic improve the stability and antibacterial potential of the microcapsules, Int. J. Biol. Macromol. 310 (2025) 143613. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.143613

[15] E.J.G. Laureanti, T.S. Paiva, L.M. de Matos Jorge, R.M.M. Jorge, Microencapsulation of bioactive compound extracts using maltodextrin and gum

arabic by spray and freeze-drying techniques, Int. J. Biol. Macromol. 253 (2023) 126969. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126969

[16] D. Nikjoo, I. van der Zwaan, J. Rudén, G. Frenning, Engineered microparticles of hyaluronic acid hydrogel for controlled pulmonary release of salbutamol sulphate, Int. J. Pharm. 643 (2023) 123225. https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2023.123225

[17] H. Cheng, Y. Wang, Y. Hong, F. Wu, L. Shen, X. Lin, Low-viscosity hydroxypropyl methylcellulose obtained by electron beam irradiation and its performance in spray drying, Int. J. Biol. Macromol. 275 (2024) 133626. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.133626

[18] J. Baranauskaite, M.A. Ockun, B. Uner, C. Tas, L. Ivanauskas, Effect of the amount of polysorbate 80 and oregano essential oil on the emulsion stability and characterization properties of sodium alginate microcapsules, Molecules 26 (2021) 6304. https://doi.org/10.3390/molecules26206304

[19] W. Brand-Williams, M.E. Cuvelier, C. Berset, Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity, LWT 28 (1995) 25–30.

[20] İ. Gülçin, S.H. Alwasel, DPPH radical scavenging assay, Processes 11 (2023) 2248. https://doi.org/10.3390/pr11082248

[21] Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI), Methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically, 11th ed., CLSI standard M07, Wayne, PA, 2018.

[22] Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI), Reference method for broth dilution antifungal susceptibility testing of yeasts, 4th ed., CLSI standard M27, Wayne, PA, 2017.

[23] J. Bajac, B. Nikolovski, L. Petrović, T. Nemeš, M. Kostić, Ž. Milovac, S. Gvozdenac, I. Mitrović, Antimicrobial and insecticidal activity of spray dried juniper berry (*Juniperus communis* L.) essential oil microcapsules prepared by using gum arabic and maltodextrin, Int. J. Biol. Macromol. 306 (2025) 141128. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.141128

[24] AOCS, Official methods and recommended practices of the AOCS, 7th ed., American Oil Chemists' Society, Urbana, IL, 2017.

[25] X. Pu, Y. Zhang, Z. Liang, D. Li, R. Yu, X. Li, W. Zhao, C. Ning, Y. Ji, S. Gao, Q. Sheng, H. Zhu, Microencapsulation efficiency, oxidative stability, and *in vitro* digestibility of walnut oil microcapsules: effects of process conditions and antioxidants, LWT 234 (2025) 118547. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2025.118547

[26] European Pharmacopoeia Commission, European Pharmacopoeia, 11th ed., Chapter 5.1.3: efficacy of antimicrobial preservation, Council of Europe, Strasbourg, 2023.

[27] F. Nataren-Rodríguez, J. Pacheco-Molina, S.L. Gracia-Vásquez, I. Balderas-Rentería, M.A. Ramírez-Cabrera, E. Arredondo-Espinoza, K.J. Santamaría,

P. González-Barranco, Spray-dried polymeric microspheres for lipophilic drugs: formulation design, physicochemical characterization, and *in vitro* release evaluation, Pharmaceuticals 18 (2025) 1020. https://doi.org/10.3390/ph18071020

[28] D. Pathania, M. Sharma, P. Thakur, V. Chaudhary, A. Kaushik, H. Furukawa, A. Khosla, Exploring phytochemical composition, photocatalytic, antibacterial, and antifungal efficacies of Au NPs supported by *Cymbopogon flexuosus* essential oil, Sci. Rep. 12 (2022) 14249. https://doi.org/10.1038/s41598-022-15899-9

[29] S. Annemer, A. Ez-Zoubi, Y. Ez Zoubi, B. Satrani, H. Stambouli, A. Assouguem, R. Ullah, T. Bouayoun, N. Fettoukh, A. Farah, Optimization and antifungal efficacy against brown rot fungi of combined Salvia rosmarinus and Cedrus atlantica essential oils encapsulated in gum arabic, Sci. Rep. 13 (2023) 19548. https://doi.org/10.1038/s41598-023-46858-7

[30] E.A. Ozon, A.M. Burloiu, A.M. Musuc, G. Manda, V. Anuta, C.E. Dinu-Pîrvu, D. Lupuliasa, I.V. Neagoe, M. Anastasescu, R.P. Socoteanu, I. Atkinson, R.A. Mitran, D.C. Culita, R. Boscencu, Cellulose-derived gels for topical delivery: HPMC as a functional matrix for porphyrinic photosensitizers, Gels 11 (2025) 824. https://doi.org/10.3390/gels11100824

[31] J. Niu, M. Yuan, Z. Zhang, L. Wang, Y. Fan, X. Liu, X. Liu, H. Ya, Y. Zhang, Y. Xu, Hyaluronic acid micelles for promoting the skin permeation and deposition of curcumin, Int. J. Nanomedicine 17 (2022) 4009–4022. https://doi.org/10.2147/IJN.S372711

[32] D.D. de Oliveira Alencar, E.L. de Souza, E.T. da Cruz Almeida, A.L. da Silva, H.M.L. Oliveira, M.T. Cavalcanti, Microencapsulation of *Cymbopogon citratus* D.C. Stapf essential oil with spray drying: development, characterization, and antioxidant and antibacterial activities, Foods 11 (2022) 1111. https://doi.org/10.3390/foods11081111

[33] A.M. de Melo, R.C.T. Barbi, W.F.C. Souza, L.C. Luna, H.J.B. Souza, G.L. Lucena, M.R. Quirino, S. Sousa, Microencapsulated lemongrass (*Cymbopogon flexuosus*) essential oil: a new source of natural additive applied to Coalho cheese, J. Food Process. Preserv. 44 (2020) e14783. https://doi.org/10.1111/jfpp.14783

[34] H. Chowdhury, A.K. Bera, S. Raut, R.C. Malick, H.S. Swain, A. Saha, B.K. Das, *In vitro* antibacterial efficacy of *Cymbopogon flexuosus* essential oil against *Aeromonas hydrophila* of fish origin and *in silico* molecular docking of the essential oil components against DNA gyrase-B and their drug-likeness, Chem. Biodivers. 20 (2023) e202200668. https://doi.org/10.1002/cbdv.202200668

[35] A.P. Quendera, A. Barreto, T. Semedo-Lemsaddek, Antimicrobial activity of essential oils against foodborne multidrug-resistant enterococci and aeromonads in planktonic and biofilm state, Food Sci. Technol. Int. 25 (2018) 101–108. https://doi.org/10.1177/1082013218799027

[36] K.A. Dalla Costa, R. Moura, A. Millezi, Antimicrobial and antibiofilm activity of *Cymbopogon flexuosus* essential oil microemulsions, Rev. Ceres 66 (2019) 447–455. https://doi.org/10.1590/0034-737x201966050006

[37] A.A. Al-Ghanayem, Phytochemical analysis of *Cymbopogon flexuosus* oil and its antifungal and antibiofilm activity against *Candida albicans*, J. King Saud Univ. Sci. 34 (2022) 101975.

[38] M.M. Nguyen, S. Karboune, Combinatorial interactions of essential oils enriched with individual polyphenols, polyphenol mixes, and plant extracts: multi-antioxidant systems, Antioxidants 12 (2023) 486. https://doi.org/10.3390/antiox12020486

[39] A. Sayout, A. Ouarhach, R. Rabie, I. Dilagui, N. Soraa, A. Romane, Evaluation of antibacterial activity of Lavandula pedunculata subsp. atlantica essential oil and selected terpenoids: structure–activity relationships, Chem. Biodivers. 17 (2020) e1900496. https://doi.org/10.1002/cbdv.201900496

[40] M.M. Rahman, R.B.H. Wills, M.C. Bowyer, J. Golding, T. Kirkman, P. Pristijono, Efficacy of orange essential oil and citral after exposure to UV-C irradiation to inhibit *Penicillium digitatum*, Horticulturae 6 (2020) 102. https://doi.org/10.3390/horticulturae6040102

[41] A.C. Lim, S.G.H. Tang, N.M. Zin, A.M. Maisarah, I.A. Ariffin, P. Ker, T.M.I. Mahlia, Chemical composition, antioxidant, antibacterial, and antibiofilm activities of Backhousia citriodora essential oil, Molecules 27 (2022) 4895. https://doi.org/10.3390/molecules27154895

[42] F. Yahya, W.T. Teng, N. Ibrahim, Effect of different solvents and temperatures of extraction on citral concentration and antioxidant properties of lemongrass extract, Malays. Appl. Biol. 49 (2020) 149–158. https://doi.org/10.55230/mabjournal.v49i4.1596

[43] G.R. Carvalho, R.V.B. Fernandes, E. de Castro e Silva, A.L.A. Dessimoni, C.R. Oliveira, S.V. Borges, D.A. Botrel, Influence of modified starches as wall materials on the properties of spray-dried lemongrass oil, J. Food Sci. Technol. 56 (2019) 4972–4981. https://doi.org/10.1007/s13197-019-03969-2

[44] W.S. Martins, J.S.F. de Araújo, B.F. Feitosa, J.R. Oliveira, L.R.V. Kotzebue, D.L.S. Agostini, D.L.V. de Oliveira, S.E. Mazzetto, M.T. Cavalcanti, A.L. da Silva, Lemongrass (*Cymbopogon citratus* DC. Stapf) essential oil microparticles: development, characterization, and antioxidant potential, Food Chem. 355 (2021) 129644. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.129644

[45] Y. Li, J. Mei, J. Xie, Citral: bioactivity, metabolism, delivery systems, and food preservation applications, Compr. Rev. Food Sci. Food Saf. 24 (2025) e70168. https://doi.org/10.1111/1541-4337.70168

[46] I. Gutiérrez-Del-Río, S. López-Ibáñez, P. Magadán-Corpas, L. Fernández-Calleja, Á. Pérez-Valero, M. Tuñón-Granda, E.M. Miguélez, C.J. Villar, F.

Lombó, Terpenoids and polyphenols as natural antioxidant agents in food preservation, Antioxidants 10 (2021) 1264. https://doi.org/10.3390/antiox10081264

[47] H. Wu, N. Tatiyaborworntham, M. Hajimohammadi, E.A. Decker, M.P. Richards, I. Undeland, Model systems for studying lipid oxidation associated with muscle foods: methods, challenges, and prospects, Crit. Rev. Food Sci. Nutr. 64 (2024) 153–171. https://doi.org/10.1080/10408398.2022.2105302

[48] Y. Zhuang, J. Dong, X. He, J. Wang, C. Li, L. Dong, Y. Zhang, X. Zhou, H. Wang, Y. Yi, S. Wang, Impact of heating temperature and fatty acid type on the formation of lipid oxidation products during thermal processing, Front. Nutr. 9 (2022) 913297. https://doi.org/10.3389/fnut.2022.913297

[49] M. Cherif, N. Rodrigues, A. Veloso, K. Zaghdoudi, J.A. Pereira, A.M. Peres, Kinetic-thermodynamic study of the oxidative stability of Arbequina olive oils flavored with lemon verbena essential oil, LWT 140 (2021) 110711. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110711

[50] N. Nhan, T.T. Vo, T. Nhi, T.H.N. Le, C. Mai, T.T. Tran, G.B. Long, Encapsulation efficiency and thermal stability of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil microencapsulated by the spray-drying process, Food Res. 5 (2020) 195–202. https://doi.org/10.26656/fr.2017.5(1).300

[51] D. Banov, Y. Liu, K. Ip, A. Shan, C. Vu, O. Zdoryk, A.S. Bassani, M. Carvalho, Analysis of the physical characteristics of an anhydrous vehicle for compounded pediatric oral liquids, Pharmaceutics 15 (2023) 2642. https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15112642

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este estudo demonstrou que a microencapsulação do óleo essencial de *Cymbopogon flexuosus* (capim-limão) por spray drying representa uma solução tecnológica viável, escalável e alinhada às demandas contemporâneas da indústria cosmética por inovação sustentável.

A etapa de triagem funcional evidenciou que, entre os óleos essenciais avaliados, o de capim-limão apresentou o melhor equilíbrio entre atividade antioxidante e antimicrobiana. Sua eficácia frente a microrganismos de relevância cosmética, associada à atividade antioxidante compatível com uso tópico em baixas concentrações, justificou sua seleção com base em critérios técnicos, funcionais e de segurança.

A microencapsulação mostrou-se determinante para superar limitações intrínsecas do óleo essencial, como volatilidade, sensibilidade térmica e fotoquímica, baixa dispersibilidade em sistemas aquosos e potencial instabilidade ao longo do armazenamento. As micropartículas formuladas com goma arábica como material de parede apresentaram elevado teor de óleo encapsulado, integridade estrutural preservada e aumento significativo da estabilidade térmica em comparação ao óleo livre. As análises físico-químicas confirmaram encapsulação predominantemente por aprisionamento físico, sem formação de interações químicas indesejadas, garantindo a manutenção da identidade estrutural do óleo essencial.

Os estudos de estabilidade acelerada demonstraram que o sistema microencapsulado preserva de forma mais eficiente a atividade antioxidante sob condições de estresse térmico e radiação UV. No modelo lipídico, a incorporação das micropartículas resultou em menor progressão de marcadores oxidativos, reforçando o potencial antioxidante funcional em matrizes oleosas. No teste de eficácia conservante em gel-base de HPMC, as micropartículas contendo óleo essencial de capim-limão atenderam a critérios farmacopéicos, demonstrando capacidade de controle microbiológico ao longo do tempo.

Por fim, o desenvolvimento de micropartículas como insumo intermediário para formulações cosméticas representa um avanço concreto rumo a sistemas

conservantes mais sustentáveis, inovadores e alinhados às expectativas de um mercado cada vez mais orientado pelo ambientalismo e química verde.

Como perspectivas futuras, considera-se necessária a aplicação das micropartículas e a avaliação de sua performance conservante e antioxidante em preparações cosméticas mais complexas, incluindo estudos de estabilidade de longa duração, bem como a investigação do perfil de liberação do óleo a partir das partículas em diferentes meios (aquosos e oleosos), a fim de compreender sua performance nas formulações.