



UTILIZAÇÃO DE MICROPARTÍCULAS OBTIDAS POR COACERVAÇÃO COMPLEXA PARA INCORPORAÇÃO DE LIPÍDEOS EM SISTEMAS ESTRUTURADOS DE HIDROCOLÓIDES

Thais T. Jurt^{1a}; Izabela D. Alvim^{1b}; Marise B. Queiroz^{1c}; Ana Maria R. O. Miguel^{2c}

¹ Instituto de Tecnologia de Alimentos, Centro de Tecnologia de Cereais e Chocolates, ² Instituto de Tecnologia de Alimentos, Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos

Nº 13229

RESUMO

Um grande desafio na indústria de alimentos é a incorporação de substâncias em alimentos processados, pois muitas vezes as condições de processo e as características do alimento e da substância podem ser incompatíveis provocando a perda de qualidade do produto final. A microencapsulação é uma tecnologia de formação de barreira entre uma substância de interesse (ativo) e o meio (alimento), que pode ser usada, dentre muitas funções, para veicular substâncias. Nesse contexto esse trabalho estudou parâmetros de formação de micropartículas por coacervação complexa e avaliou sua viabilidade como veículo de substâncias hidrofóbicas (ácidos graxos ômega-3 – W3, com comprovado efeito benéfico à saúde, ou oleorina de pimenta - OR, corante hidrofóbico) em matrizes de hidrocolóides (balas de goma). As micropartículas foram obtidas com sucesso para os dois ativos apresentando diâmetros médios de 34,86 (W3) e 61,49 (OR) microns, com formato esférico e polidispersidade característicos desse tipo de micropartículas. As eficiências de encapsulação observadas foram altas para os dois ativos. A incorporação dos ativos nas balas de goma foi feita na forma livre ou microencapsulada e as micropartículas se mostraram muito eficientes na entrega desses compostos na matriz da bala, que se apresentou como uma dispersão de pequenas gotas uniformemente distribuídas em toda a estrutura, diferente do ativo livre que não foi devidamente distribuído. As micropartículas coacervadas apresentaram-se como um promissor veículo de substâncias hidrofóbicas na matriz hidrofílica do confeito.

Palavras-chaves: Microencapsulação, coacervação complexa, ácidos graxos ômega-3, oleoresina de pimenta, bala de goma.

^a Bolsista CNPq: Graduação em Ciências dos Alimentos – USP-ESALQ, thais.jurt@gmail.com, ^b Orientador, ^c Colaborador



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

ABSTRACT

A major challenge in the food industry is the incorporation of substances in processed foods, since the process conditions and the characteristics of the food matrix and the substance may be incompatible causing loss of product quality. Microencapsulation is a technology to form a barrier between a substance of interest (active) and the medium (food) which can be used, among many functions, for delivery substances. In this context this work studied parameters of forming microparticles by complex coacervation and evaluated their viability as a vehicle for hydrophobic substances (omega-3 fat acids – W3, with a proven beneficial health effect or paprika oleoresin - OR, a hydrophobic natural dye) on hydrocolloid matrices (jelly beans). The microparticles were successfully obtained for the two core materials and presented average diameters of 34,86 (W3) e 61,49 (OR) microns, with typical spherical shape and polydispersity of this type of microparticles. The encapsulation efficiencies were higher for both cores. The incorporation of the cores in gummy candies was taken in free or microencapsulated form and the microparticle proved very efficient in delivery these substances in the candy matrix, which appeared as a dispersion of small droplets distributed uniformly throughout the structure, different from the free asset that was not properly distributed. The coacervated microparticles were presented as a promising vehicle for hydrophobic substances in hydrophilic matrix of confectionery products.

Key-words: Microencapsulation, complex coacervation, Omega-3 fat acids, paprika oleoresin, jelly beans.

1 INTRODUÇÃO

A incorporação de substâncias em alimentos processados muitas vezes apresenta-se como um desafio, pois incompatibilidades entre a matriz alimentícia e a substância podem tornar impossível a adição, gerando perdas de qualidade do produto ou da substância adicionada. Além disso, características intrínsecas de alguns produtos como alta viscosidade ou aqueles que não podem sofrer homogeneização ou incorporação de ar limitam adições de substâncias diversas. Tendo em vista a maior demanda por produtos de melhor qualidade nutricional apresentada pelos consumidores, cada vez mais conscientes do impacto da alimentação na saúde, a indústria de alimentos tem revelado grande interesse em adicionar diversos tipos de substâncias bioativas a alimentos processados, com a finalidade de reforçar o seu valor nutritivo.

A microencapsulação é uma tecnologia que pode ser definida como um procedimento no qual uma “barreira”, chamada de parede, é formada sobre uma substância de interesse, chamada



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013 13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

de ativo ou recheio, formando partículas. Essa barreira tem a função principal de fornecer proteção ao ativo contra as condições do meio externo, mas também fornece diversas outras vantagens como mascarar propriedades indesejáveis, permitir a liberação controlada da substância encapsulada ou melhorar sua manuseabilidade. O uso da microencapsulação com a finalidade de veicular ingredientes já é bastante explorada pela indústria na conversão de líquidos em pós (por exemplo, óleos e extratos aquosos como aromas, corantes, bioativos, etc. microencapsulados por *spray drying*) para aplicação em produtos desidratados. No entanto partículas adequadas para veicular substâncias em alguns alimentos com alto teor de água ainda são pouco exploradas e se apresentam como um nicho para o desenvolvimento de novos ingredientes (ALVIM et al, 2013; GHARSALLAOUI et al, 2007).

A coacervação complexa é uma técnica de microencapsulação que se baseia na formação de um complexo insolúvel compostos por dois biopolímeros diferentes, mediante a alteração das condições do meio (pH, força iônica, etc) ocorrendo a deposição do complexo ao redor do ativo, formando um filme, responsável pela retenção, proteção e liberação do ativo (ALVIM, GROSSO, 2010). Essa metodologia produz partículas com alto teor de água, considerável quantidade de ativo e que podem ser utilizadas para veiculação de substâncias em alimentos base aquosa.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar parâmetros de formação de micropartículas por coacervação complexa e avaliar sua viabilidade como veículo de substâncias hidrofóbicas (ácidos graxos ômega-3, que tem comprovado efeito protetor sobre certas doenças, ou oleorina de páprica, corante hidrofóbico) em matrizes de hidrocolóides (balas de goma).

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Materiais

Micropartículas: Gelatina tipo B doada pela Rousselot (Brasil), goma Arábica tipo AB pela Nexira (Brasil), óleo de girassol (Kraft, Brasil), oleoresina de páprica fornecida pela Citromax (Brasil), ácido clorídrico e hidróxido de sódio fornecido para Merck (Brasil), ômega-3 (Ropufa® - DSM, Brasil) e etanol absoluto 99,5 % (Synth, Brasil). **Balas de goma:** Açúcar Refinado (400 g); Xarope de Glicose (300 g); Colágeno (25,6 g) Gelatina (48 g); Água (221 g).

2.2. Testes preliminares de formação da emulsão

A etapa inicial do trabalho foi baseada em testes de formação da emulsão ativo solução de material de parede. Uma mistura de oleoresina de páprica e óleo de girassol (1 g, 1:9, p/p) foi



emulsionada com 99 g de solução de gelatina (1%, p/p) em dois equipamentos distintos: homogeneizador Ultra-Turrax (Mod. T18, IKA, Brasil) e Agitador Magnético (Mod. RCT BASIC, IKA, Brasil), aplicando-se diferentes condições de tempo e velocidades. As amostras geradas foram analisadas em microscópio ótico (Mod. BX4, Olympus, Brasil). As imagens foram capturadas por câmera digital (Mod. Q-Color3, Olympus, Brasil) adaptada ao microscópio.

2.3. Procedimento de encapsulação

As micropartículas coacervadas foram produzidas de acordo com Alvim; Grosso (2010). Uma mistura de oleoresina de páprica e óleo de girassol (1 g, 1:9, p/p) foi emulsionada em 100 ml de solução de gelatina (2,5 %, p,p, 50 °C) utilizando homogeneizador Ultra-Turrax, (11000 rpm / 5 min). Foram adicionados 100 ml de solução de goma Arábica (2.5 %, p/p, 50 °C) à emulsão, mantida sob agitação magnética por 10 minutos. Em seguida, adicionou-se mais 400 ml de água destilada (50 °C), sob agitação por 5 minutos. O ajuste de pH ($4,00 \pm 0,02$) foi realizado pela adição de ácido clorídrico (1,0 M). As micropartículas foram resfriadas lentamente em banho de gelo, até 15 °C, sendo mantidas sob refrigeração (~ 16 horas) para precipitação das partículas. As micropartículas produzidas foram filtradas a vácuo para utilização nas balas.

2.4. Caracterização das micropartículas

- *Diâmetros médios e distribuições de tamanho*: determinados por espalhamento de luz (Mod. L950V2, Horiba, Japão). As amostras foram dispersas em água destilada no próprio equipamento até atingir os índices de transmitância adequados para realização das leituras.
- *Morfologia*: A aparência das micropartículas foi avaliada por microscopia ótica. Uma pequena quantidade de amostra foi adicionada a uma lâmina de vidro recoberta com lamínula e observada em microscópio. As imagens foram capturadas por câmera digital.

2.5. Produção das balas de goma com ou sem ativos livre e microencapsulados

Inicialmente o açúcar, o xarope de glicose e a água foram homogeneizados manualmente e aquecidos até atingir aproximadamente 100 °C. Neste momento, adicionou-se a esta uma mistura de colágeno, gelatina e água, mantida previamente em banho-maria a 60 °C por 20 minutos. Esta mistura final foi mantida sob aquecimento até atingir concentração de sólidos solúveis de 76° Brix. O aquecimento foi suspenso e com ajuda de um dosador a massa da bala foi depositada em fôrmulas de amido (QUEIROZ, 1999). A incorporação das micropartículas ou dos ativos livres foi feita antes da dosagem, por agitação manual.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Produção das micropartículas coacervadas contendo ativos hidrofóbicos

Testes preliminares: Formação da emulsão

A etapa inicial da produção das micropartículas por coacervação complexa envolve a formação de uma emulsão entre o material de parede (solução polimérica) e o ativo. Foram avaliados dois dispositivos para a formação da emulsão que antecede a produção das micropartículas: o agitador magnético e o Ultra-Turrax. A oleoresina de páprica, por ter cor vermelha intensa, foi utilizada inicialmente para permitir a visualização adequada da localização do ativo em diversas etapas de produção das micropartículas e as condições definidas para sua microencapsulação foi aplicada para encapsulação do ômega-3. A partir das imagens obtidas por microscopia ótica (Figura 1) foi possível avaliar qual dispositivo, e qual a condição de tempo e velocidade aplicada, apresentou resultados mais adequados à produção das micropartículas com características desejáveis. As emulsões obtidas utilizando-se o agitador magnético mostraram grande incidência de coalescência e grande variação na distribuição de tamanho das gotas (Figura 1A). O dispositivo Ultra-Turrax foi escolhido para ser utilizado na produção dos coacervados, pois formou uma emulsão muito mais estável e as gotas apresentaram uma boa distribuição de tamanho, com características mais adequadas a produção das partículas (Figura 1B).

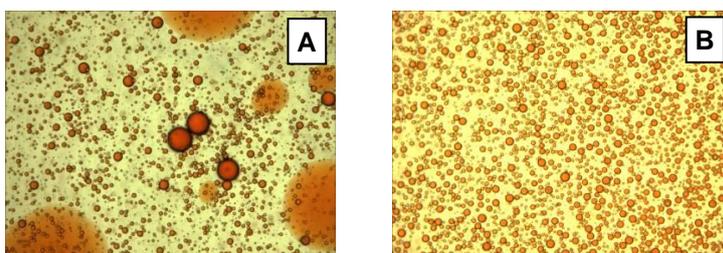


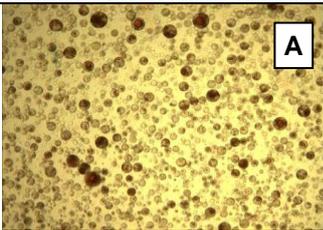
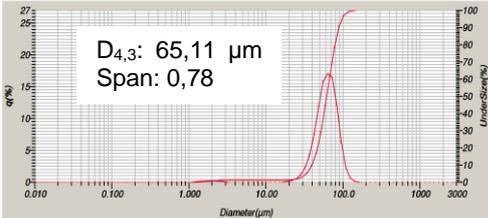
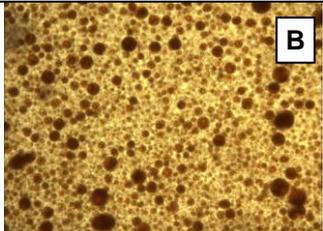
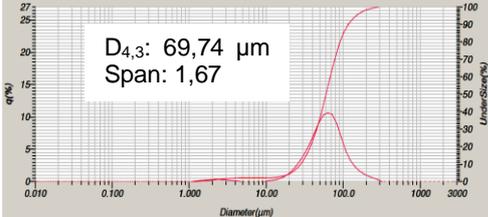
Figura 1. Emulsões. A – Agitador Magnético, Velocidade: 1100 rpm; Tempo: 10 minutos B – Ultra-Turrax, Velocidade: 11000 rpm; Tempo: 5 minutos. Aumento de 100X.

Definição da quantidade de ativo

Foram produzidas amostras de micropartículas coacervadas contendo 50% ativo em relação ao material de parede e as amostras foram analisadas em microscópio ótico. Observou-se então que a distribuição do ativo foi desigual nas micropartículas, com partículas cheias e partículas vazias, indicando que elas poderiam suportar uma maior carga de ativo. Realizou-se então um teste com 100 % de ativo em relação ao material de parede, e estas partículas apresentaram melhor distribuição da oleoresina, com a vantagem do aumento de carga do mesmo.

As características de tamanho e morfologia são apresentadas na Tabela 1. As eficiências de microencapsulação para os dois ativos foram consideradas altas já que houve ausência dos óleos na superfície da água após a decantação e, no caso do ômega-3, pela supressão do aroma característico.

Tabela 1. Micropartículas coacervadas com diferentes quantidades de ativo.

| Ativo* | Morfologia | Diametro médio e Distribuição de tamanho |
|--------|---|--|
| 50 |  A |  D _{4,3} : 65,11 µm Span: 0,78 |
| 100 |  B |  D _{4,3} : 69,74 µm Span: 1,67 |

* Porcentagem de ativo – em relação ao material de parede (B.S). A e B – Aumento de 100x.

Produção das micropartículas para inclusão em balas de goma.

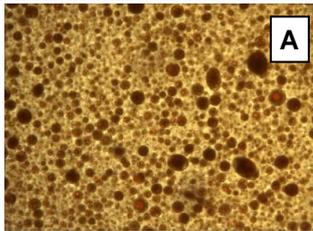
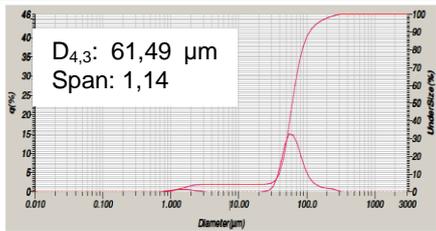
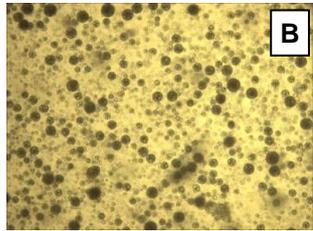
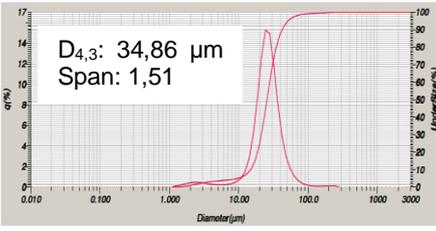
Baseado nos resultados até essa etapa, amostras de micropartículas coacervadas contendo oleoresina de páprica ou ômega-3 foram produzidas contendo 100 % do ativo em relação ao material de parede utilizando o dispositivo Ultra-Turrax (11000 rpm/5 min). Obteve-se sucesso na produção das micropartículas coacervadas contendo os dois ativos, pois as amostras formaram-se adequadamente, apresentando partículas esféricas e de boa aparência como encontrado em trabalhos semelhantes (Tabela 2). Também, as análises de diâmetro médio e as distribuições de tamanho apresentaram valores coerentes, que correspondem aos observados na literatura (ALVIM, GROSSO, 2010; PRATA et al. 2008; LAMPRECHT et al. 2001).

Incorporação de substâncias hidrofóbicas livres ou microencapsuladas nas balas de goma

Foram produzidas amostras de balas onde foram incorporadas tanto a oleoresina de páprica como o ômega-3 livres e microencapsulados. A partir das amostras produzidas foram realizadas análises morfológicas da matriz das balas e as imagens obtidas se encontram na Figura 2. As micropartículas coacervadas não resistiram fisicamente a temperatura do produto durante a incorporação e permitiram a completa liberação dos ativos na matriz do produto. As micropartículas se mostraram muito eficientes na entrega desses compostos na matriz da bala, apresentando-se

como uma dispersão de pequenas gotas uniformemente distribuídas em toda a estrutura (Figura 2 C E), diferente do ativo livre que não foi devidamente distribuído (Figura 2 B D).

Tabela 2. Micropartículas contendo ômega-3 ou oleoresina de páprica.

| Ativo | Morfologia | D _{4,3} e Distribuição de tamanho |
|--|--|---|
| Oleoresina de páprica + óleo de girassol |  |  |
| Ômega-3 |  |  |

Muitos produtos alimentícios com altas viscosidades ou que não podem sofrer agitação vigorosa, para evitar, por exemplo, a incorporação de ar, ficam limitados para geração de emulsões em suas estruturas. O sistema desenvolvido de micropartículas coacervadas carreadoras de compostos hidrofóbicos pode ser interpretado como um entregador de emulsões prontas, abrindo uma frente inovadora para desenvolvimento de produtos como confeitos, geleias, doces, entre outros, com novas características sensoriais e nutricionais.

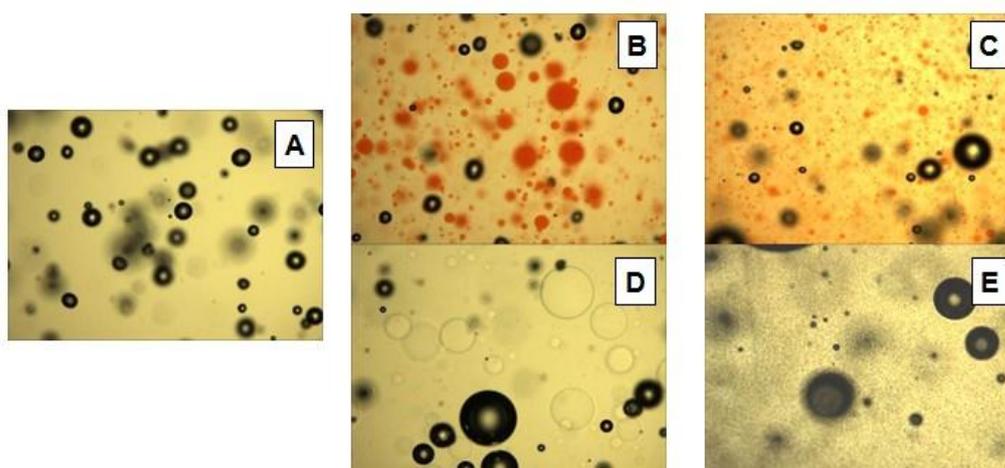


Figura 2. Incorporação de ativos hidrofóbicos nas balas de goma. A – Bala controle; B – Bala contendo oleoresina livre; C – Bala contendo oleoresina microencapsulada; D – Bala contendo ômega-3 livre; E – Bala contendo ômega-3 microencapsulado. Aumentos de 100X.



4 CONCLUSÕES

As micropartículas coacervadas contendo oleoresina de páprica ou ômega-3 como ativos foram produzidas de forma adequada. A incorporação dos ativos nas balas de goma foi feita na forma livre ou microencapsulada e as micropartículas se mostraram muito eficientes na entrega desses compostos na matriz da bala. O sistema desenvolvido de micropartículas coacervadas carreadoras de compostos hidrofóbicos pode ser interpretado como um entregador de emulsões prontas, abrindo uma frente inovadora para desenvolvimento de produtos como confeitos, geléias, doces, etc. com novas características sensoriais e nutricionais.

5 AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da bolsa IC. Ao Cereal Chocotec pela oportunidade de estágio.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVIM, I. D.; GROSSO, C. R. F. Microparticles obtained by complex coacervation: influence of the type of reticulation and the drying process on the release of the core material. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 30, n. 4, p. 1069 – 1076, 2010.

ALVIM, I. D.; SOUZA, F. S.; KOURY, I. P.; JURT, T.; DANTAS, F. B. H. Use of the spray chilling method to deliver hydrophobic components: physical characterization of microparticles. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 33, supl.1, p. 34-39, 2013.

GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International* v. 40, p. 1107–1121, 2007.

LAMPRECHT A., SCHAË FER U. and LEHR C.-M. Influences of process parameters on preparation of microparticle used as a carrier system for ω 3 unsaturated fatty acid ethyl esters used in supplementary nutrition *Journal of Microencapsulation*, v. 18, n. 3, p. 347-357, 2001.

PRATA, A. S. ; C. MENUT; LEYDET, A. ; TRIGO, J. R.; GROSSO, C. R. F. Encapsulation and release of a fluorescent probe, khusimyl dansylate, obtained from vetiver oil by complex coacervation. *Flavour and Fragrance Journal*, v. 23, n. 1, p. 7–15, 2008.

QUEIROZ, M.B. Balas de Gomas e Doces Gelificados: Ingredientes e Tecnologia de Fabricação, in: Vissoto, F. Z.; Luccas, V. *Tecnologia de Fabricação de Balas*, Manual Técnico n. 17, p. 39-49, Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1999.