



10º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2016
02 a 04 de agosto de 2016 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-135-6

MICROENCAPSULAÇÃO DE CORANTE HIDROFÍLICO POR GELIFICAÇÃO IÔNICA UTILIZANDO-SE MÉTODO COMBINADO

Edison da Motta Santos **Junior**¹; Marise Bonifácio **Queiroz**²; Ludmila Arcanjo **Kimura**³; Ana
Lúcia **Fadini**²; Izabela Dutra **Alvim**⁴

Nº 16247

RESUMO – A indústria alimentícia usa corantes para aumentar a atratividade dos seus produtos. A maioria desses compostos são artificiais, preferidos pelo poder colorífico, baixo custo, resistência microbiológica, etc. Porém, estudos indicam que o consumo desses componentes podem causar hiperatividade, alergias e até ser associado a cânceres. Nesse contexto, corantes naturais, que podem apresentar propriedades saudáveis, são considerados uma boa alternativa para substituí-los. A maior barreira à substituição é a instabilidade desses componentes naturais que perdem a cor em condições adversas (pH, temperatura, luz). A microencapsulação é uma alternativa para viabilizar o uso desses compostos, pois uma das suas principais funções é proteger a substância de interesse do ambiente externo. Esse trabalho estudou a viabilidade de produção de partículas contendo corante natural (extrato aquoso de urucum) combinando dois métodos de encapsulação. A gelificação iônica tem o benefício de ser um método brando e simples, porém a porosidade das partículas e a produção em meio aquoso dificultam a retenção do ativo hidrofílico. Para contornar esse problema, uma barreira hidrofóbica foi aplicada através da encapsulação inicial do corante em matriz lipídica pelo método de spray chilling. Após testes preliminares, obteve-se micropartículas lipídicas (MPLs - spray chilling) com diâmetro médio de 69,7 μm e polidispersidade típica de produtos atomizados. A eficiência de encapsulação do corante hidrofílico foi de 79,4%. A incorporação das MPLs em partícula de gelificação iônica foi bem sucedida, mas o corante perdeu sua coloração após 5 dias de armazenamento. O método combinado mostrou-se viável, mas necessita otimização para proteção adequada do corante.

Palavras-chaves: corante natural, gelificação iônica, *spray chilling*, pectina, urucum, Encapsulador B 390.

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBTI): Graduação em Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas-SP; edison_msj@hotmail.com

2 Colaborador, Pesquisador Cereal Chocotec – ITAL, Campinas, SP;

3 Colaborador, BUCHI LatinAmerica, Valinhos, SP

4 Orientador: Pesquisador Cereal Chocotec – ITAL, Campinas, SP; izabela@ital.sp.gov.br



ABSTRACT – *The food industry uses dyes to increase the attractiveness of their products. Most of these compounds are artificial, preferred because of its colorific power, low cost, microbiological resistance, etc. However, studies indicate that the consumption of these components can cause hyperactivity, allergies and might be associated with cancers. In this context, natural dyes, which can have healthy properties, are considered a good alternative to replace them. The biggest barrier for the substitution is the instability of these natural components that lose their color in adverse conditions (pH, temperature, light). Microencapsulation is an alternative to enable the use of these compounds since one of its main functions is to protect the substance of interest from the external environment. This study investigated the feasibility of particle production containing natural dye (aqueous extract of annatto) combining two encapsulation methods. The ionic gelation has the benefit of being a mild and simple method, but the porosity of the particles and production in aqueous external environment affects the retention of the hydrophilic active. To work around this problem, a hydrophobic barrier was applied by dye encapsulation in lipid matrix by spray chilling method. After preliminary tests, lipid microparticle was obtained with an average diameter of 69.7 μm and polydispersity typical for atomized products. The encapsulation efficiency of the hydrophilic dye was 79.4%. The incorporation of MPL in particle ionic gelation was successful, but the dye lost its color after 5 days of storage. The combined method was feasible, but requires optimization for proper dye protection.*

Keywords: *natural dye, ionic gelation, spray chilling, pectin, annatto, Encapsulador B 390.*

1. INTRODUÇÃO

Na indústria alimentícia, a aparência do produto é fundamental para a aceitação do mesmo pelo consumidor (CORANTES NATURAIS, 2015). Dentre diversos atributos que afetam a aparência, pode-se destacar a cor, característica que pode acentuar propriedades sensoriais. Por esse motivo a indústria faz o uso em larga escala de corantes, seja para recuperar cor perdida durante o processamento, conferir cor a um produto incolor ou realçar uma cor já existente (TOCCHINI; MERCADANTE, 2001). As substâncias ou misturas que têm propriedade de dar ou intensificar cor em alimentos são chamadas de corantes (BRASIL, 1977).

Os corantes podem ser classificados quanto à origem, sendo aqueles extraídos de matérias primas encontradas na natureza (origem animal ou vegetal), chamados de corantes naturais. Os demais podem ser chamados de corantes artificiais (BRASIL, 1977). Em geral, a indústria prefere o uso de corantes artificiais por serem mais resistentes aos efeitos de processo, perdem a cor com



10º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2016
02 a 04 de agosto de 2016 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-135-6

maior dificuldade mesmo em condições extremas, são mais baratos e possuem maior poder colorífico (QUEIROZ; NABESHIMA, 2014). Por outro lado, há indícios de que alguns desses compostos podem ser prejudiciais à saúde podendo causar reações alérgicas, hiperatividade além de influenciar no desenvolvimento de alguns tipos de câncer (POLÔNIO; PERES, 2009). Diante a esses riscos, uma alternativa interessante seria a substituição por corantes naturais.

Coloríficos naturais, além de conferirem cor, ainda podem trazer benefícios à saúde como ação antioxidante e redução no risco de doenças cardiovasculares (HE; GIUSTI, 2010), porém, dentre os desafios na implementação desse composto, existe a dificuldade de manter a cor durante o processamento. Alguns deles apresentam sensibilidade às variações de temperatura, oxigênio ou pH, podendo perder ou alterar a cor dependendo das condições (CORANTES NATURAIS, 2015). Para contornar esses problemas e possibilitar o uso desses corantes, a microencapsulação surge como uma ferramenta para protegê-los dos efeitos de processamento.

A microencapsulação tem como principal função separar o meio interno (ativo) do meio externo através de uma barreira (material de parede). Tal fato pode ser explorado com o objetivo de proteger, mascarar sabor, liberar o ativo de forma controlada, entre outros (UMER et al, 2011).

A associação de diferentes métodos de encapsulação é utilizada quando se deseja aumentar a barreira entre o ativo e o meio externo ou viabilizar a retenção de um ativo em uma matriz específica com a qual ele não é compatível. Nesse trabalho foi utilizada a combinação de *spray chilling* (formação da parede pela solidificação de lipídios) e gelificação iônica (formação da parede pela complexação de íons e polímeros de cargas opostas) para encapsulação de corante hidrofílico de urucum. O método de gelificação iônica não é indicado para retenção de ativos hidrofílicos devido a sua produção em água e também à porosidade da partícula que favorecem a migração do ativo para o meio externo (GOUIN, 2004). Para viabilizar a retenção do corante hidrofílico adicionou-se uma barreira hidrofóbica entre o ativo e o gel, através do *spray chilling*.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Matérias primas e equipamentos

Pectina (PE, tipo LM-102 AS, PKelco, Limeira-SP, Brasil); Cloreto de Cálcio puro granulado (CA, Ecibra, São Paulo-SP, Brasil); Tween 80 (T80, Labsynth, Diadema-SP, Brasil); Tween 20 (T20, Labsynth, Diadema-SP, Brasil); PGPR (Danisco, Copenhagen, Dinamarca); Gordura Vegetal Hidrogenada (GVH, Triângulo, Itápolis-SP, Brasil); Extrato hidrofílico de urucum (EHU, New Max, Americana-SP, Brasil); Parafina (PF, Doada por Isogama, São Jose dos Pinhais-PR, Brasil); Ultra Turrax (mod T 18 basic, IKA, StaufenimBreisgau, Alemanha); Encapsulador (mod. B-390, Buchi;



10º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2016
02 a 04 de agosto de 2016 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-135-6

Flawil, Suíça); Mini Spray Dryer (B-290, Buchi; Flawil, Suíça); Analisador de tamanho de partícula (LV 950, Horiba, Kyoto, Japan); Agitador magnético (Fisaton, São Paulo, Brasil); Bomba a vácuo (mod SL61, Solab, Piracicaba, São Paulo); Espectrofotômetro (mod. UV-3100PC, VWR; Radnor-PA, Estados Unidos); Estereoscópio (mod. mzs-250, Dimex, Campinas, São Paulo).

2.2. Métodos

2.2.1. Caracterização dos materiais que compõem a parede na gelificação iônica

Análise de umidade da pectina e cálcio segundo o método da AOAC (1997), baseado na diferença gravimétrica da amostra após secagem em estufa a 105 °C.

2.2.2. Quantificação de ativo e definição da curva padrão

Para quantificação do extrato de urucum nas etapas de produção das partículas, foi determinada uma curva padrão relacionando a concentração do extrato hidrofílico de urucum com a absorvância em espectrofotômetro. Uma solução foi preparada contendo 0,2364 g / 100 mL de corante em água filtrada. Essa solução foi lida na função “scan” do espectrofotômetro para identificação do pico de maior absorvância. Por fim, uma vez definido o comprimento de onda adequado (448 nm), foram feitas diluições sucessivas (10 pontos) a partir da solução inicial para construção de uma curva padrão. Todas as leituras foram feitas em triplicata.

2.2.3. Influência da temperatura e pH sobre o ativo

Foram realizados dois testes de estresse térmico para avaliar a sensibilidade do corante ao calor. **Primeiro teste:** uma solução contendo corante (10 g / 100 g) foi aquecida progressivamente (aumentou-se a temperatura de 10 em 10 °C na faixa de 29 °C até 85 °C, sendo que a cada aumento, a temperatura era mantida por 10 minutos). A alteração na cor foi avaliada visualmente. **Segundo teste:** Foram preparadas duas soluções de corante sendo a primeira com água à temperatura ambiente e a segunda, com água a 95 °C, mantida por 5 minutos, seguido de resfriamento. As amostras foram quantificadas por espectrofotômetro quanto ao teor de corante. A fim de observar a sensibilidade do ativo com relação à variação de pH, foi realizado um teste reduzindo o pH do corante concentrado do seu valor natural até 2,0 (adição de HCl 1 N, sob agitação branda), avaliando visualmente se houve alguma alteração de cor.

2.2.4. Obtenção de micropartículas lipídicas (MLPs) por *spray chilling* (SC)

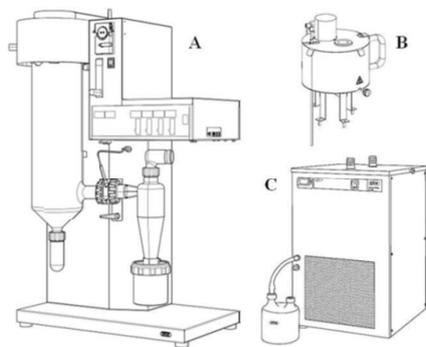
2.2.4.1. Testes preliminares – obtenção de emulsão de material de parede e ativo (AO)

Foram feitos testes de estabilidade da emulsão do material de parede (PF, GVH e suas

misturas: 1 GVH : 1 PF e 1 GVH: 3 PF) com o corante hidrofílico. A emulsão foi preparada utilizando-se 5 g de corante, 45 g de lipídio e surfactante (PGPR). As concentrações de PGPR testadas foram: 0,5%, 1% e 2% em relação à fase dispersa. O sistema foi mantido em banho-maria e emulsionado por 5 minutos à 7000 rpm no ultra-turrax. Para avaliar a separação de fase (avaliada visualmente) foram capturadas imagens em tempos 0, 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 e 30 minutos.

2.2.4.2. Produção Micropartículas Lipídicas (MPLs) – Mini Spray Dryer B290

Após a definição da mistura de material de parede e ativo a ser utilizada, as micropartículas lipídicas foram produzidas utilizando o equipamento Mini Spray Dryer B290 (Figura 1 A).



- Temperatura da emulsão: $78 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$
- Temperatura da câmara: $5 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$
- Aspirador: 70% da potência do motor
- Vazão de alimentação: $\sim 10 \text{ ml / min}$

Figura 1: Representação do equipamento e condições de produção das micropartículas lipídicas. A – SprayDryer/Chiller B290; B – Porta amostra com aquecimento; C – Desumidificador de ar para resfriamento da câmara (Adaptado de Alvim et al, 2016).

Para executar a função *chilling*, o equipamento foi adaptado com um porta-amostra aquecido (Figura 1 B) que permite a manutenção da temperatura e evita que o material de parede solidifique. O resfriamento da câmara é feito por um desumidificador de ar (modelo B296 – Buchi) que mantém a temperatura da mesma em $6 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ durante o processo (Figura 1 C). Finalmente a emulsão, mantida sob aquecimento é pulverizada dentro da câmara resfriada do equipamento, gerando as MPLs (adaptado de Alvim et al, 2016).

2.2.4.3. Caracterização das MPLs

- **Diâmetro médio e distribuição de tamanho de partículas:** Método de espalhamento de luz (equipamento Horiba) adaptado de Alvim et al, (2016).
- **Eficiência de encapsulação:** foi definida através da fórmula: $(\text{Ativo total} - \text{Ativo de superfície}) / \text{ativo utilizado} \times 100$. Quantificação do ativo total nas MPLs: pesou-se 1 g de partículas e em seguida adicionou-se água à $80 \text{ }^\circ\text{C}$. O conteúdo foi transferido para um balão volumétrico, resfriado e quantificado no espectrofotômetro (triplicata). Quantificação do ativo de superfície:



10º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2016
02 a 04 de agosto de 2016 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-135-6

uma quantidade conhecida de partículas foi lavada com água fria e filtrada a vácuo. O permeado foi transferido para balão volumétrico e o corante quantificado.

- **Morfologia:** foi feita em microscópio ótico. As amostras foram dispersas em água e observadas ao microscópio com objetiva de 100x (Alvim et al. 2013).

2.2.5. Método combinado: Inclusão de MPLs em partículas de gelificação iônica (MPL-GI)

2.2.5.1. Testes preliminares – parâmetros de produção: partículas de gelificação iônica (GI)

Um estudo preliminar foi realizado para avaliar alguns parâmetros de processo que afetavam a produção das partículas de gel e definir as condições que seriam utilizadas. Esse estudo consistiu na fabricação de partículas, sem ativo, variando as concentrações de cálcio e pectina entre 1 e 3%, de cada solução. O objetivo foi obter partículas com boa esfericidade e baixa polidispersidade. O equipamento utilizado na obtenção das partículas (Encapsulador B 390) atua sob o princípio de quebra do fluxo de líquido laminar em gotas aplicando vibrações mecânicas. Esse método tem como principal característica a produção de partículas com baixa polidispersidade. O funcionamento detalhado foi descrito por Santos Junior et al (2015).

Foi preparada a solução de pectina na concentração testada e depois esta foi gotejada através do equipamento em um Becker contendo 50 mL da solução de cálcio na concentração de 1 g / 100 g. Após 1 minuto o Becker foi trocado por outro contendo a solução de cálcio na concentração de 2 g / 100 g e isso foi repetido para a concentração de 3 g / 100 g. Dessa forma, os mesmos parâmetros foram utilizados para produzir três amostras de partículas com condições de reticulação diferentes. Após a produção, as partículas, ainda em solução de cálcio, foram mantidas sob agitação por 30 minutos visando finalizar a estruturação da parede das partículas. Por fim, as esferas foram transferidas para um recipiente contendo água filtrada e após 24 horas foram caracterizadas quanto ao diâmetro médio, polidispersidade e morfologia (adaptado de Santos Junior et al, 2015).

Para definir as condições de incorporação das MPLs em pectina, foi necessário testar diferentes concentrações de surfactante Tween 80 e Tween 20. Os testes foram feitos adicionando 1,0% ou 2,0% de surfactante sobre a massa total do sistema. A homogeneização foi feita utilizando agitação mecânica durante 10 minutos em velocidade branda para não formar espuma e nem romper a parede das MPLs.

2.2.5.2. Produção das MPL-GI

Para a produção das partículas de gelificação iônica contendo as MPLs (MPL-GI), se



dispersou 10 g dessas partículas em 80 g de pectina. As partículas de gel produzidas a partir dessa dispersão permaneceram sob agitação por 30 minutos na solução de cálcio e em seguida foram removidas e transferidas para um becker contendo água filtrada. O corante liberado foi medido na solução de cálcio logo após o período de cura e na água onde as MPL-GI permaneceram por 24 horas. Além dessas análises, foi feito diâmetro médio e morfologia em estereoscópio.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização dos materiais que compõem a parede das micropartículas GI

O teor de umidade determinado para pectina foi de $10,2 \pm 0,3\%$ e para o cálcio foi de $13,9 \pm 0,5\%$. Esses valores foram considerados no preparo das soluções.

3.2. Quantificação do ativo - Curva padrão

Através da função de varredura do espectrofotômetro, foi possível definir que o comprimento de onda ideal para o corante hidrofílico de urucum foi 448 nm. Alvim (2005), Santos Jr et al (2015) e Federzoni et al (2015) detectaram comprimentos de onda próximos a 450 nm para oleoresina de páprica, também rica em carotenoides que dão cor vermelha a esse ingrediente. A partir do comprimento de onda determinado, a curva que relaciona absorvância e concentração foi construída, com equação $y = 14,065x + 0,0191$ (onde x = concentração de corante em mg/ml e y = absorvância em nm). O ajuste da curva foi de $R = 0,9967$ considerado adequado e a equação foi utilizada para calcular as concentrações de corante hidrofílico de urucum presente nas partículas.

3.3. Influência da temperatura e pH sobre o ativo.

A produção das micropartículas lipídicas envolve o aquecimento do material lipídico de parede que fica em contato com o ativo durante o processamento. Além disso, a etapa de liberação do ativo para quantificação requer altas temperatura para fundir o material de parede.

No primeiro teste de estresse térmico, não foi possível observar nenhuma alteração visual na cor do corante com o aumento da temperatura. O segundo teste de estresse térmico, com a quantificação do corante por espectrofotometria, foi realizado dois meses após a confecção da curva padrão. O corante foi quantificado em uma preparação mantida a temperatura ambiente e outra preparada com água quente e resfriada após 5 minutos de contato para avaliar o efeito da temperatura sobre o mesmo. Em ambos os casos, a quantificação do corante ficou cerca de 4% abaixo do esperado para as massas de corante utilizadas na preparação dos balões volumétricos. A quantificação menor no balão preparado com água fria e mantido a temperatura ambiente,

indicou que houve uma degradação do corante ao longo do tempo (2 meses). No entanto, a solução preparada com água quente e a solução preparada com água fria, apresentaram a mesma redução de 4% entre o valor medido e o valor pesado. Com isso verificou-se que não houve degradação do corante com a temperatura, em um curto espaço de tempo. Em função da degradação observada para o corante ao longo do tempo, foi feita uma nova curva padrão para continuidade dos estudos. A equação dessa nova curva foi $y = 9,3938x + 0,011$, com R^2 de 0,9995.

Na avaliação do corante com a redução do pH, foi possível observar mudanças na cor. O pH inicial do corante foi de 12,50 sendo que na redução até o pH 6 não houve alteração aparente na cor. Conforme o meio foi ficando mais ácido, o tom de vermelho foi se tornando mais vivo, apresentando uma maior mudança em torno do pH 4. O aumento da acidez além desse ponto, não provocou alterações de cor. As alterações observadas podem ser conferidas na Figura 2.

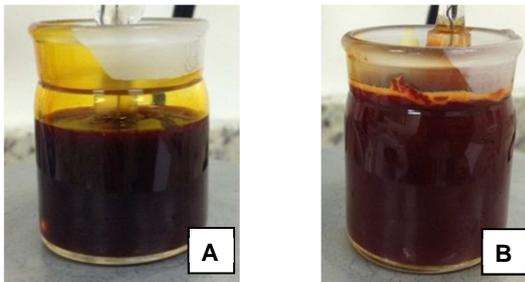


Figura 2: Aspecto do corante hidrofílico de urucum no pH original e após a acidificação.

A - pH original: 12,50

B - pH final: 2,00

3.4. Produção de micropartículas lipídicas (MPLs)

3.4.1. Testes preliminares – preparação das emulsões e processo

A partir dos testes preliminares foi possível observar que utilização de parafina pura como material de parede seria inviável devido à dificuldade para estabilizar a emulsão do lipídio com o ativo (emulsão do tipo A/O – Figura 3A), mesmo com o uso do PGPR. Esse fato foi observado e registrado por imagem apresentadas na Figura 3 que mostram a separação do corante no teste (A) e no processo (B - gotas vermelhas) no fluxo de alimentação do equipamento.

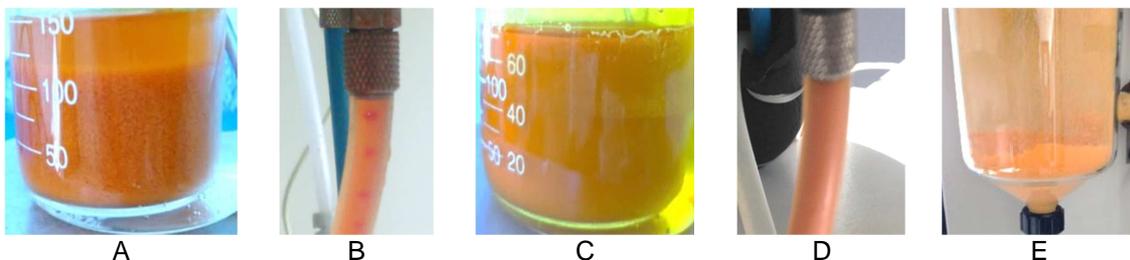


Figura 3: Separação de fases no teste de emulsão (A – parafina + ativo + surfactante) e durante o processo de produção das MPL (B); emulsão estável no teste de emulsão (C Parafina-GVH + ativo + surfactante) e durante o processo de produção das MPL (D); Aspecto da produção de MPLs (E).



A mistura de GVH e PF se mostrou mais efetiva para a estabilidade da emulsão com o ativo (Figura 3 C e D), logo, utilizou-se uma proporção de 3 (parafina): 1 (GVH) como material de parede para a produção das micropartículas lipídicas.

3.4.2. Produção Micropartículas Lipídicas (MPL) – Mini Spray 290

A emulsão final preparada para produção das MPLs a serem incorporadas na gelificação iônica foi com 80% de material de parede (3 PF : 1 GVH) e 20% de corante EHU. O surfactante PGPR foi adicionado a 2% em relação ao total da mistura parede + ativo.

As micropartículas lipídicas foram obtidas com sucesso pelo processo de *spray chilling* e a amostra se apresentou como um pó laranja, com aspecto característico (Figura 3 E).

3.5. Método combinado: Inclusão de MPL em partículas de gelificação iônica (MPL-GI).

3.5.1. Testes preliminares – parâmetros de produção de partículas GI

Observou-se que o teste com as melhores características como baixa polidispersidade, menor diâmetro médio e formato esférico, foi aquele com concentrações de pectina e cálcio de 2 g / 100 g e 3 g / 100 g, respectivamente, apresentando o menor diâmetro médio (791,47 μm), menor polidispersidade (Span = 0,44) e formato esférico adequado. O resultado considerado pior foi observado para o teste realizado com concentração de pectina e de cálcio de 1 g / 100 g e 3 g / 100 g respectivamente, nesse caso obteve-se partículas maiores, com diâmetro médio de 1.286,51 μm e alta polidispersidade (span = 0,78). A morfologia das partículas de ambos os testes pode ser observada na Figura 4 (A e B).

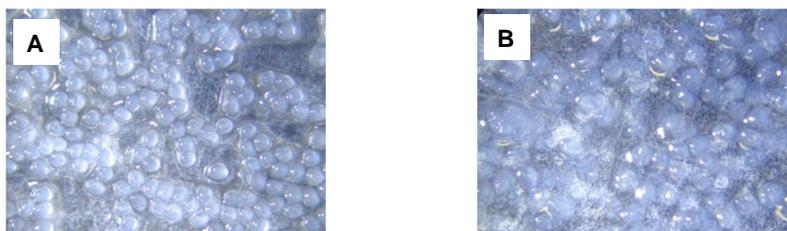


Figura 4: Partículas produzidas com pectina a 2% e cálcio a 3% - estrutura adequada (A); Partículas produzidas com pectina a 1% e cálcio a 3% - pior estrutura (B).

3.5.2. Produção MPL-GI

A primeira etapa para produção das MPL-GI consistiu na formação da dispersão composta por MPLs e pectina. Inicialmente houve resistência das MPLs para se incorporarem ao polímero, mesmo com o surfactante, e por isso foi necessário o uso de uma pequena espátula para facilitar

essa etapa. Apesar do cuidado para não formar espuma, foi possível utilizar o agitador mecânico a uma rotação próxima a máxima sem observar formação da mesma. A mistura foi mantida sob agitação durante 10 minutos para garantir a emulsão e depois, durante o gotejamento, foi adicionado um agitador magnético ao recipiente para manter a homogeneidade.

O primeiro nozzle testado para o gotejamento foi o de 450 μm de diâmetro, porém, ocorreram inúmeros entupimentos do bocal os quais inviabilizaram o seu uso. A alternativa encontrada foi a substituição pelo nozzle de 750 μm de abertura. Essa substituição foi eficiente e permitiu a produção de partículas sem entupimento. Os resultados de morfologia, análises de tamanho de partícula e polidispersidade são mostrados na Figura 6. Com relação à caracterização das partículas, os resultados obtidos foram considerados satisfatórios uma vez que as MPLs ficaram retidas dentro das matrizes de gel e as partículas MPL-GI apresentaram boa esfericidade, tamanho adequado e baixa polidispersidade (Figura 6 B e C). O tipo de surfactante utilizado na incorporação da MPLs na pectina não afetou a aparência das partículas (Figura 6 B e C).

Na comparação entre os surfactantes Tween 20 e Tween 80, observou-se uma diferença entre ambos quanto à quantidade de ativo que migrou para o meio externo. No sistema onde o T20 foi utilizado a liberação foi maior tanto no tempo 0 quanto 24 horas depois (Figura 5). O método combinado não foi eficiente para proteger o ativo e após 5 dias observou-se perda acentuada da cor (provavelmente efeito do pH da solução de cálcio).

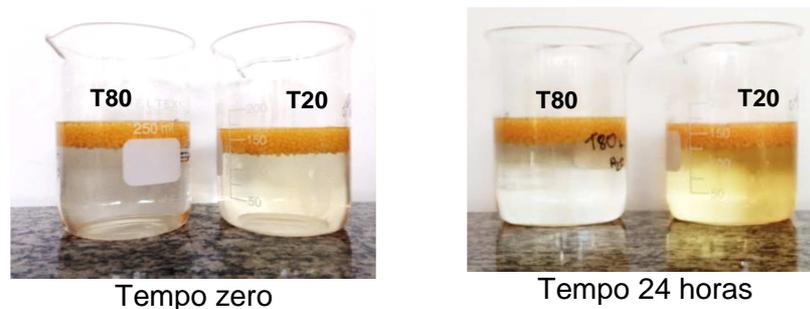


Figura 5. Quantidade de ativo que migrou para o meio externo em função do surfactante utilizado na incorporação das MPLs na GI e o tempo. T20 - Tween 20; T80 - Tween 80.

3.6. Caracterização das MPLs e das partículas do método combinado (MPL+GI)

Os resultados de caracterização das micropartículas obtidas no projeto são apresentados a seguir. A Tabela 1 traz a quantificação do ativo nas MPLs e sua eficiência de encapsulação. A eficiência de encapsulação (EE) para as MPL foi de 79,4%, valor aceitável para esse processo de encapsulação. Oriani et al (2016) observou retenção de voláteis de 75% na encapsulação de

oleoresina de gengibre. Matos Jr. et al (2015) obtiveram EE de 84% para ácido ascórbico. Sartori et al (2015) determinaram valores de EE entre 58 to 88% para partículas contendo ácido ascórbico.

Tabela 1: Quantificação do ativo nas MPLs e eficiência de encapsulação.

Quantificação	Valor obtido
Ativo de Superfície	1,31 g / 100 g de partículas
Ativo Total quantificado	16,55 g / 100 g de partículas
Ativo utilizado (antes do processo)	19,20 g / 100 g de partículas
Eficiência de encapsulação	79,4 (%)

O diâmetro médio das MPLs foi de 69,7 µm (Figura 6, A) resultado considerado aceitável para o tipo de atomizador utilizado (produz partículas entre 1 a 100 µm). Sartori, et al (2015) mostraram valores entre 18.0 and 67.0 µm para partículas obtidas por *spray chilling* em equipamento similar. Alvim et al, (2013) produziram partículas por *spray chilling* encapsulando fitosteróis e observaram valores 13.80 e 32.20 µm. A polidispersidade observada foi característica.

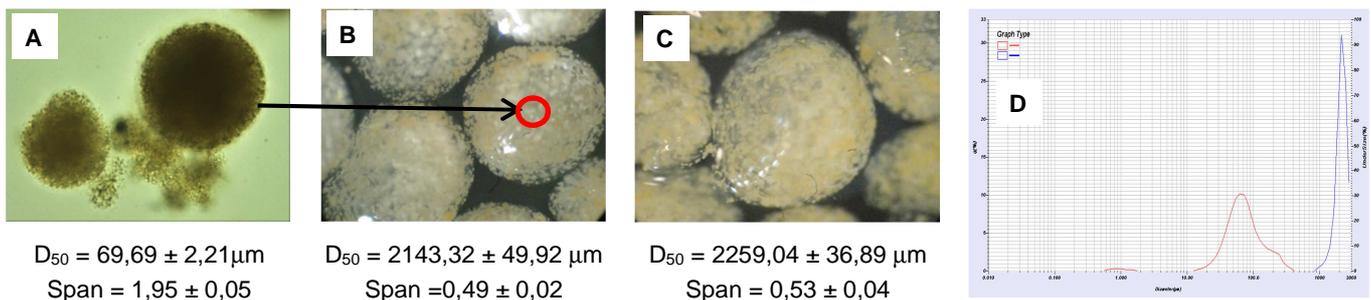


Figura 6: Morfologia das MPLs (A, aumento de 1000 X) e MPL-GI (aumento de 40X) obtidas com Tween 20 (B) e Tween 80 (C). Distribuição de tamanho de partículas (D): MPL (vermelha) e MPL-GI (azul).

4 CONCLUSÕES

A microencapsulação de corante hidrofílico na matriz também hidrofílica da gelificação iônica foi possível utilizando-se método de *spray chilling* para criar uma barreira hidrofóbica de contenção. Tanto as micropartículas lipídicas contendo o corante, quanto as partículas de gel apresentaram características típicas de seus respectivos métodos de obtenção. O método combinado utilizado mostrou-se viável para a retenção do corante, mas deve ser otimizado para melhorar a proteção do mesmo.

5 AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da bolsa IC. Ao Cereal Chocotec pela oportunidade de estágio. A CP Kelco e pela doação da pectina e a Buchi pelo aporte técnico com o Encapsulador B390.



10º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2016
02 a 04 de agosto de 2016 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-135-6

6 REFERÊNCIAS

- ALVIM, D.I.; SOUZA, F. S.; KOURY, I. P.; JURT, T. 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.
- ALVIM, I. D.; STEIN, M.A.; KOURY, I. P.; DANTAS F. H. B.; CRUZ, C.L.C.V. Comparison between the spray drying and spray chilling microparticles contain ascorbic acid in a baked product application. **Food Science and Technology**, v. 65, p. 689-694, 2016.
- ALVIM, I. D. **Produção e caracterização de micropartículas obtidas por spray drying e coacervação complexa e seu uso para alimentação de larvas de peixes**. Tese (doutorado em Alimentos e Nutrição), Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005. 277p.
- AOAC, ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTRY. **Official Methods of Analysis**. 16 th ed., v. 2, Washington, USA., 1997.
- BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução nº 44 de 1977**. Disponível em: http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/29906780474588e892cdd63fbc4c6735/RESOLUCAO_CNNPA_44_1977.pdf?MOD=AJPERES. Acesso em: 17 de fevereiro, 2016.
- CORANTES NATURAIS. **Revista Aditivos e ingredientes**. Disponível em: http://www.insumos.com.br/aditivos_e_ingredientes/materias/247.pdf >. Acesso em: 15 janeiro 2015.
- FEDERZONI, V.; ALVIM, I.D.; FADINI, A.L.; SILVA, L.B.; QUEIROZ, M.B. Encapsulação de oleoresina de páprica por processo de co-cristalização. In: **9º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica**, Campinas, 2015. Disponível em: <https://www.ciic.cnptia.embrapa.br/resumo2015/RS15242.pdf>
- GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science & Technology**, v.15, p. 330–347, 2004.
- HE J.; GIUSTI M. M. Anthocyanins: natural colorants with health-promoting properties. **Annual Review of Food Science and Technology**, v.1, p. 163-87, 2010.
- MATOS-JR, F. E.; SABATINO, M. D.; PASSERINI, N.; FAVARO-TRINDADE, C. S.; ALBERTINI, B. Development and characterization of solid lipid microparticles loaded with ascorbic acid and produced by spray congealing. **Food Research International**, v. 67, p. 52–59, 2015.
- ORIANI, V. B.; ALVIM, I. D.; CONSOLI, L.; MOLINA, G.; PASTORE, G. M.; HUBINGER, M. D. Solid lipid microparticles produced by spray chilling technique to deliver ginger oleoresin: Structure and compound retention. **Food Research International**, v. 80, p. 41-49, 2015.
- POLÔNIO, M. L. T.; PERES, F. Consumo de aditivos alimentares e efeitos à saúde: desafios para a saúde pública brasileira. **Cadernos de Saúde Pública**, Rio de Janeiro, v. 25, n. 8, p. 1653-1666, 2009.
- QUEIROZ, M.B.; NABESHIMA, E. H., Naturalidade e Autenticidade, in: **Brasil Bakery&ConfectioneryTrends 2020**. Campinas, ITAL, 2014, cap. 8, p 158 – 195.
- SANTOS JR, E. M.; ALVIM, I.D.; KIMURA, L. A.; QUEIROZ, M.B.; FADINI, A. L. Microencapsulação de corante natural por gelificação iônica: ajuste de metodologia de obtenção das micropartículas e aplicação em balas à base de pectina. In: **9º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica**, 2015, Campinas. Disponível em: <https://www.ciic.cnptia.embrapa.br/resumo2015/RE15245.pdf>
- SARTORI, T.; CONSOLI, L.; HUBINGER, M. D.; MENEGALLI, F. C. Ascorbic acid microencapsulation by spray chilling: Production and characterization. **Food Science and Technology**, v. 63, p. 353-360, 2015.
- TOCCHINI, L.; MERCADANTE, A. Z. Extração e determinação por CLAE de bixina e norbixina em coloríficos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 21, n. 3, p. 310-313, 2001.
- UMER, H.; NIGAM, H.; TAMBOLI, A. M.; NAINAR, M. S. M. Microencapsulation: Process, Techniques and Applications. **International Journal of Research in Pharmaceutical and Biomedical Sciences** v.2, 2011.