

Preservação de substâncias bioativas em extrato da casca da semente do algodão durante a secagem por *spray-dryer* com uso de agentes carreadores

Clarissa Machado e Dias Borges¹, Elias Alves da Silva², Raquel Bombarda Campanha³, Wesley Leal⁴, Patricia Abrão de Oliveira Molinari⁵, Simone Mendonça⁶

Resumo

A casca da semente do algodão é um importante resíduo agroindustrial da cadeia do biodiesel. A obtenção de extratos ricos em bioativos é uma das formas de agregação de valor a este tipo de material no contexto da bioeconomia, economia circular ou de base biológica. Isso pode ser alcançado submetendo o material a uma maceração dinâmica em etanol a 80%. Para se preservar as características físico-químicas de extratos ricos em bioativos, uma estratégia consiste em se utilizar, durante a etapa de secagem, agentes carreadores que impedem a degradação. Nesse sentido, o presente estudo foi realizado com o objetivo de avaliar a performance de dois agentes carreadores, Aerosil 200® e goma arábica, na secagem por atomização em *Spray dryer* do extrato da casca da semente do algodão, verificando a manutenção de certas características (teor de flavonoides e atividades antioxidantes). Ambos permitiram a obtenção do extrato em pó com umidade de $5,5 \pm 0,25\%$ e $8,03 \pm 1,29\%$, e rendimento de secagem de 50,3% e 36,95% para Aerosil 200 e Goma Arábica, respectivamente. Foi evidenciado que a goma arábica mantém algumas características do extrato seco como o teor de flavonoides e principalmente, atividades antioxidantes mesmo após exposição ao calor durante processo de secagem. Os resultados sugerem que a goma pode ser empregada no microencapsulamento do extrato da casca da semente do algodão, mas, outros parâmetros ainda precisam ser investigados.

Palavras-chave: substâncias bioativas, estabilidade química, atomização, antioxidantes.

Introdução

A aplicação de extratos vegetais em alimentos, fitoterápicos e cosméticos vem ganhando destaque no Brasil e no mundo. A existência de substâncias bioativas em matrizes vegetais, originárias principalmente de seu metabolismo secundário, faz com que cresça o interesse em novas matérias-primas.

¹ Graduada em Farmácia, Universidade de Brasília, clarissadiasborges@hotmail.com

² Biólogo, doutor em Biotecnologia Vegetal, mestre em Plantas Medicinais Aromáticas e Condimentares, Universidade Federal de Lavras, elias.bio89@hotmail.com

³ Química, mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, analista da Embrapa Agroenergia, raquel.campanha@embrapa.br.

⁴ Químico, mestre em química, analista da Embrapa Agroenergia, wesley.leal@embrapa.br

⁵ Farmacêutica, doutora em Química, pesquisadora da Embrapa Agroenergia, patricia.oliveira@embrapa.br

⁶ Farmacêutica, doutora em Saúde Pública, pesquisadora da Embrapa Agroenergia, simone.mendonca@embrapa.br

No Brasil até o ano de 2010 estavam registrados mais de 500 medicamentos fitoterápicos, sendo a maioria em forma sólida em função do maior tempo de conservação (Oliveira, O. W.; Petrovick, 2010).

O preparo de extratos vegetais inclui diferentes etapas como redução da partícula da matriz, que é dissolvida em uma solução extratora, o líquido é filtrado e o solvente é removido obtendo-se o extrato que finalmente pode ser utilizado no produto final em diferentes formas (cápsulas, comprimidos, géis, pomadas e outros) (Lopes et al., 2018).

A secagem dos extratos consiste em etapa crucial que deve garantir a manutenção de suas propriedades. Nesse sentido, a secagem por *spray-dryer* é recomendada em função de menor tempo de exposição do pó ao calor, reduzindo sua degradação (Oliveira, B. E. et al., 2018).

Apesar disso, alguns problemas ainda podem ser observados nesse processo como aglomeração de partículas, endurecimento e aderência que ocorrem em função da presença de algumas substâncias no extrato como açúcares de baixo peso molecular. Estes açúcares apresentam grande afinidade química com moléculas de água o que acarreta em diminuição da temperatura geral de transição vítrea (T_g) do sistema ocasionando os efeitos descritos anteriormente (Saavedra-Leos, M. et al., 2012). Além disso, fatores como temperatura de entrada e saída, pressão de atomização, entre outros, merecem ser observados.

A fim de contornar estes problemas e manter as características físico-químicas dos extratos, o emprego de transportadores na secagem por *spray-dryer* é indicado (Cynthia; Bosco; Bhol, 2015). Estes agentes carreadores são caracterizados por apresentarem alto peso molecular, baixa viscosidade e T_g na faixa de 100 – 188 °C. Dessa forma, durante a secagem por pulverização, aumentam a T_g do sistema contribuindo para manutenção das propriedades de interesse nas amostras (Saavedra-Leos, Z. et al., 2015). Entre os agentes estudados tem-se a maltodextrina, inulina (Araujo-Díaz et al., 2017), aerosil, amido pré-gelatinizado (Asquiere et al., 2020), goma arábica, dextrina, entre outros (Braga; Rocha; Hubinger, 2018).

Neste contexto, a caracterização do extrato da casca da semente do algodão (*Gossypium hirsutum* L.), importante resíduo agroindustrial da cadeia do biodiesel, evidenciou a presença de importantes substâncias bioativas de interesse industrial como compostos fenólicos e atividade antioxidante. Em decorrência da grande diversidade química existente nos extratos vegetais, em especial entre os compostos fenólicos, vários ensaios têm sido desenvolvidos para avaliação da capacidade antioxidante de amostras, abordando diferentes mecanismos. O princípio do método de redução do íon férrico (FRAP) é baseado na produção do íon Fe^{2+} a partir da redução do íon Fe^{3+} , encontrado no complexo 2,4,6- tripiridil-s-triazina (TPTZ) na presença de antioxidantes. Outro teste antioxidante usado neste estudo baseia-se na perda da cor amarela do β -caroteno devido à sua reação com os produtos da oxidação do ácido linoleico em uma emulsão. A avaliação do sistema β -caroteno/ácido linoleico determina a capacidade de uma amostra de proteger um substrato lipídico da oxidação (Duarte-Almeida et al., 2006).

Portanto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a produção de extrato seco de semente de algodão (*Gossypium hirsutum* L.) empregando agentes carreadores para secagem em *spray dryer*, com ênfase na manutenção e estabilidade de compostos bioativos e atividade antioxidante. O extrato foi analisado em relação ao teor de umidade, rendimento do processo, teor de flavonoides e atividades antioxidantes.

Material e Métodos

Os extratos hidroalcoólicos foram obtidos por maceração dinâmica em agitador orbital empregando-se a casca da semente do algodão e solução de etanol 80% na proporção 1:5 (m:v) durante 24 horas a 20°C e 150 rpm. Os extratos foram então, submetidos a filtração simples com papel de filtro e em seguida parte do solvente evaporado em rotaevaporador para redução do teor de etanol em aproximadamente 15%. O teor de sólidos totais desta solução ficou em 8 g/L. Na sequência, os extratos foram submetidos a secagem por atomização (spray-dryer) com utilização dos agentes carreadores goma arábica e Aerosil 200® conforme concentrações recomendadas na literatura para cada agente (15% e 30%, respectivamente) (Daza et al., 2016; Vasconcelos et al., 2005). Para secagem foram empregados os seguintes parâmetros: Para extrato + Aerosil (temperatura de entrada: 130°C; Temperatura de saída: 71°C; Pressão: 40bar; Vazão: 30% 9ml/min) e para extrato + goma (temperatura de entrada: 130°C; Temperatura de saída: 80°C; Pressão: 40bar; Vazão: 20% 6ml/min.). Os materiais carreadores foram adquiridos em farmácias de manipulação de Brasília e possuem grau farmacêutico. Como controle utilizou-se uma alíquota deste material liofilizada e sem a adição de carreadores.

Os extratos em pó obtidos foram caracterizados quanto ao rendimento em porcentagem R (%) com base na seguinte fórmula:

$$R(\%) = \{[Mpó \times (1 - Upó)] + [Mal \times (1 - Ual)]\} \times 100$$

Onde,

Mpó: Massa do pó obtido

Upó: Umidade do pó

Mal: Massa da solução de alimentação no secador

Ual: Umidade da solução

A umidade foi determinada gravimetricamente em estufa à vácuo e os compostos bioativos quanto a presença de flavonoides e atividades antioxidantes. A quantificação de flavonoides totais foi realizada de acordo com metodologia descrita por Siatka e Kasparova (2010). As atividades antioxidantes foram avaliadas pelo método de redução do íon férrico FRAP (Benzie; Strain, 1996), e sistema betacaroteno/ácido linoleico (Duarte-Almeida et al., 2006) com modificações. As soluções analíticas foram preparadas na concentração 1,6 mg/mL para todos os testes, exceto para determinação de betacaroteno/ácido linoleico do liofilizado que foi testado a 1mg/mL.

Todos os ensaios foram realizados em, no mínimo, triplicata certificando-se que as médias das triplicatas analíticas não tivessem variação maior que 5%, além disso, foi assegurado que o R² da regressão linear da curva padrão tivesse valor próximo a 1. Os dados obtidos foram submetidos a teste estatístico no software SISVAR (Ferreira, 2011).

Resultados e Discussão

Após a secagem foi observado que os carreadores contribuíram para obtenção de extratos secos com aspecto de pó fino, principalmente o Aerosil® conforme ilustrado na

Figura 1. Ambos permitiram a obtenção do extrato em pó com umidade de $5,5 \pm 0,25\%$ e $8,03 \pm 1,29\%$, e rendimento de secagem de $50,3\%$ e $36,95\%$ para o tratamento contendo 30% Aerosil e 15% Goma Arábica, respectivamente. Os experimentos de secagem foram realizados com quantidade de extrato próximo ao limite mínimo de operação do equipamento, o que contribuiu para o baixo rendimento devido, provavelmente à perda proporcional do material que fica aderido às paredes do *spray dryer*. Dessa forma, novos testes, com maior quantidade de extrato, se fazem necessários para uma melhor avaliação do rendimento e repetibilidade do processo de secagem.



Figura 1. Extrato após evaporação parcial do etanol (A); Extrato obtido com adição de Aerosil 200® e secagem em *spray-dryer* (B); Extrato obtido com adição de goma arábica e secagem em *spray-dryer* (C).

A aplicação da técnica de secagem por *spray dryer* oferece muitos benefícios como a capacidade de escalonamento e processamento de substâncias sensíveis ao calor com menor risco de degradação (Arpagaus; Rütli; Meuri, 2013).

Após solubilizados no solvente utilizado na etapa de extração (Etanol 80%), foram realizadas as análises dos produtos, onde foi verificada a presença de flavonoides e atividades antioxidantes (Figura 2), foi feita a comparação entre a secagem em *spray dryer* com dois agentes carreadores e em liofilizador, esse último foi usado como processo controle.

Os teores de flavonoides não diferiram estatisticamente indicando a possível manutenção dos flavonoides mesmo após a secagem em *spray dryer*, quando comparado com a liofilização. Também não foi observada diferença entre os carreadores.

Os carreadores empregados desempenharam suas funções na proteção do extrato durante o curto período de exposição ao calor no *spray dryer*. O extrato seco juntamente com a goma arábica apresentou maior atividade antioxidante pelo método FRAP do que o seco com Aerosil 200 e o extrato liofilizado. Os agentes carreadores sozinhos não apresentaram atividades antioxidantes mostrando-se inertes (dados não apresentados). Na avaliação da atividade antioxidante pelo sistema betacaroteno/ácido linoleico, o extrato seco por *spray dryer* com goma arábica não diferiu do extrato seco por liofilização, enquanto que a secagem por *spray dryer* com Aerosil 200 apresentou menor atividade.

A goma arábica já foi descrita como um dos melhores carreadores para preservação de compostos bioativos durante a secagem por spray (Da Silva et al., 2013). Em um estudo realizado com extrato de lulo (*Solanum quitoense* L.), o emprego de goma arábica

na concentração de 3% contribuiu para a manutenção das propriedades nutricionais como o teor de flavonoides totais e atividade antioxidante (Igual et al., 2014).

A adição de goma arábica também permitiu maior retenção de compostos redutores, polifenóis e radicais sequestrantes, quando utilizada no encapsulamento da própolis (Busch et al., 2017).

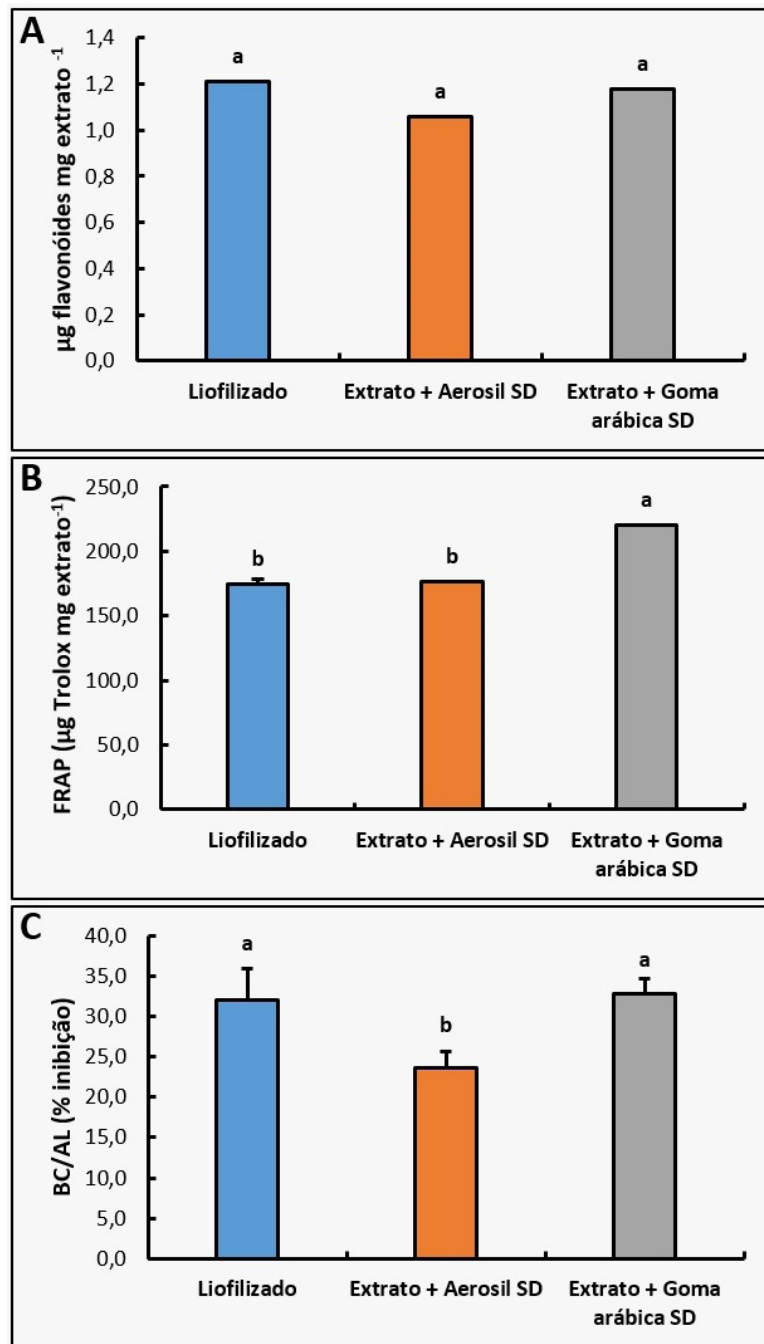


Figura 2. Teor de Flavonoides (A); atividades antioxidantes pelos métodos FRAP (B); e sistema beta caroteno/ácido linoleico (C). Os valores das colunas representam a média de três repetições. As barras representam o desvio padrão. Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

O Aerosil permite a secagem de amostras com diferentes teores de sólidos, inclusive em baixas temperaturas de entrada e pode preservar quantidades significativas de líquido dentro do volume intersticial de seus conglomerados, contudo, resultados anteriores demonstraram que em extratos com baixa concentração de sólidos não são totalmente confinados nessas estruturas (Gallo et al., 2011).

O emprego de Aerosil no óleo essencial de orégano, por exemplo, aumentou a liberação de compostos voláteis, levando a perda da atividade antioxidante (Ansensio et al., 2017).

Considerações Finais

O extrato da casca da semente do algodão apresenta importantes propriedades bioativas como flavonoides e efeitos antioxidantes. Os resultados do presente trabalho sugeriram que a goma arábica parece ser o material mais promissor como adjuvante de secagem quando comparada com o Aerosil 200, visto que o teor de goma arábica utilizado foi metade do teor de Aerosil 200. Além disso, quando comparada com a liofilização, a atomização com goma arábica se mostrou superior ou igual. No entanto, o rendimento da secagem com a goma arábica foi inferior. Mais estudos se mostram necessários, testes com replicatas de processo de secagem, elucidação e variação dos parâmetros de secagem e diferentes avaliações de composição e atividade dos extratos serão ainda realizados a fim de se obter um produto final que mantenha as principais substâncias bioativas do extrato.

Referências

- ARAUJO-DÍAZ, S. et al. Evaluation of the physical properties and conservation of the antioxidants content, employing inulin and maltodextrin in the spray drying of blueberry juice. **Carbohydrate polymers**, v. 167, p. 317-325, 2017.
- ASENSIO, Claudia M. et al. Antioxidant stability study of oregano essential oil microcapsules prepared by spray-drying. **Journal of food science**, v. 82, n. 12, p. 2864-2872, 2017.
- ASQUIERI, E. R. et al. Secagem do extrato de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) por Spray Dryer: efeito dos diferentes agentes carreadores e avaliação dos teores de frutooligossacarídeos e compostos fenólicos. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 7, p. e591974521-e591974521, 2020.
- BENZIE, I. F.; STRAIN, J. J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay. **Analytical biochemistry**, v. 239, n. 1, p. 70-76, 1996.
- BRAGA, M. B.; ROCHA, S. C. D. S.; HUBINGER, M. D. Spray-drying of Milk-Blackberry pulp mixture: Effect of carrier agent on the physical properties of powder, water sorption, and glass transition temperature. **Journal of food science**, v. 83, n. 6, p. 1650-1659, 2018.
- BUSCH, V. M. et al. Propolis encapsulation by spray drying: Characterization and stability. **LWT**, v. 75, p. 227-235, 2017.
- CYNTHIA, S.; BOSCO, J. D.; BHOL, S. Physical and structural properties of spray dried tamarind (*Tamarindus indica* L.) pulp extract powder with encapsulating hydrocolloids. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n. 8, p. 1793-1800, 2015.

- DA SILVA, Felipe C. et al. Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried propolis, a natural food additive, using gum Arabic and OSA starch-based carrier systems. **Food and Bioproducts Processing**, v. 91, n. 1, p. 28-36, 2013.
- DAZA, L. D. et al. Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. **Food and bioproducts processing**, v. 97, p. 20-29, 2016.
- DUARTE-ALMEIDA, J. M. et al. Avaliação da atividade antioxidante utilizando sistema beta-caroteno/ácido linoléico e método de seqüestro de radicais DPPH. **Food Science and Technology**, v. 26, n. 2, p. 446-452, 2006.
- IGUAL, M. et al. Optimization of spray drying conditions for lulo (*Solanum quitoense* L.) pulp. **Powder technology**, v. 256, p. 233-238, 2014.
- LOPES, C. M. C. et al. Phytotherapy: yesterday, today, and forever? **Revista da Associação Médica Brasileira**, v. 64, n. 9, p. 765-768, 2018.
- OLIVEIRA, B. E. et al. Spray-drying of grape skin-whey protein concentrate mixture. **Journal of food science and technology**, v. 55, n. 9, p. 3693-3702, 2018.
- OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista brasileira de farmacognosia. São Paulo, SP. Vol. 20, n. 4 (Ago./Set. 2010), p. 641-650, 2010.**
- RE, R. et al. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free radical biology and medicine**, v. 26, n. 9-10, p. 1231-1237, 1999.
- SAAVEDRA-LEOS, M. et al. Towards an improved calorimetric methodology for glass transition temperature determination in amorphous sugars. **CyTA-Journal of Food**, v. 10, n. 4, p. 258-267, 2012.
- SAAVEDRA-LEOS, Z. et al. Technological application of maltodextrins according to the degree of polymerization. **Molecules**, v. 20, n. 12, p. 21067-21081, 2015.
- SIATKA, T.; KASPAROVA, M. Seasonal variation in total phenolic and flavonoid contents and DPPH scavenging activity of *Bellis perennis* L. flowers. **Molecules**. V. 15, p. 9450-9461, 2010.
- VASCONCELOS, E. et al. Influência da temperatura de secagem e da concentração de Aerosil® 200 nas características dos extratos secos por aspersão da *Schinus terebinthifolius* Raddi (Anacardiaceae). **Revista brasileira de farmacognosia**, v. 15, n. 3, p. 243-249, 2005.