



XXV Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos

Alimentação: a árvore que sustenta a vida

X CIGR Section IV International Technical Symposium

Food: the tree that sustains life

24 a 27 de outubro de 2016 • FAURG • GRAMADO/RS

USO DE GOMA DE CAJUEIRO E GELATINA PARA A FORMAÇÃO DE MICROCÁPSULAS DE ÓLEO DE PEQUI POR COACERVAÇÃO COMPLEXA

M.A. Nascimento¹, L.C. da Silva¹, R.F. Furtado², M.A. Oliveira², L.G. Mendes³, C.R. Alves⁴

1- Mestranda em Recursos Naturais – Universidade Estadual do Ceará, Centro de Ciência e Tecnologia – CEP: 60.714-903 – Fortaleza – CE – Brasil, Telefone: (85) 31019766 – e-mail: (mariliabio@hotmail.com; lu_luanacarvalho@hotmail.com).

2 - Embrapa Agroindústria Tropical – Departamento de Embalagens de Alimentos - CEP: 60.511-110 – Fortaleza – CE – Brasil, Telefone: (85) 33917100 – email: (roselayne.furtado@embrapa.br; marilia.oliveira@pq.cnpq.br).

3 - Doutoranda em Biotecnologia (Renorbio) – Universidade Estadual do Ceará– CEP: 60740-000 – Fortaleza-CE-Brasil, Telefone: (85) 3101-9645 – email: (luanagmendes@gmail.com).

4 – Departamento de Química - Universidade Estadual do Ceará, Centro de Ciência e Tecnologia – CEP: 60.714-903 – Fortaleza – CE – Brasil, Telefone: (85) 31019766 – email: (carlucio.alves@uece.br).

RESUMO – Microencapsulamento é uma tecnologia capaz de preservar as propriedades físico-químicas de determinado material encapsulado, viabilizando seu uso em aplicações farmacêutica, alimentícia, cosmética, dentre outras. O objetivo deste trabalho foi estudar o processo de formação de microcápsulas de óleo de pequi em matriz de goma de cajueiro/gelatina através do método de coacervação complexa. Para tanto, o estudo do processo de coacervação foi realizado, seguido da incorporação do óleo às microcápsulas e posterior análises microscópicas, tamanho de partícula e rendimento a fim de verificar a efetividade do processo. O estudo permitiu concluir que a formação de microcápsulas de óleo de pequi em matrizes de goma de cajueiro e gelatina é factível, consistindo em uma alternativa à utilização da goma arábica para este tipo de encapsulamento além de contribuir para o desenvolvimento científico-tecnológico da cajucultura.

ABSTRACT- Microencapsulation is a technology to preserve the physicochemical properties of encapsulated material and facilitating their applications in various areas of industries such as pharmaceutical, food, cosmetic, among others. The objective of this work was to study the process of formation of pequi oil microcapsules in cashew gum/gelatin matrix through the complex coacervation method. The process of coacervation with and without oil was evaluated and microscopic, particle size and yield analysis were realized to verify the effectiveness of the process. The study concluded that the formation of pequi oil microcapsules in cashew gum/gelatin matrix is feasible consisting of an alternative to gum arabic use for this type of encapsulation and contribute to the scientific and technological development of the cashew cultivation.

PALAVRAS-CHAVE: microencapsulação; goma de cajueiro; coacervação.

KEYWORDS: microencapsulation; cashew gum; coacervation.



1. INTRODUÇÃO

O processo de microencapsulamento é definido como o empacotamento de pequenas partículas por uma matriz que pode ser homo ou heterogênea resultando em cápsulas microscópicas com propriedades úteis (Gharsallaoui et al., 2007). Essa técnica é capaz de diminuir as interações do material encapsulado com fatores ambientais garantindo maior tempo de vida útil, além de mascarar características como cor, aroma e sabor do núcleo e controlar o tempo de liberação do ingrediente para o meio melhorando a eficácia dos mesmos, estendendo a gama de aplicação dessas substâncias e assegurando a dosagem ótima (Gouin, 2004).

As gomas estão entre os materiais mais comumente usados como materiais de parede em microcápsulas (Shahidi e Han, 1993). A goma de cajueiro é considerada um material com potencial para encapsulamento visto que suas propriedades físico-químicas são semelhantes a goma arábica. Investigações científicas para explorar o potencial tecnológico dessa matriz encapsulante é interessante por representar economia de importação para o país, além de valorizar a cultura local.

O Pequi, *Caryocar brasiliense*, também chamado de pequizeiro, piqui, amêndoa do espinho, amêndoa do Brasil ou grão de cavalo, é uma planta arbórea pertencente à família Caryocaraceae oriunda do Cerrado, mas presente em quase todos os agroecossistemas do Brasil (Batista et al., 2010). Seu fruto é bastante apreciado na culinária no preparo de pratos quentes, doces, licores e conservas. Esse fruto é rico em ácido oleico (Lopes et al., 2008) e bastante utilizado na alimentação por causa de seu alto teor de vitaminas (Paula-Junior et al., 2006) e carotenoides (Azevedo-Meleiro e Rodriguez-Amaya, 2004). Devido a essas propriedades torna-se relevante avaliar o processo de formação de microcápsulas do óleo de pequi.

Nesse estudo, foi utilizado para o microencapsulamento o método de coacervação complexa que consiste na mistura de polieletrólitos de cargas opostas em solução aquosa, resultando numa separação de fases: uma densa rica em polímero (coacervado) e outra diluída pobre em polímero (Black et al., 2014). Desse modo, o presente trabalho teve o objetivo de avaliar o processo de formação de microcápsulas de óleo de pequi por coacervação complexa em matriz de goma de cajueiro/gelatina para futuras aplicações.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

O exsudato foi coletado de plantas de cajueiro do Campo Experimental de Pacajus pertencente a Embrapa Agroindústria Tropical (Fortaleza, Brasil) e submetido a processo de purificação conforme metodologia descrita por Porto et al. (2014). A goma arábica foi adquirida da JB Química Indústria e Comercio LTDA e a gelatina 225H tipo B da Rousselout®.

2.2 Determinação da concentração das matrizes encapsulantes

Foram preparadas soluções de goma de cajueiro 1% (p/v) e gelatina 1% (p/v) para análise do potencial zeta em função do pH na faixa de 4,0 a 5,5. A partir dos resultados do estudo de potencial zeta foi definida a concentração e pH para a formação das microcápsulas (goma de cajueiro/gelatina) conforme procedimento utilizado por Prata e Grosso (2015). Goma arábica 1% (p/v) foi utilizada como controle nos experimentos em substituição a goma de cajueiro.

2.3 Avaliação do processo de coacervação

Emulsões foram preparadas a partir de 100 mL de solução de gelatina homogeneizada em ultra turrax por 3 minutos a 10000 rpm. Em seguida, adicionou-se 100 mL da solução de goma de cajueiro e realizou-se a homogeneização por 3 minutos a 10000 rpm em ultra turrax. Por conseguinte,



foi adicionada 400 mL de água e homogeneização em ultra turrax por mais 3 minutos. Após ajuste de pH, a solução foi submetida a refrigeração overnight para a precipitação dos coacervados. A solução foi submetida à análises de espectrofotometria, potencial zeta e rendimento. Todas as análises foram feitas em triplicata.

2.4 Formação das microcápsulas com óleo de pequi

A partir das condições otimizadas para o processo de coacervação, preparou-se 100 mL de solução da goma de cajueiro homogeneizada em ultra turrax 10000 rpm por 3 minutos; e em seguida adicionou-se óleo de pequi nas concentrações de 0,5g, 0,75g, 1g, 2g e 2,5g e homogeneização em ultra turrax por 3 minutos. Na sequência, 100mL da gelatina e homogeneizou-se em ultra turrax 10000 rpm por 3 minutos; por fim adicionou-se 400 mL de água à solução e homogeneizou-se mais uma vez em ultra turrax. O pH da mistura foi ajustado e a solução foi refrigerada por 24 horas para precipitação. Após a precipitação foi analisado o tamanho de partícula, microscopia óptica e rendimento.

2.5 Caracterização das microcápsulas

Espectrofotometria: A análise espectrofotométrica foi realizada antes e após a coacervação no comprimento de onda de 200 nm a fim de avaliar a variação da turbidez da solução.

Potencial zeta: A medição do potencial zeta foi realizada utilizando o instrumento de espalhamento de luz laser Malvern 3000 Zetasizer NanoZS, (Malverne Instruments, UK).

Rendimento: Após o processo de formação dos coacervados, a amostra foi centrifugada (10000rpm por 10min à 25°C) e seca na estufa à 105°C. O rendimento foi calculado a partir da Equação 1, onde R é o rendimento em porcentagem, mf é o valor em gramas da massa final e mi é o valor em gramas da massa inicial (massa da goma + massa da gelatina + massa do óleo). As análises foram feitas em triplicata e submetidas à análise de variância ANOVA com 95% de intervalo de confiança.

$$\text{Equação 1: } R = \frac{mf}{mi} \times 100$$

Análise de Microscopia: Os coacervados foram levados para análise em microscópio óptico Zeiss para avaliação da formação das microcápsulas.

Análise de Tamanho de partícula: O tamanho das microcápsulas foi realizado usando instrumento de espalhamento de luz laser Malvern 3000 Zetasizer NanoZS, (Malverne Instruments, UK). As análises foram feitas em triplicata e análise de variância ANOVA com 95% de intervalo de confiança.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Determinação da concentração das matrizes encapsulantes

Para garantir a melhor interação entre os componentes que constituem o material de parede utilizou-se o resultado das cargas dadas pela análise do potencial zeta das soluções de goma de cajueiro 1%, goma arábica 1% e gelatina 1% para calcular a proporção ideal de cada polímero, de modo que elas se aproximassem da neutralidade na proporção ideal (Tabela 1). Conforme Schmitt e Turgeon (2011) somente sob condições ideais de proporção entre biopolímeros e pH é que ocorre agregação das partículas levando à precipitação dos complexos insolúveis.



Tabela 1: Potencial Zeta (mV) das soluções de goma de cajueiro (1% p/v), goma arábica (1% p/v) e gelatina (1% p/v) em faixa de pH de 4,0 a 5,5.

pH	Tratamentos (p/v)		
	Goma de cajueiro 1%	Goma Arábica 1%	Gelatina 1%
4,0	3,11	-16,4	3,65
4,5	-2,09	-21,07	4,24
5,0	-1,55	-21,8	1,02
5,5	2,72	-23,17	-0,29

Desse modo, optou-se por utilizar as concentrações de 2:1 pH 4,5 e 1:1 pH 5,0 de goma de cajueiro/gelatina, visto que no pH 4,0 as cargas de ambos são positivas e não poderiam neutralizarem-se e no pH 5,5 a concentração de goma de cajueiro ficaria muito elevada. O mesmo ocorreu com a goma arábica/gelatina no pH 5,5, portanto optou-se por usar as concentrações 1:4 pH 4,0 e 1:5 pH 4,5. Entretanto, nesta última concentração, a solução de goma arábica/gelatina, após processo de refrigeração, gelificou devido a elevada concentração de gelatina impossibilitando a precipitação do coacervado e por esse motivo foi testada a concentração de 1:3 pH 4,5.

3.2 Avaliação do processo de coacervação

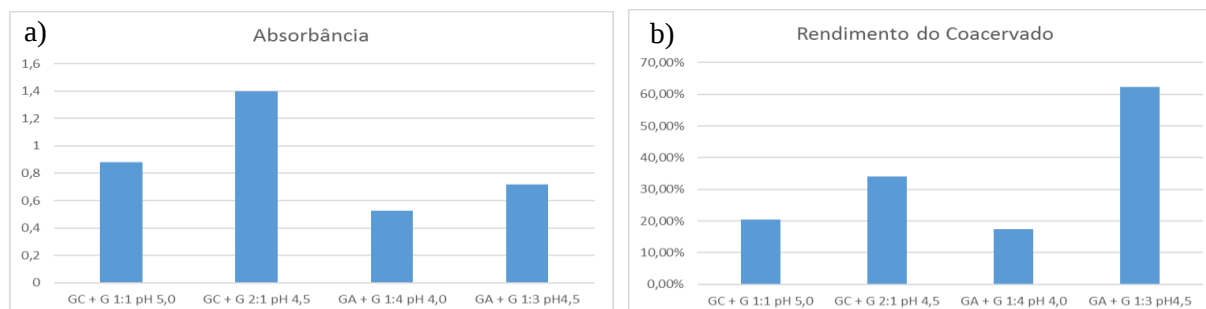
Os valores do potencial zeta das matrizes após o processo de coacervação foram medidos e estão retratados na Tabela 2. Quanto mais próximo de zero for o valor do zeta mais propícia estará a solução à precipitação. Desse modo, inferiu-se que para goma de cajueiro/gelatina a melhor proporção foi de 2:1 pH 4,5 e para goma arábica/gelatina foi de 1:3 pH 4,5.

Tabela 2: Potencial Zeta (mV) das matrizes de encapsulamento de goma de cajueiro/gelatina e goma arábica/ gelatina.

Tratamentos	Proporções (p/p) e pH	Potencial Zeta (mV)
G.C. + G.	2:1 pH 4,5	-0,25 ± 0,47
	1:1 pH 5,0	-2,96 ± 0,705
G.A. + G.	1:4 pH 4,0	7,25 ± 2,33
	1:3 pH 4,5	1,34 ± 0,41.

A fim de confirmar a escolha da proporção ideal sugerida, foi realizada a análise da turbidez através da espectrofotometria antes e após refrigeração e análise do rendimento (figura 1).

Figura 1: Variação da absorbância antes e após formação do coacervado no comprimento de onda de 200 nm (a) e rendimento do coacervado após secagem em estufa à 105°C (b).



Com base na análise desses dados foi possível inferir que a melhor concentração e pH de goma de cajueiro/gelatina para encapsular o óleo de pequi foi de 2:1 pH 4,5 e para a matriz de goma



arábica/gelatina optou-se por trabalhar com a concentração 1:3 pH 4,5, visto que foram nessas concentrações que houve maior variação da absorvância, desse modo melhor precipitação do coacervado e, conseqüentemente, melhor rendimento pós secagem em estufa a 105 °C.

3.3 Formação das microcápsulas com óleo de pequi

As microcápsulas foram formadas testando concentrações de óleo: 0,5g, 0,75g, 1g, 2g e 2,5g utilizando as concentrações das matrizes selecionadas no estudo do processo de coacervação dos biopolímeros sem o óleo. Desse modo, após encapsulamento do óleo, foi calculado tamanho médio de partícula (Tabela 3) e análise do rendimento (Tabela 4) de cada concentração.

Tabela 3: Tamanho de partícula (d.nm) após encapsulamento do óleo de pequi em matrizes de goma de cajueiro/gelatina 2:1 pH 4,5 e goma arábica/gelatina 1:3 pH 4,5 .

Concentração de óleo (g)	Tamanho de partícula (d.nm)	
	G.C. + G. 2:1 pH 4,5	G.A. + G. 1:3 pH4,5
0,5	4237 ± 1231 ^a	3669 ± 1475 ^a
0,75	3971 ± 968 ^a	4877 ± 891 ^a
1	4043 ± 850 ^a	4757 ± 1135 ^a
2	3654 ± 601 ^a	4525 ± 935 ^a
2,5	5068 ± 1005 ^a	4477 ± 89 ^a

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa entre as médias.

Tabela 4: Rendimento dos tratamentos Goma de Cajueiro/Gelatina 2:1 pH4,5 e Goma Arábica/Gelatina 1:3 pH 4,5.

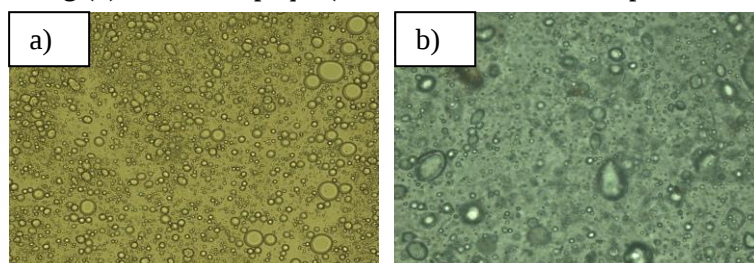
Concentração de óleo (g)	Rendimento (%)	
	G.C. + G.	G.A. + G.
0,5	32,82 ± 1,79 ^{ac}	42,27 ± 19,76 ^b
0,75	41,09 ± 2,25 ^c	51,79 ± 2,44 ^{ba}
1,0	45,80 ± 1,39 ^c	61,51 ± 10,15 ^{ba}
2,0	19,21 ± 13,49 ^{ab}	67 ± 4,09 ^{ba}
2,5	11,84 ± 7,33 ^b	72,26 ± 6,51 ^a

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa entre as médias.

Os valores de tamanho de partícula e rendimento foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey ao nível de significância 5% (p<0,05). Não houve diferença significativa entre os tamanhos de partícula nas diferentes concentrações de óleo. Entretanto, as médias de rendimento para os tratamentos Goma de cajueiro/gelatina 2:1 pH 4,5 e Goma arábica/gelatina 1:3 pH 4,5 apresentaram diferença significativa, permitindo inferir que a concentração de óleo afetou o rendimento das microcápsulas. Os melhores rendimentos para a goma de cajueiro/gelatina foram nas concentrações de 0,5g/0,75g/1g, enquanto para goma arábica/gelatina foram nas concentrações mais altas (1g/ 2g/ 2,5g) de óleo de pequi.

A análise microscópica também foi realizada a fim de corroborar a formação das microcápsulas. Através das micrografias foi possível visualizar partículas de formato globular e de diferentes tamanhos.

Figura 3: Micrografias das microcápsulas de goma de cajueiro/gelatina nas concentrações 0,5g (a) e goma arábica/gelatina 1g (b) de óleo de pequi (aumento de 40x, barra representativa de 20µm).



4. CONCLUSÕES

Óleo de pequi foi incorporado a matriz de goma de cajueiro/ gelatina, sendo a proporção de cada um desses polímeros constituinte otimizado por estudos de potencial zeta. Assim, goma de cajueiro apresenta potencial de uso como matriz de encapsulamento, sendo uma alternativa a goma arábica, podendo, desse modo, contribuir para a valorização deste coproduto.

5. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

- Azevedo-Meleiro, C.H., Rodriguez-Amaya, D.B. (2004). Confirmation of the identity of the carotenoids of tropical fruits by HPLC-DAD and HPLC-MS. *Journal of Food Composition and Analysis*, 17 (n.3/4), 385-396.
- Batista, J. S., Silva, A. E., Rodrigues, C. M. F., Costa, K. M. F. M., Oliveira, A. F., Paiva, E. S., Nunes, F. V. A., Olinda, R. G. (2010). Avaliação da atividade cicatrizante do óleo de pequi (*Caryocar coriaceum* Wittm) em feridas cutâneas produzidas experimentalmente em ratos. *Arquivos do Instituto Biológico*, 77(3).
- Black, K. A., Priftis, D., Perry, S. L., Yip, J., Byun, W. Y., Tirrell, M. (2014). Protein Encapsulation via Polypeptide Complex Coacervation. *American Chemical Society Macro Letters*, 3, 1088–1091.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40 (9), 1107-1121.
- Gouin, S. (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science & Technology*, 15, 330–347.
- Lopes, P. S., Pinto, C. A. S. O., Baby, A. R., Velasco, M. V. R., Taqueda, M. E., Kaneko, T. M. (2008). Evaluation of in vitro percutaneous enhancement effect of papain and pequi oil on diclofenac sodium permeation through human skin. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, 44 (2).
- Paula-Junior, W., Rocha, F.H.; Donatti, L., Fadelpicheth, C.M.T., Weffort-Santos, A.M. (2006). Leishmanicidal, antibacterial, and antioxidant activities of *Caryocar brasiliense* Cambess leaves hydroethanolic extract. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 16, 625-630.
- Prata, A. S., & Grosso, C.R.F. (2015). Production of microparticles with gelatin and chitosan. *Carbohydrate Polymers*, 116 (13), 292–299.
- Porto, B. C.; Augusto, P. E. D.; Cristianini, M. A. (2014). Comparative study between technological properties of cashew tree gum (*Anacardium occidentale* L.) emulsifying properties. *LWT. Food Science Technology*, 59, 1325-1331.
- Schmitt, C., & Turgeon, S. L. (2011) Protein/polysaccharide complexes and coacervates in food systems. *Advances in Colloid and Interface Science*, 167, 63-70.
- Shahidi, F., & Han, X. (1993) Q. Encapsulation of food ingredients. *Food Science and Nutrition*, 33, 501–547.