

<https://eventos.utfpr.edu.br/sei/sei2018>

Microencapsulação de óleo essencial de orégano por spray drying visando aplicação no desenvolvimento de embalagem ativa biodegradável

Microencapsulation of oregano essential oil by spray drying aiming active biodegradable films development

George Leme Guides

georgeguides@hotmail.com

Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Londrina, Paraná, Brasil

Giovana Dias Ramalho

GiovanaRamalho2@gmail.com

Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Londrina, Paraná, Brasil

Marianne Ayumi Shirai

marianneshirai@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Londrina, Paraná, Brasil

Lyssa Setsuko Sakanaka

lyssa@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Londrina, Paraná, Brasil

RESUMO

O interesse para o desenvolvimento de embalagens biodegradáveis ativas tem aumentado por causa da capacidade de estender a vida útil de alimentos, sem gerar problemas ao meio ambiente. Neste sentido, o presente trabalho teve como objetivo estudar a encapsulação de óleo essencial de orégano com maltodextrina, visando obter um bom rendimento de partículas, eficiência de encapsulação e boa dispersão de tamanho. Foram produzidas partículas por spray dryer variando a temperatura de entrada, blower e vazão de alimentação, sendo que as partículas produzidas com 130°C de temperatura de entrada, 1,75 m³/min de blower e 0,6 L/h de vazão de alimentação possuíram um melhor rendimento, eficiência de encapsulação e atividade de água. Os resultados deste estudo são importantes para o desenvolvimento de filmes biodegradável e ativo a base de amido, poli (butileno adipato co-tereftalato) e micropartículas de óleo essencial de orégano, filme este com grande potencial de aplicação na conservação de alimentos e que ainda não foi encontrado disponível no mercado.

PALAVRAS-CHAVE: Maltodextrina. Orégano. Extrusão. Filme. Encapsulação.

ABSTRACT

The interest in the development of active biodegradable packaging has increased due to the ability to extend the shelf life of foods without causing problems to the environment. The present work had an objective to study encapsulation of oregano essential oil with maltodextrin is feasible, aiming to obtain a good particle yield, encapsulation efficiency and good size dispersion. Particles were obtained by spray dryer varying temperature of sample, blower and feed flow, being the best condition to work 130°C of inlet temperature, 1,75 m³/min and 0,6 L/h of air and feed flow. Results of this study was important to the development of biodegradable and active films based on starch and PBAT films with OEO microparticles, which is of great potential use for the application on the preservation of foods. To our knowledge, until these days, there is no such film available on the market and for use.

KEYWORDS: Maltodextrin. Oregano. Extrusion. Film. Encapsulation.

Recebido: 31 ago. 2018.

Aprovado: 26 set. 2018.

Direito autorial:

Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



INTRODUÇÃO

Na atualidade um dos principais problemas ambientais é o descarte indevido de plásticos na natureza, demorando anos para sua decomposição (HENRIQUE, 2008). Uma forma de reduzir a quantidade de plásticos é a utilização de filmes biodegradáveis para embalar alimentos, já que são decompostos facilmente no meio ambiente (VILLADIEGO, 2005).

O filme biodegradável pode ser produzido por extrusão termoplástica utilizando-se, por exemplo, blendas de amido e poli(butileno adpato co-tereftalato) (PBAT). O PBAT é um co-poliéster aromático de cadeia alifática, biodegradável e com propriedades adequadas para a formação de filmes por extrusão (AL-ITRY, 2012). Na presença de um agente plastificante como o glicerol, o amido se torna um elastômero termoplástico fluido com as características de um plástico após o seu resfriamento. Os filmes produzidos a partir de amido e PBAT possuem uma melhor estabilidade, propriedades mecânicas e melhor barreira à permeabilidade ao vapor de água do que filmes produzidos apenas com amido, (BRANDELERO, 2010).

Com o objetivo de melhorar a funcionalidade dos filmes, existe a possibilidade de adicionar compostos antimicrobianos e antioxidantes em sua composição para elaborar embalagens ativas. No estudo de Cardoso et al. (2017), estes elaboraram e caracterizaram filmes de PBAT obtidos por extrusão, utilizando concentrações variadas de óleo essencial de orégano (OEO) em sua composição. Foram obtidos, então, filmes que demonstraram um bom controle contra o crescimento de microrganismos e uma boa capacidade antioxidante, sendo que ambas aumentavam com o aumento da concentração de OEO (de 0 a 10 g) na composição do filme.

A microencapsulação é um processo que consiste em revestir uma substância de alto valor agregado, com um material de parede, formando uma cápsula de tamanho micrométrico. Essa técnica é muito utilizada para proteger substâncias ativas de parâmetros externos como luz, oxigênio, umidade, entre outros; que podem diminuir sua efetividade, evitando sua degradação e sua evaporação. Outro motivo para se encapsular é a capacidade de manipulação da substância, já que ela se comporta como um sólido, facilitando seu manejo, além de obter uma liberação controlada do material encapsulado, que para determinadas situações se torna imprescindível, como por exemplo, na área médica (MISHRA, 2016).

O óleo essencial de orégano é reconhecido pelas suas características antioxidantes e antimicrobianas, devido à presença dos compostos carvacrol e timol. Por ser de origem natural, o óleo essencial de orégano pode ser utilizado na indústria alimentícia para estender a vida útil de alguns alimentos (CHOULIARA, 2006). Entretanto, pelo seu forte sabor e aroma, a sua adição direta em alimentos é limitada. Além disso, por ser um produto volátil, poderia se degradar durante a produção dos filmes por extrusão, caso seja diretamente adicionado. Assim, a sua incorporação na forma microencapsulada na formulação de filmes seria uma alternativa para preservar suas propriedades.

Existem várias formas de se encapsular óleos essenciais, a atomização, ou spray drying, é o mais usado no setor alimentício e farmacêutico, por ser um processo contínuo e econômico, possuir um produto final na forma de pó, ter

grande estabilidade, solubilidade e controle da perda de massa do material de recheio (RAY, 2015).

Com relação às patentes, o Quadro 1 apresenta dados da busca de anterioridade realizada em bancos de patentes nacionais (Instituto Nacional de Propriedade Industrial - INPI) e internacionais (google patentes). Neste mesmo quadro, destacou-se as principais características das patentes existentes e os principais aspectos inovativos do filme de amido e PBAT adicionados de microcápsulas de óleo essencial de orégano, objeto de estudo deste trabalho.

A partir dos dados inseridos no Quadro 1, concluiu-se que ainda não há um filme de amido de mandioca e PBAT produzido por extrusão sopro e adicionados de microcápsulas de óleo de orégano, mostrando-se como um produto com potencial inovador para a indústria de embalagens para alimentos.

Quadro 1 – Patentes existentes, características do produto patentado e aspectos inovativos do produto que será desenvolvido neste projeto.

Patentes existentes	Características do produto patentado	Aspectos inovativos do presente projeto
Elaboração de material plástico biodegradável reforçado ou não por fibras de coco, curauá, ou sisal elaborado a partir de amido de mandioca ou de milho através do processo de compressão à quente, utilizando glicerina ou sorbitol como plastificantes (PI 1106026-3 A2, INPI)	Material plástico biodegradável processado através de compressão à quente em uma única etapa de plastificação, sem a necessidade de modificação química, nem etapas prévias de diluição em água ou do uso de solventes.	Um polímero biodegradável com caráter hidrofóbico como o PBAT fará parte da composição do filme, proporcionando um material mais resistente a variações de umidade relativa.
Blenda polimérica biodegradável caracterizada por ter como aditivo orgânico o amido de mandioca (PI 9605635-5 A2, INPI)	Produto que proporciona uma redução do passivo ecológico e menor custo do produto final.	O filme continua sendo biodegradável, mas permitirá a aplicação na conservação de alimentos por conter óleo essencial de orégano.
Biodegradable thermoplasticized Starch-polyester reactive blends for thermoforming applications (US 2009/0160095 A1)	Descreve a produção de filmes de amido e PBAT por extrusão sopro e a adição de agentes compatibilizantes para melhorar as propriedades dos filmes.	O filme também será produzido por extrusão sopro, mas será incorporado de OE microencapsulado para posteriormente utilizar em alimentos.

Nesse sentido, o objetivo do presente trabalho foi de estudar a viabilidade de microencapsular OEO pelo método de atomização, variando-se as condições de processamento de modo a obter partículas com bom rendimento, eficiência de

encapsulação e com boa dispersão de tamanhos. Uma vez definidas as condições de processo nesta etapa, as partículas serão utilizadas na elaboração de filmes biodegradáveis a base de amido e PBAT por extrusão, e os filmes obtidos serão caracterizados quanto às propriedades mecânicas, de barreira, óptica, solubilidade, atividade antimicrobiana e antioxidante.

MÉTODOS

Os materiais utilizados neste trabalho foram o óleo essencial de D-Limoneno (FMC, Brasil) e orégano (Quinari, Brasil), maltodextrina (D20), detergente anti-espumante (Limpol, Brasil), amido de mandioca (Indemil, Pranavaí, PR) e PBAT (BASF).

Para o preparo da emulsão a ser alimentada no Spray Dryer utilizou-se uma solução de contendo 30% (m/m) de sólidos, sendo 27% (m/m) maltodextrina (D20) e 3% de óleo essencial (D-limoneno, OEO) (m/m). Para maior solubilidade a emulsão foi colocada, por 20 minutos, em um Agitador Magnético com aquecimento (Fisatom, mod. 752A, Brasil) e depois submetido à homogeneização por 4 minutos em um Ultra Turrax (IKA, modelo T18 digital, EUA) por 10.000 rpm. Esta emulsão foi alimentada em um Spray dryer laboratorial (Labmaq, modelo MSD 1.0, Brasil), acoplado com um bico duplo fluido com diâmetro de 0,7 mm. Os parâmetros empregados foram: vazão de 0,6 L/h para a câmara de alimentação (Feed Pump), temperatura de entrada de ar variou de 120 a 150°C e vazão de 1,65 a 1,95 m³/min. A temperatura de saída variou de acordo com a variação nos parâmetros de processo, variando de 85 a 120°C.

Para calcular o rendimento aplicou-se a Equação 1.

$$\text{rendimento}\% = \frac{Mp - Mv}{150} \quad (1)$$

onde Mp= Massa do vidro com partículas e Mv= Massa do vidro.

A eficiência de encapsulação foi determinada pelo método de hidrodestilação, utilizando-se uma manta aquecedora com um balão volumétrico de fundo arredondado acoplado por um clewenger, que esteve conectado com um condensador de bolas apoiado por um suporte universal. A refrigeração foi feita por dois tubos ligados ao tubo condensador de bolas e a uma bacia contendo álcool 70% refrigerado que foi bombeado para esses tubos. As partículas na quantidade de 20 g foram solubilizadas com 80 ml de água destilada e 2 g de detergente anti-espumante. Colocou-se detergente anti-espumante, pois dessa forma no momento do procedimento evita-se que o óleo espume. A eficiência de encapsulação (%) foi calculada com as Equações 2 e 3, dadas por

$$D_o = \frac{m_o}{V_o}, \quad (2)$$

em que D_o= densidade do óleo, m_o= massa do óleo, V_o= volume ideal e

$$\text{eficiência}\% = \frac{V_f \times 100}{V_o}, \quad (3)$$

em que V_f= volume final encontrado.

A atividade de água das amostras foi medida no equipamento da AquaLab (Dew Point, Water Activity Meter 4Te) à 25°C. Para determinar o tamanho médio (D₅₀) das partículas utilizou-se um analisador de tamanhos de partícula (Horiba LV-

950 V2, Japão) a $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$, no modo de dispersão líquida e empregando água destilada como dispersão média. Para o preparo da amostra, a mesma foi diluída em água destilada e depois colocada no compartimento de leitura de amostras, repetindo a leitura por 6 vezes (MEDEIROS, 2017). Foi determinado a partir desses dados o índice span (Equação 4).

$$SPAN = \frac{D(90) - D(10)}{D(50)}, \quad (4)$$

em que $D(90)$, $D(50)$ e $D(10)$ são os diâmetros de 90, 50 e 10% do tamanho acumulativo de distribuição das partículas, respectivamente.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para não haver desperdício de óleo essencial de orégano, já que ele é um material com um alto valor comercial, foi utilizado D-limoneno para realizar uma encapsulação prévia e análise dos melhores parâmetros para a encapsulação pelo método de spray dryer. Foram realizados 15 testes, e os resultados mostraram eficiência de encapsulação variando entre 17 a 33%, rendimento de 28 a 50%, SPAN de 1,184 a 3,222 e atividade de água de 0,0965 a 0,2282.

Não houve diferença nos valores de atividade de água e rendimento dos testes realizados, porém a eficiência de encapsulação para todos os testes foi baixa. No trabalho de Tupuna et al (2018), ao encapsularem Norbixin utilizando apenas maltodextrina, obtiveram uma eficiência de encapsulação próxima de 25% e um SPAN de 1,63; condições semelhantes aos resultados encontrados neste trabalho. No entanto, no trabalho de Lokuwan (2006), ao encapsularem β -caroteno com maltodextrina, obteve uma eficiência de encapsulação de 46,74%, o que é maior do que o valor encontrado nos testes com o D-limoneno.

No trabalho de Rodrigues (2004), ao se trabalhar com maltodextrina e extrato crioconcentrado de café como material de recheio, com proporção de 9:1, obteve-se um rendimento de 63,3% utilizando uma temperatura de entrada de 150°C no spray dryer, portanto o rendimento do autor foi superior ao obtido pelos testes.

E o autor Quek et al. (2007) realizou um trabalho produzindo melancia em pó pelo método de spray dryer, obtendo uma atividade de água de 0,24 ao se trabalhar com uma temperatura de entrada do spray de 145°C , o que ficou próximo dos dados obtidos ao realizar as partículas com D-limoneno.

Obteve-se micropartículas de OEO por spray dryer nas condições de trabalho de 130°C de temperatura de entrada, $1,75 \text{ m}^3/\text{min}$ de blower e $0,6 \text{ L/h}$ de vazão de alimentação. Testes preliminares indicaram que é possível obter filmes biodegradáveis a base de amido de mandioca e PBAT, obtidos nas mesmas condições de Medeiros (2017). Este mesmo autor produziu filmes a base de amido e PBAT com partículas de orégano obtidas por gelificação iônica, mantendo propriedades interessantes. Neste sentido, acredita-se que será possível obter filmes a base de amido e PBAT com partículas de OEO obtidas por spray dryer com boas propriedades mecânicas, de barreira e com propriedade antimicrobiana.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Inicialmente foi feita uma busca de artigos científicos no Portal da Capes e observou-se que inserindo o termo de busca “microencapsulation oregano oil active packaging” obteve-se 87 trabalhos. Ao inserir os termos “oregano oil spray dryer” o número de trabalho foi de 126, mas três foram os trabalhos encontrados de encapsulamento de óleo essencial de orégano usando maltodextrina como material de parede.

Com relação às patentes, uma busca de anterioridade realizada em bancos de patentes nacionais (Instituto Nacional de Propriedade Industrial - INPI) e internacionais (google patentes) não encontrou filme de amido e PBAT adicionados de microcápsulas de óleo essencial de orégano, conforme objetivo do presente trabalho.

Sendo assim, conclui-se que ainda não há um filme de amido de mandioca e PBAT produzido por extrusão sopro e adicionados de microcápsulas de óleo de orégano, mostrando-se como um produto com potencial inovador para a indústria de embalagens para alimentos.

Obeve-se micropartículas de OEO por spray dryer nas condições de trabalho de 130°C de temperatura de entrada, 1,75 m³/min de blower e 0,6 L/h de vazão de alimentação. Testes preliminares indicaram que é possível obter filmes biodegradáveis a base de amido de mandioca e PBAT pelo método de extrusão.

A extrusão é um dos processos mais comuns e práticos para a elaboração de filmes para aplicação como embalagens. Aliado a isso, tem-se a preocupação mundial com a geração de resíduos sólidos, forçando as indústrias a buscarem formas alternativas e sustentáveis para seu processo produtivo. Com isto, a indústria alimentícia tem buscado embalagens recicláveis e biodegradáveis. Além do mais, com a intenção de proporcionar maior vida útil aos alimentos, tem-se desenvolvido as embalagens ativas, que possuem a capacidade de liberar substâncias ativas com funções específicas sobre os alimentos protegendo-os contra a ação de microrganismos e até mesmo do oxigênio, fatores estes, preponderantes no processo de degradação dos alimentos.

Considerando o impacto socioeconômico do projeto, optou-se por trabalhar com amido de mandioca, um produto de grau alimentício e consideravelmente disponível no estado do Paraná. Na região noroeste do Paraná se concentram várias feculares, facilitando a obtenção desta matéria-prima para produção das embalagens e contribuindo, de certa forma, na agregação de valor deste produto. A partir do desenvolvimento do filme de amido de mandioca e PBAT adicionados de microcápsulas de OEO, espera-se minimizar o uso de aditivos sintéticos em alimentos, buscando alternativas mais saudáveis de preservação de alimentos, além de compreender como ocorre a liberação gradual do OE de orégano através das microcápsulas e do filme.

Este trabalho tem contribuído com a formação e treinamento de alunos de graduação e pós-graduação, e permitirá que os resultados obtidos sejam apresentados em congressos nacionais e internacionais com foco em inovação e em revistas científicas e, em caso de viabilidade, realizar o depósito de patente. Além disso, este trabalho conta com a participação de pesquisadores da Universidade Estadual de Londrina (possui o laboratório com extrusor onde foi possível obter os filmes e onde será possível realizar análises das propriedades

mecânicas e antimicrobianas) e do Instituto de Tecnologia em Alimentos de Campinas (possui laboratório em que foram realizadas análises de SPAN e distribuição de tamanho).

AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente a UTFPR – Londrina pela bolsa concedida, laboratório, equipamentos e reagentes para realização desse projeto. Agradeço ao ITAL pela análise de tamanho das partículas e à UEL pela extrusão dos filmes.

REFERÊNCIAS

AIMOTO SHIMAZU, A.; MALI, S.; EIRAS GROSSMANN, M. V. Efeitos plastificantes e antiplastificantes do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. *Semina: Ciências Agrárias*, vol. 28, núm. 1, enero-marzo, p. 79-88 – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2007.

AL-ITRY, Racha; LAMNAWAR, Khalid; MAAZOUZ, Abderrahim. Improvement of thermal stability, rheological and mechanical properties of PLA, PBAT and their blends by reactive extrusion with functionalized epoxy. *Polymer Degradation And Stability*, [s.l.], v. 97, n. 10, p.1898-1914, out. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.06.028>.

BRANDELERO, Renata P. Herrera; YAMASHITA, Fabio; GROSSMANN, Maria Victória Eiras. The effect of surfactant Tween 80 on the hydrophilicity, water vapor permeation, and the mechanical properties of cassava starch and poly(butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) blend films. *Carbohydrate Polymers*, [s.l.], v. 82, n. 4, p.1102-1109, nov. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.034>.

CARDOSO, Lucas Guimarães et al. Development of active films poly (butylene adipate co-terephthalate) – PBAT incorporated with oregano essential oil and application in fish fillet preservation. *Industrial Crops And Products*, [s.l.], v. 108, p.388-397, dez. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.06.058>.

CHOULIARA, E. et al. Combined effect of oregano essential oil and modified atmosphere packaging on shelf-life extension of fresh chicken breast meat, stored at 4°C. *Food Microbiology*, [s.l.], v. 24, n. 6, p.607-617, set. 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fm.2006.12.005>.

LOKSUWAN, J. Characteristics of microencapsulated β -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. *Food Hydrocolloids*, [s.l.], v. 21, n. 5-6, p.928-935, jul. 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.10.011>.

MEDEIROS; João Augusto S. Filme Biodegradável incorporado de óleo essencial de orégano encapsulado, 2017. 63 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso Superior de Engenharia de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2017.

MISHRA, M. K. Overview of Encapsulation and Controlled Release. In: _____. Handbook of Encapsulation and Controlled Release. Boca Raton: CRC Press, 2016. cap. 1, p. 3-19.

QUEK, Siew Young; CHOK, Ngan King; SWEDLUND, Peter. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. Chemical Engineering And Processing: Process Intensification, [s.l.], v. 46, n. 5, p.386-392, maio 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2006.06.020>.

RAY, Sohini; RAYCHAUDHURI, Utpal; CHAKRABORTY, Runu. An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. Food Bioscience, [s.l.], v. 13, p.76-83, mar. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fbio.2015.12.009>.

RODRIGUES, Rodney Alexandre Ferreira. Preparo, caracterização e avaliação funcional de microcápsulas obtidas por spray drying, contendo extrato de café crioconcentrado. 2004. 258 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência da Nutrição, Nutrição, Unicamp, Campinas, 2004.

TUPUNA, Diego Santiago et al. Encapsulation efficiency and thermal stability of norbixin microencapsulated by spray-drying using different combinations of wall materials. Industrial Crops And Products, [s.l.], v. 111, p.846-855, jan. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.12.001>.

VILLADIEGO, A. M. D. et al. Filmes e Revestimentos Comestíveis na Conservação de Produtos Alimentícios. Revista Ceres, Viçosa, v. 52, n. 300, p. 221-244, 2005.