



Microencapsulação de D-limoneno e aplicação em filmes biodegradáveis de quitosana e gelatina

RESUMO

Neste trabalho micropartículas de D-limoneno foram produzidas por gelificação iônica e aplicados em filmes biodegradáveis de gelatina e quitosana. Foram avaliados três métodos de dispersão das micropartículas na solução filmogênica: agitação magnética, Ultra-turrax e sonicador. Nas micropartículas foram avaliadas a morfologia por microscopia ótica, a eficiência de encapsulação (EE) e a distribuição de tamanho e nos filmes determinou-se as propriedades mecânicas e a permeabilidade ao vapor de água. As micropartículas de D-limoneno apresentaram formato esférico, diâmetro médio de 158,148 μm e a EE foi de 83,95%. A incorporação de micropartículas elevou a resistência a tração, o módulo de Young e a PVA e reduziu a elongação na ruptura dos filmes. Entretanto, entre os métodos de incorporação não foi verificada diferença significativa nas propriedades avaliadas. Filmes de gelatina e quitosana contendo micropartículas de óleo essencial podem ser uma alternativa na conservação de alimentos.

PALAVRAS-CHAVE: Biopolímeros. Óleo essencial. Gelificação iônica.

Marcella Vitoria Galindo
rpmarcella@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

João Augusto Salviano de Medeiros
joao.augustosm@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

Lyssa Setsuko Sakanaka
lyssa@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

Carlos Raimundo Ferreira Grosso
carlosgrosso@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

Marianne Ayumi Shirai
mariannesshirai@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

INTRODUÇÃO

Biopolímeros, como proteínas e polissacarídeos, têm sido aplicados na produção de filmes e coberturas comestíveis, pois não são tóxicos, são biocompatíveis, biodegradáveis e derivados de fontes renováveis. Desta forma, filmes ativos biodegradáveis produzidos pela mistura de quitosana e gelatina estão sendo estudados para aplicação em diversos alimentos por possuírem boas propriedades de barreira a oxigênio e por serem bons carregadores de substâncias bioativas (BONILLA; SOBRAL, 2016; PEREDA et al., 2011).

Os óleos essenciais são substâncias naturais que desempenham função de proteção em plantas e são utilizados como aditivos naturais em alimentos, sendo reconhecidos como GRAS (Generally Recognized As Safe) (RUIZ-NAVAJAS et al., 2013). O óleo essencial de D-limoneno é usualmente encontrado em cascas de frutas cítricas como limão e laranja, sendo utilizado como aromatizante em alimentos, além de possuir propriedades funcionais no combate ao câncer e redução da absorção do colesterol pelo organismo (FERNANDES et al., 2014).

A incorporação direta de óleos essenciais em alimentos é limitada devido ao seu forte sabor e aroma, e a inclusão em filmes biodegradáveis representaria uma alternativa interessante, permitindo a obtenção de materiais ativos que poderiam auxiliar na extensão da vida útil e agregação de valor ao alimento (ATARÉS; CHIRALT, 2016). Uma outra forma de incorporação de óleos essenciais em filmes seria na forma microencapsulada. A vantagem é que o óleo estaria protegido de condições drásticas como luz, oxigênio e calor, evitando que sejam degradados ou volatilizados durante o processamento do filme (RUIZ-NAVAJAS et al., 2013).

Estudos sobre os métodos de incorporação de micropartículas na produção de filmes biodegradáveis são poucos relatados na literatura. Com isso, este trabalho teve como objetivo geral produzir filmes biodegradáveis de quitosana e gelatina com a incorporação de micropartículas de D-limoneno. Nos filmes obtidos foram determinadas a permeabilidade ao vapor de água e as propriedades mecânicas e as micropartículas foram caracterizadas quanto ao tamanho médio, morfologia e eficiência de encapsulação.

METODOLOGIA

Produção e caracterização das micropartículas de D-limoneno por gelificação iônica

As microcápsulas foram produzidas através da técnica de gelificação iônica. Primeiramente foi preparada uma emulsão contendo alginato de sódio (1,25%, m/v), D-limoneno (proporção 2:1 em relação à massa de alginato de sódio) e óleo resina de páprica (2% em relação à massa de D-limoneno). Esta mistura foi emulsionada em homogeneizador Ultra Turrax (marca IKA, modelo T18) a 15.000 rpm por 3 min. A emulsão foi transportada com auxílio de uma bomba peristáltica (vazão de 0,3 L/h e fluxo de ar 15 L/min) para ser aspergida, com auxílio de um bico atomizador (0,7 mm de diâmetro), sobre um recipiente contendo solução de cloreto de cálcio 2% (m/v). As microcápsulas permaneceram sob agitação magnética por 15 min e foram lavadas com água deionizada em uma peneira com abertura 270 mesh/Tyler (Bertel, Brasil).

Para verificar a eficiência de encapsulação foi utilizado o método de destilação por arraste a vapor com auxílio de um Clevenger. O diâmetro médio e a distribuição de tamanho das micropartículas foram determinados por

espalhamento de luz (Horiba, modelo LV950, Japão) com água destilada como meio dispersante. O diâmetro médio da partícula foi expresso em termos de volume médio ($D_{4,3}$) e a polidispersidade foi dada pelo índice span. A morfologia das micropartículas foi avaliada em microscópio ótico (Motic, modelo BA210) acoplado com câmera digital para obtenção das imagens.

Produção e caracterização dos filmes de quitosana e gelatina incorporados com microcápsulas de D-limoneno

Para a obtenção dos filmes, as soluções de gelatina a 4% (m/v) (adicionada de 1 g de glicerol/100 mL de solução de gelatina) e quitosana a 1% (v/v) (dissolvida em ácido acético 1%, v/v) foram misturadas na proporção 1:1 (m/m) e adicionou-se 20 g/100 g solução filmogênica de micropartículas de D-limoneno. Três métodos de homogeneização das micropartículas na solução filmogênica foram pesquisados: (a) agitação magnética por 10 minutos (FA); (b) Ultra-turrax a 10.000 rpm por 4 min (FT) e (c) sonicador com potência de 50% por 2 min, com pulso on de 20 segundos e pulso off de 15 segundos (FS). As soluções filmogênicas (Controle, FA, FT e FS) foram vertidas em placas de acrílico e secas a 25°C em estufa BOD (Tecnal, Brasil) over night. Nos filmes foram determinadas as propriedades mecânicas (resistência máxima à tração (MPa), alongamento na ruptura (%) e módulo de elasticidade ou de Young (MPa)) conforme a ASTM D-882-02 de 2002 e a permeabilidade ao vapor de água conforme ASTM.

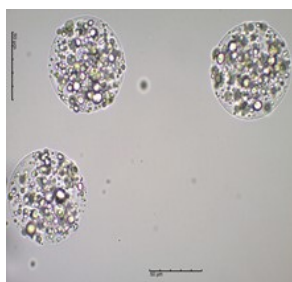
Os resultados de propriedades mecânicas e PVA dos filmes foram avaliadas por análise de variância (ANOVA) e as médias dos tratamentos foram comparadas por teste de Tukey ao nível de 5% de significância ($p < 0,05$) utilizando o Software Statistica 7.0 (Statsoft, Tulsa, OK, EUA).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 encontra-se a morfologia e a estrutura interna das microcápsulas úmidas (aproximadamente 98% umidade), que se apresentaram no formato esférico e é possível verificar as gotas de óleo essencial espalhadas na matriz de alginato de sódio. O diâmetro médio ($D_{4,3}$) das micropartículas foi de $158,148 \pm 3,09 \mu\text{m}$, valor significativamente menor que o reportado por Müller et al. (2016) em micropartículas de óleo essencial de laranja obtidas por gelificação iônica. O índice de polidispersão ou span das micropartículas foi de $1,73 \pm 0,11$, sendo considerado um valor elevado e indica que não houve homogeneidade quanto ao tamanho das amostras. A EE foi de 83,95% e valor superior (99,51%) de EE foi relatado por Müller et al. (2016).

Os filmes obtidos foram de fácil manipulação e foram facilmente removidos das placas de acrílico depois de secos. O filme controle apresentou-se com maior transparência, brilho e sua superfície era lisa. Já os filmes com micropartículas de D-limoneno apresentaram a superfície rugosa e levemente amarelada devido as micropartículas estarem dispersas por toda a superfície do filme. Os filmes FS, FT e FA não apresentaram diferença com relação à aparência.

Figura 1- Microscopia ótica das micropartículas de D-limoneno.



Fonte: Autoria própria (2017).

Os resultados das propriedades mecânicas e de PVA dos filmes de gelatina e quitosana adicionadas de micropartículas de D-limoneno por diferentes métodos se encontram na Tabela 1. Em relação a PVA, no geral, a incorporação de micropartículas elevou seus valores, independente do método de dispersão pesquisado. Isto pode ter ocorrido pela falta de interação química entre a matriz do filme (gelatina e quitosana) com as micropartículas, resultando em espaços que permitiram a passagem de vapor de água. O menor valor de PVA do filme controle sugere que a quitosana e a gelatina apresentaram boa interação, proporcionando uma matriz coesa e homogênea.

Tabela 1 - Propriedades mecânicas e PVA de filmes de gelatina e quitosana incorporadas com micropartículas de D-limoneno por diferentes métodos.

Formulação	PVA 10^{-7} (g/m.Pa.h)	MY (MPa)	T (MPa)	E (%)
Controle	$2,17 \pm 0,25^c$	$253,82 \pm 29,10^b$	$16,91 \pm 2,69^b$	$58,27 \pm 8,90^a$
FA	$3,80 \pm 0,05^a$	$416,41 \pm 48,62^a$	$20,52 \pm 1,74^a$	$16,73 \pm 1,57^c$
FT	$3,02 \pm 0,16^b$	$414,17 \pm 32,27^a$	$20,35 \pm 0,99^a$	$14,48 \pm 1,95^c$
FS	$3,43 \pm 0,02^{a,b}$	$391,64 \pm 28,48^a$	$19,58 \pm 1,59^a$	$23,35 \pm 2,62^b$

Letras iguais na coluna não diferem estatisticamente, ao nível de 5% de significância, pelo teste de Tukey.

Fonte: Autoria própria (2017).

Para as propriedades mecânicas, o filme controle novamente se mostrou diferente ($p < 0,05$) em relação aos outros tratamentos, apresentando maior alongação e menor resistência a tração e módulo de Young. Por outro lado, Kim et al. (2013) relataram que não houve alteração nas propriedades mecânicas quando se adicionou microcápsulas de óleo de canela em filmes de polietileno de baixa densidade. Considerando o método de incorporação das micropartículas no filme, não foi verificado diferença significativa nas propriedades mecânicas, sugerindo que um método simples como a agitação magnética foi suficiente para dispersar as micropartículas na solução filmogênica.

CONCLUSÃO

Neste trabalho foi possível produzir filmes de gelatina e quitosana com micropartículas de D-limoneno. A incorporação das micropartículas proporcionou filmes mais resistentes, porém houve elevação na PVA. Os métodos de dispersão (agitação magnética, homogeneização com ultra-turrax e sonicador) das micropartículas na solução filmogênica não interferiram nas propriedades

mecânicas e na PVA. A microencapsulação é uma técnica promissora que possibilita a aplicação de óleos essenciais em filmes biodegradáveis. Entretanto, estudos ainda são necessários para viabilizar a aplicação destes materiais em alimentos visando a melhoria das características sensoriais e extensão de sua vida útil.

Microencapsulation of D-limonene and application in biodegradable chitosan gelatin films

ABSTRACT

In this work, D-limonene microparticles were produced by ionic gelation and applied in gelatin and chitosan biodegradable films. Three methods of dispersion of the microparticles were evaluated in the film-forming solution: magnetic stirring, Ultra-turrax and sonicator. The microparticles were characterized in terms of encapsulation efficiency (EE), size distribution, and morphology by optical microscopy, and in the films the mechanical properties and water vapor permeability were determined. The D-limonene microparticles showed spherical shape, mean diameter of 158.148 μm and EE of 83.95%. Microparticle incorporation increased tensile strength, Young's modulus and PVA and reduced elongation at break of the films. However, among the incorporation methods there was no significant difference in the evaluated properties. Films of gelatin and chitosan containing essential oil microparticles can be an alternative in food preservation.

KEYWORDS: Biopolymer. Essential oil. Ionic gelation.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pela concessão de bolsa de iniciação científica e auxílio financeiro (Processo nº 445272/2014-7).

REFERÊNCIAS

ATARÉS, L.; CHIRALT, A. Essential oil as additives in biodegradable films and coatings for active food packaging. **Trends in Food Science & Technology**, v. 48, p. 51-62, 2016. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924224415300960>>. Acesso em: 01 ago. 2017.

BONILLA, J.; SOBRAL, P. J. A. Investigation of the physicochemical, antimicrobial and antioxidant properties of gelatina-chitosan edible film mixed with plant ethanolic extracts. **Food Bioscience**, v.16, p.17-25, 2016. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2212429216300499?via%3Dihub>>. Acesso em: 24 abr. 2016.

FERNANDES, I. J.; KIELING, A. G.; ROCHA, T. L. A. C.; BREHM, F. A.; MORAES, C. A. M. Produção e avaliação de microcápsulas de alginate contendo óleo essencial de casca de laranja. **Eclética Química**, v.39, p. 164-174, 2014.

KIM, I.; HAN, J.; NA, J. H.; CHANG, P.; CHUNG, M. S.; PARK, K. H.; MIN, S. C. Insect-resistant food packaging film development using cinnamon oil and Microencapsulation technologies. **Food Science and Technology**, v. 78, n. 2, p. 229-237, 2013. Disponível em: <<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/1750-3841.12006/full>>. Acesso em: 15 ago. 2016.

MÜLLER, P. S.; Encapsulation efficiency and thermal stability of orange essential oil microencapsulated by spray drying and by coacervation. **Boletim do Centro de Processamento de Alimentos**, v. 34, n. 1, p. 133-150, 2016.

PEREDA, M., PONCE, A.G., MARCOVICH, N.E., RUSECKAITE, R.A., MARTUCCI, J.F. Chitosan gelatin composites and bi-layer films with potential antimicrobial activity. **Food Hydrocolloids**, v. 25, p. 1372–1381, 2011. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0268005X11000038>>. Acesso em: 25 ago. 2017.

RUIZ-NAVAJAS, Y., VIUDA-MARTOS, M., SENDRA, E., PEREZ-ALVAREZ, J. A., FERNÁNDEZ-LÓPEZ, J. In vitro antibacterial and antioxidant properties of chitosan edible films incorporated with Thymus moroderi or Thymus piperella essential oils. **Food Control**, v. 30, p. 386-392, 2013.

Recebido: 31 ago. 2017.

Aprovado: 02 out. 2017.

Como citar:

GALINDO, M. V. et al. Microencapsulação de D-limoneno e aplicação em filmes biodegradáveis de quitosana e gelatina. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22., 2017, Londrina.

Anais eletrônicos... Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em:

<<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>. Acesso em: XXX.

Correspondência:

Marcella Vitoria Galindo

Avenida dos Pioneiros, 3131, Jardim Morumbi, Londrina, Paraná, Brasil.

Direito autoral:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-Não Comercial 4.0 Internacional.

