

Caracterização de microcápsulas de extrato de *Baccharis dracunculifolia* e lasiodiplodana: avaliação da eficiência do encapsulamento, conteúdo de fenólicos e potencial antioxidante.

Characterization of *Baccharis dracunculifolia* extract and lasiodiplodan microcapsules: evaluation of encapsulation efficiency, phenolic content and antioxidant potential.

RESUMO

Microcápsulas contendo extrato de *B. dracunculifolia* e (1→6)-β-D-glucana microbiana (lasiodiplodana) foram produzidas por processo de atomização em *spray-dryer* e caracterizadas. Os extratos foram obtidos por extração metanólica (95% v/v) e um delineamento composto central rotacional 2³ foi empregado para a produção das microcápsulas. Os efeitos das variáveis concentrações de lasiodiplodana, goma arábica e extrato liofilizado sobre o conteúdo de fenólicos totais foram estudados. As microcápsulas foram caracterizadas quanto à eficiência do encapsulamento, teor de compostos fenólicos, atividade antioxidante e análise térmica. A atividade antioxidante foi determinada pela capacidade de captura dos radicais ABTS e DPPH e pelo poder redutor férrico. A melhor condição de encapsulamento foi verificada quando usando 1,5% de lasiodiplodana associada a 5,0% de extrato de *B. dracunculifolia*. As microcápsulas apresentaram potencial antioxidante, especialmente quanto ao poder antioxidante redutor do íon férrico (212,2 μmol FeSO₄.7H₂O/g), e elevado conteúdo de fenólicos totais (entre 762,4 e 3157,9 μg GAE/g). A análise térmica demonstrou que as microcápsulas obtidas na condição otimizada apresentaram elevada estabilidade térmica com três eventos de perda de massa. Os resultados obtidos sugerem que as micropartículas produzidas apresentam estrutura adequada para a manutenção das potencialidades biológicas do extrato de *B. dracunculifolia* podendo agregar funcionalidades da lasiodiplodana.

PALAVRAS-CHAVE: Microencapsulação por atomização. Compostos bioativos. Polissacarídeos.

ABSTRACT

Microcapsules containing *B. dracunculifolia* extract and microbial (1→6)-β-D-glucan (lasiodiplodan) were produced by *spray-dryer* atomization process and characterized. The extract was obtained by methanolic extraction (95% v/v) and a 2³ central rotational composite design was used to produce the microcapsules. The effects of the variables concentrations of lasiodiplodan, gum arabic and lyophilized extract on the total phenolic content of microcapsules were studied. The encapsulation efficiency, phenolic compound content, antioxidant activity and thermal profile of microcapsules were determined. Antioxidant activity was evaluated by the ABTS and DPPH scavenging ability and by ferric reducing antioxidant power. The best encapsulation condition was verified when using with 1.5% lasiodiplodan associated with 5.0% *B. dracunculifolia* extract. The microcapsules

Débora Dahmer
debora-dahmer@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Mário Antônio Alves da Cunha
mcunha@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Genice Iurckevicz
genice.iur@gmail.com
Unicentro, Guarapuava, Paraná, Brasil

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

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



showed antioxidant potential, especially regarding the reducing antioxidant power of ferric ion (212.2 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$) and high total phenolic content (between 762.4 and 3157.9 $\mu\text{g GAE/g}$). Thermal analysis showed the microcapsules obtained in the optimized condition presented high thermal stability with three mass loss events. Results suggest the microparticles have adequate structure to maintain the biological potential of *B. dracunculifolia* extract and may add the functionalities of lasiodiplodan.

KEYWORDS: Microencapsulation by atomization. Bioactive compounds. Polysaccharides.

INTRODUÇÃO

Plantas medicinais têm sido empregadas na medicina popular há séculos e atualmente atraem a atenção das indústrias pelas diversas propriedades farmacológicas que apresentam (PIO et al., 2018). Produtos de origem natural tendem a exibir menor estabilidade físico-química em comparação aos sintéticos, e sua apresentação na forma sólida, por meio de técnicas de revestimento como a microencapsulação, é uma alternativa eficaz para prolongar a vida útil dos produtos desenvolvidos (SANTANA et al., 2016).

A microencapsulação consiste na produção de micropartículas que concentram em seu núcleo o material de interesse, o qual é circundado por diferentes materiais de parede que garantem proteção, maior estabilidade e a liberação lenta dos princípios ativos constituintes das plantas (KLEIN et al., 2015). A secagem por pulverização ou *spray-dryer* é uma das técnicas mais empregadas para esta finalidade (ANTIGO et al., 2017).

Diferentes materiais podem ser empregados como agentes encapsulantes, sendo a maltodextrina e a goma arábica os mais comumente utilizados (CANO-HIGUITA; VÉLEZ; TELIS, 2015). Devido a sua capacidade espessante, as β -glucanas, como a (1 \rightarrow 6)- β -D-glucana, são consideradas ótimos agentes estabilizantes, potencializando o efeito dos demais materiais de parede empregados (SANCHEZ et al., 2017). Além disso, podem conferir proteção e manutenção às propriedades biológicas apresentadas por extratos de plantas ricos em compostos bioativos, como a *Baccharis dracunculifolia*, quando em associação com estes (PEREIRA et al., 2016).

Neste contexto, o presente estudo teve como objetivo produzir e caracterizar microcápsulas contendo *B. dracunculifolia* e (1 \rightarrow 6)- β -D-glucana por processo de atomização em *spray-dryer*, além de avaliar a eficiência do encapsulamento, conteúdo de fenólicos totais, atividade antioxidante e perfil térmico das partículas.

MATERIAL E MÉTODOS

A proporção empregada para a obtenção do extrato metanólico da *Baccharis dracunculifolia* foi de 1:4 (material vegetal em relação ao solvente extrator, metanol 95 % v/v). O ensaio foi conduzido sob agitação constante, durante 20 minutos, a 70 °C. O solvente foi removido por rotaevaporação à 45 °C e o material final foi liofilizado.

Para a obtenção das microcápsulas, metodologia descrita por Salgado et al., (2015) foi empregada. Soluções contendo maltodextrina, goma arábica e

lasiodiplodana, acrescidas do extrato liofilizado da *Baccharis dracunculifolia*, foram preparadas (ABURTO; TAVARES; MARTUCCI, 1998), empregando planejamento experimental 2^3 descrito na tabela 1. Em seguida, as soluções foram atomizadas em mini *spray-dryer* de bancada BÜCHI (B-290) utilizando as condições de processo descritas por Salgado et al. (2015).

Tabela 1 - Planejamento fatorial para otimização da produção das microcápsulas e teor de compostos fenólicos totais obtidos para as mesmas.

Ensaio	Lasiodiplodana (%)	Goma Arábica (%)	<i>B. dracunculifolia</i> (%)	Fenólicos totais $\mu\text{g GAE/g}$
1	0,5	0	2,0	762,4
2	0,5	0	5,0	3154,9
3	0,5	10	2,0	2556,4
4	0,5	10	5,0	3040,0
5	1,5	0	2,0	2410,1
6	1,5	0	5,0	3157,9
7	1,5	10	2,0	1277,3
8	1,5	10	5,0	3098,2
9	1,0	5,0	3,5	1992,2
10	1,0	5,0	3,5	1146,0
11	1,0	5,0	3,5	1499,7
12	1,0	5,0	3,5	2983,3

Fonte: Autoria própria (2019).

A eficiência do encapsulamento foi avaliada por meio da determinação do conteúdo de fenólicos totais aprisionados nas microcápsulas, através de metodologia descrita por Saikia, Kumar Mahnot e Lata Mahanta (2015).

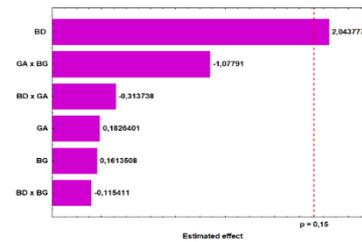
Para determinação do conteúdo de fenólicos totais e da atividade antioxidante das microcápsulas, a extração dos compostos bioativos foi realizada conforme protocolo descrito por Saikia, Mahnot e Mahanta (2015). Posteriormente, as amostras obtidas foram filtradas e analisadas quanto ao conteúdo de fenólicos totais (SINGLETON; ROSSI, 1965) e atividade antioxidante pelos métodos de captura do radical ABTS (HUANG et al., 2010) e DPPH (BRAND-WILLIAMS; CUEVELIER; BERSET, 1995), e poder redutor do íon férrico, FRAP (WANG et al., 2013).

As microcápsulas foram submetidas à análise de termogravimetria (TG), análise térmica diferencial (DTA) e termogravimétrica derivada (DTG), com temperaturas entre 25 °C e 800 °C e taxa de aquecimento de 10 °C/min. em analisador térmico SDT Q600 (TA Instruments, USA).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os efeitos das variáveis estudadas sobre o teor de compostos fenólicos totais presente nas microcápsulas foram expressos em gráfico de Pareto, conforme a Figura 1.

Figura 1 - Estimativa dos efeitos das variáveis *Baccharis dracunculifolia* (BD), lasiodiplodana (BG) e goma arábica (GA) sobre o teor de compostos fenólicos totais.



Em relação ao teor de compostos fenólicos totais, a única variável que apresentou efeito significativo e positivo a um nível de significância de 85% ($p = 0,15$) foi a concentração de *B. dracunculifolia*, conforme demonstrado na Figura 1. Isto pode ser explicado devido ao fato de extratos vegetais apresentarem altas concentrações de compostos fenólicos, os quais correspondem aos metabólitos especializados das plantas (ROLEIRA et al, 2015).

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos para o conteúdo de fenólicos totais das microcápsulas produzidas de acordo com o planejamento fatorial 2^3 . A partir dos resultados obtidos, pode ser inferido que o ensaio 6 apresentou melhor eficiência de encapsulamento, pois permitiu aprisionar maior conteúdo de fenólicos totais. Associado a isto, também foram empregados maiores conteúdos de β -glucana (1,5% de lasiodiplodana) o que pode potencializar as propriedades bioativas das microcápsulas em função das funcionalidades biológicas inerentes a β -glucana lasiodiplodana.

Os resultados obtidos para a atividade antioxidante das microcápsulas produzidas no ensaio 6 são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Atividade antioxidante para o ensaio 6.

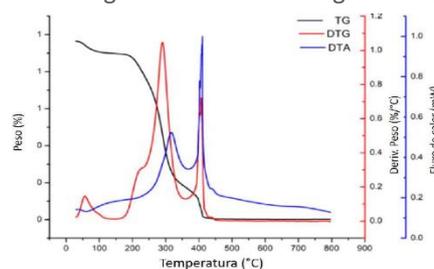
Método	Atividade Antioxidante
DPPH	33,6 $\mu\text{mol Trolox/g}$
FRAP	212,2 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$
ABTS	24 $\mu\text{mol Trolox/g}$

Fonte: Autoria própria (2019).

A partir da Tabela 2 é possível verificar que as microcápsulas obtidas apresentaram potencial para a eliminação dos radicais DPPH (33,6 $\mu\text{mol Trolox/g}$) e ABTS (24 $\mu\text{mol Trolox/g}$), e notável potencial para a redução de íons férricos (212,2 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$).

A Figura 2 apresenta as curvas de termogravimetria (TG), termogravimetria derivada (DTG) e análise térmica diferencial (DTA) para as microcápsulas.

Figura 2 - Curvas termogravimétrica e termogravimétricas derivadas.



Três eventos de perda de massa foram verificados. O primeiro evento ocorreu entre 28 e 124 °C, com perda de massa de 2,3% e está relacionado a perda de água livre (MENG et al., 2017). O segundo e principal evento térmico ocorreu entre 164,4 e 357 °C, com perda de 77,6% de massa, o qual pode estar relacionado a fusão e degradação do material polimérico de parede das microcápsulas (IURCKEVICZ; MARQUES; LIMA, 2017). O terceiro evento térmico ocorreu entre 370 e 429 °C, com redução de 17,0% em massa, e está relacionado a decomposição final das microcápsulas. O perfil térmico das microcápsulas indicam que estas apresentam elevada estabilidade térmica, considerando os padrões de temperatura empregados nas indústrias farmacêuticas e alimentícias.

CONCLUSÃO

A melhor condição para a produção das micropartículas foi obtida quando usando 1,5% de lasiodiplodana associada a 5,0% de goma arábica, sem a necessidade de uso de maltodextrina. Em tais condições foram obtidas microcápsulas com potencial antioxidante e elevados conteúdos de compostos fenólicos.

O processo de encapsulamento do extrato de *B. dracunculifolia* proposto demonstrou ser efetivo, considerando os elevados conteúdos de fenólicos das microcápsulas e o potencial antioxidante destas. A análise térmica indicou que as microcápsulas obtidas apresentaram elevada estabilidade térmica, considerando os padrões de temperaturas empregados comumente nas indústrias de alimentos e farmacêuticas. Por fim, as microcápsulas obtidas podem ser consideradas um novo biomaterial com propriedades biológicas, as quais devem ser estudadas em pesquisas futuras.

REFERÊNCIAS

- ABURTO, L. C.; TAVARES, D. DE Q.; MARTUCCI, E. T. Microencapsulação de óleo essencial de laranja. **Food Science and Technology (Campinas)**, v. 18, p. 45–48, 1998. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/cta/v23s0/19462.pdf>. Acesso em: 16 jul. 2019.
- ANTIGO, J. L. D. et al. Effect of ph on the stability of red beet extract (*Beta vulgaris* L.) microcapsules produced by spray drying or freeze drying. **Food Science and Technology**, v. 2061, n. AHEAD, p. 0–0, 2017. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0101-20612018000100072. Acesso em: 16 jul. 2019.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1995. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0023643895800085>. Acesso em: 17 jul. 2019.
- HUANG, M.H.; HUANG, S.S.; WANG, B.S.; WU, C.H.; SHEU, M.J.; HOU, W.C.; LIN, S.S.; HUANG, G.J. Antioxidant and anti-inflammatory properties of *Cardiospermum halicacabum* and its reference compounds ex vivo and in vivo. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 133, p. 743–750, 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378874110007774>. Acesso em: 17 jul. 2019.
- IURCKEVICZ, G.; MARQUES, P. T.; LIMA, V. A. Análise Química e Quimiométrica de Matrizes de Amido Modificado por Trimetafosfato de Sódio. **Rev. Virtual Quim**, v. 9, n. 4, p. 1462–

1480, 2017. Disponível em: <http://rvq.sbq.org.br/imagebank/pdf/v9n4a05.pdf>. Acesso em: 17 jul. 2019.

KLEIN, T. et al. Microparticles containing Guaraná extract obtained by spray-drying technique: Development and characterization. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 25, n. 3, p. 292–300, 2015. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0102-695X2015000300292. Acesso em: 16 jul. 2019.

MENG, Q. et al. Antioxidant and antibacterial activities of polysaccharides isolated and purified from *Diaphragma juglandis fructus*. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 105, p. 431–437, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813017307742>. Acesso em: 17 jul. 2019.

PIO, I. D. S. L. et al. Traditional knowledge and uses of medicinal plants by the inhabitants of the islands of the São Francisco river, Brazil and preliminary analysis of *Rhaphiodon echinus* (Lamiaceae). **Brazilian Journal of Biology**, v. 6984, n. Cim, p. 1–13, 2018. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1519-69842018005011102. Acesso em: 15 jul. 2019.

ROLEIRA, F. M. F.; TAVARES-DA-SILVA, E. J.; VARELA, C. L.; COSTA, S. C.; SILVA, T.; GARRIDO, J.; BORGES, F. Plant derived and dietary phenolic antioxidants: Anticancer properties. **Food Chemistry**, v. 183, p. 235–258, 15 set. 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814615004021>. Acesso em: 17 jul. 2019.

SAIKIA, S.; KUMAR MAHNOT, N.; LATA MAHANTA, C. Optimisation of phenolic extraction from *Averrhoa carambola* pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying. **Food Chemistry**, v. 171, p. 144–152, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814614012795>. Acesso em: 16 jul. 2019.

SALGADO, M. et al. Encapsulation of resveratrol on lecithin and β -glucans to enhance its action against *Botrytis cinerea*. **Journal of Food Engineering**, v. 165, p. 13–21, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0260877415002009>. Acesso em: 16 jul. 2019.

SANTANA, A. et al. Spray drying of pequi pulp: Process performance and physicochemical and nutritional properties of the powdered pulp. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 59, p. 1–11, 2016. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-89132016000100500. Acesso em: 15 jul. 2019.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144–158, 1965. Disponível em: <https://www.ajevonline.org/content/16/3/144>. Acesso em: 16 jul. 2019.

WANG, J.; WANG, Y.; LIU, X.; YUAN, Y.; YUE, T. Free radical scavenging and immunomodulatory activities of *Ganoderma lucidum* polysaccharides derivatives. **Carbohydrate Polymers**, v. 91, n. 1, p. 33–38, 2013. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23044102>. Acesso em: 17 jul. 2019.