https://eventos.utfpr.edu.br//sicite/sicite2020

Antioxidantes em filmes de farinha de trigo com micropartículas de óleo de orégano

Antioxidants in wheat flour films with oregano oil microparticles

Luana Gabrielle Correa
lu_gabrielle11@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

Geane Cristiane Balan
geanebalan@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

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo a produção de filmes biodegradáveis de farinha de trigo e poli (adipato co-tereftalato de butileno) (PBAT) por extrusão a sopro com incorporação de óleo essencial de orégano livre e microencapsulado e a análise da sua atividade antioxidante. O óleo essencial de orégano foi microencapsulado por spray-drying empregando-se goma arábica e maltodextrina como materiais de parede. Os filmes foram feitos por extrusão sopro em balão e nos filmes determinou-se a concentração de compostos fenólicos totais e a atividade antioxidante pelos métodos FRAP, DPPH e ABTS. Pode-se observar que a adição de óleo de orégano livre e microencapsulado elevou significativamente a capacidade antioxidante dos filmes, sendo maior no filme com micropartículas. Neste trabalho foi possível a produção de filmes biodegradáveis com propriedades antioxidantes com potencial aplicação na conservação de alimentos.

PALAVRAS-CHAVE: Biodegradável. Microencapsulação. Óleo essencial.

ABSTRACT

This work aimed to produce biodegradable films of wheat flour and poly(butylene-adipate-co-terephthalate) by blown extrusion with incorporation of oregano essential oil microparticles and antioxidant activity determination. Oregano essential oil was microencapsulated by spray-drying using Arabic gum and maltodextrin as wall materials. The films were produced by blown extrusion, and in the films phenolic compounds and antioxidant activity by FRAP, DPPH and ABTS methods were evaluated. It can be observed that the addition of free and microencapsulated oregano oil increased the antioxidant capacity of the films, being larger in the film with microparticles. In this work it was possible to produce biodegradable films with antioxidant properties with potential application in food conservation.

KEYWORDS: Biodegradable. Microencapsulation. Essential oil.

Recebido: 19 ago. 2020.
Aprovado: 01 out. 2020.

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

INTRODUÇÃO

O uso de embalagens na indústria de alimento é essencial, pois protege o alimento de danos físicos, químicos e biológicos, além de facilitar o transporte. Hoje em dia, a maioria das embalagens são feitas de derivados do petróleo, que tem como característica a decomposição lenta, gerando milhões de resíduos todos os anos. A produção e pesquisa sobre embalagens biodegradáveis pode ser uma alternativa para a diminuição de resíduos e aumento da sustentabilidade.

Dentre os materiais de fontes renováveis que podem ser utilizados para a produção de filmes biodegradáveis, tem-se as farinhas de origem vegetal como a farinha de trigo. O uso da farinha de trigo se mostra interessante pois, durante seu processamento, uma grande quantidade de grãos de trigo é perdida ou colhida com qualidade de produção inferior devido ao ataque de pragas, geminação na espiga e redução da matéria seca que ocorrem pelo retardo na colheita (CARNEIRO et al., 2005). A farinha produzida através destes grãos de qualidade inferior para a alimentação pode ser então utilizada para realização de blendas com outros biopolímeros, como o poli (adipato co-tereftalato de butileno) (PBAT), para produção de filmes por extrusão sopro em balão.

Além disso, filmes de biopolímeros formam matrizes contínuas que permitem a incorporação de compostos bioativos, como o óleo essencial de orégano (*Origanum vulgare* L.), que possui atividades antioxidante e antimicrobiana devido aos compostos fenólicos presentes, principalmente carvacrol, timol, c-terpineno e p-cimeno (VIUDA-MARTOS et al., 2010).

Durante o processo de extrusão termoplástica, altas temperaturas, pressão e cisalhamento são necessários para fundir o polímero para a formação do filme. Então, os óleos essenciais incorporados livres durante este processo podem volatilizar e até mesmo se degradarem. Uma alternativa para preservar a bioatividade dos óleos essenciais e permitir a sua incorporação em filme extrusado é realizar a sua microencapsulação, formando uma barreira de proteção (RIBEIRO-SANTOS; ANDRADE; SANCHES-SILVA, 2017).

A microencapsulação por spray drying é um dos processos mais utilizados na indústria alimentícia por ser considerado um processo econômico, flexível, contínuo e rápido, podendo ser realizado em um equipamento de fácil acesso que resulta em partículas secas e de boa qualidade (DA COSTA et al., 2013). Essa técnica permite a microencapsulação de produtos sensíveis ao calor, como os óleos essenciais, sem afetar drasticamente suas propriedades funcionais, permitindo sua incorporação na formulação de filmes biodegradáveis.

Este trabalho teve como objetivo a produção de filmes biodegradáveis a partir de blendas de farinha de trigo e poli (adipato co-tereftalato de butileno) (PBAT) por extrusão a sopro com incorporação de micropartículas de óleo essencial de orégano (OEO) obtidas por spray drying e a análise da sua atividade antioxidante.

MATERIAL E MÉTODOS

As micropartículas foram produzidas com óleo essencial de orégano (*Origanum vulgare* L.) (Quinari, Brasil), goma arábica (Nexira,

Brasil), maltodextrina (Cargill, Brasil) e óleo resina de páprica (Citromax, Brasil). Os filmes foram produzidos a partir do polímero biodegradável poli (adipato co-tereftalato de butileno) (PBAT) de nome comercial Ecoflex® (Basf, Brasil), farinha de trigo (Vilma Alimentos, Brasil) e glicerol (Dinâmica, Brasil).

Para a microencapsulação por spray-drying, inicialmente a goma arábica e a maltodextrina (1:1) foram adicionadas em água destilada e agitadas até completa dissolução, em seguida foi adicionado OEO (3%, m/m em relação aos sólidos) e óleo resina de páprica (2% em relação a massa do OEO), cuja função foi corar as micropartículas para facilitar a visualização no filme, e foram emulsionados por 3 minutos a 15.000 rpm em Ultraturrax (IKA, modelo T18, EUA). Depois, a emulsão preparada foi pulverizada na câmara de secagem de um spray dryer (Labmaq, modelo MSDi 1.0, Brasil) através de um bico atomizador duplo fluido com diâmetro de 0,7 mm, com a temperatura do ar de entrada de 130°C, temperatura de saída de 100°C, vazão de alimentação de 600 mL/h, fluxo de ar de 1,65 m^3/min e pressão do ar comprimido de 35 L/min. Nas partículas obtidas a eficiência de encapsulação foi determinada por destilação por arraste a vapor com auxílio de um Clevenger.

Os filmes foram feitos em uma extrusora monorosca piloto (BGM, modelo EL-25, Brasil), com rosca de 25 mm de diâmetro (L/D = 30). Inicialmente, todos os ingredientes da formulação foram pesados (Tabela 1) e manualmente misturados. A mistura foi alimentada na extrusora acoplada a uma matriz com seis orifícios de 2 mm de diâmetro, sendo o perfil de temperatura nas 4 zonas de aquecimento de 90/120/120/100ºC e a velocidade do parafuso foi de 35 rpm. Os perfis cilíndricos (Figura 1 - A) foram peletizados (Figura 1 - B) e novamente alimentados à extrusora para a produção dos filmes à sopro. Nesta etapa, o perfil de aquecimento foi de 90/120/120/120/120, a rotação do parafuso foi de 40 rpm e foi acoplada uma matriz anelar de 50 mm de diâmetro, com um sistema de sopro interno e externo (diâmetro 150 e 300 mm), sendo que o sopro interno é utilizado para formação do balão e o ar externo para resfriamento (Figura 1 - C). Foram feitas 3 formulações: Uma sendo o filme controle (FC); outra sendo o filme adicionado de OEO microencapsulado (FOM) e a última formulação sendo o filme adicionado de OEO livre (FOL).

Tabela 1 – Formulação dos filmes de farinha de trigo e PBAT

Formulação	Farinha de Trigo (g)	Glicerol (g)	PBAT (g)	Ácido Cítrico (g)	Partículas (g)	OEO Livre (g)
FC	230	70	200	0,1	-	-
FOM	207	63	180	0,09	50	-
FOL	207	63	180	0,09	-	3,3

Fonte: Balan (2019).

Para a extração dos compostos fenólicos e antioxidantes dos filmes, foi adicionado 20 mL de etanol 80% (v/v) a 1 g de filme e a mistura foi homogeneizada em um agitador de tubos (Phoenix, Brasil) durante 20 horas a temperatura ambiente. Após esse tempo, a mistura foi centrifugada e o sobrenadante foi utilizado nas análises de compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante. As condições de extração foram definidas por testes preliminares.

Figura 1 - Etapas do processo de elaboração dos filmes. A - Perfis cilíndricos. B – Pelletes. C - Balão formado durante o processo de extrusão-sopro.

Fonte: Balan (2019).

O teor de compostos fenólicos totais foi determinado pelo método Folin-Ciocauteau (SINGLETON; ROSSI, 1965). A capacidade antioxidante foi avaliada pelo método de redução do ferro (FRAP) (RUFINO et al., 2006), pelo método de captura do radical DPPH (RUFINO et al., 2007a) e pelo método de captura do radical ABTS (RUFINO et al., 2007b). Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e as diferenças entre as médias foram avaliadas pelo teste de Tukey ($p<0,05$), utilizando-se o programa Statistica® 12.0 (Statsoft, USA).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os filmes apresentaram coloração branca levemente amarelada, opacos, homogeneidade e boa maneabilidade, não havendo bolhas ou rachaduras na superfície. A espessura média dos filmes foi de 117 ± 18 µm para o filme controle, de 170 ± 38 µm para o filme FOM e de 175 ± 26 µm para o filme FOL. Pode-se observar que não houve diferença significativa de espessura entre o filme FOM e o FOL, porém entre esses filmes e o filme controle houve diferença significativa, sendo o filme controle mais fino. Esta variação ocorreu em função da adição do óleo essencial tanto na forma microencapsulada e livre, onde foi necessário reduzir a vazão de ar para a formação do balão.

Os resultados da determinação de compostos fenólicos totais e da capacidade antioxidante avaliada pelos métodos FRAP, DPPH e ABTS estão dispostos na Tabela 2. Observou-se que o filme FC apresentou o valor de 1,29 mg EAG/g de filme de compostos fenólicos totais e detectou-se capacidade antioxidante pelos três métodos estudados. Este resultado pode estar relacionado à presença de ácidos fenólicos como ferúlico, siríngico, p-cumárico, vanílico, e caféico presentes na farinha de trigo e que possuem capacidade antioxidante (LV et al., 2012).

Também pode-se observar que a adição de óleo de orégano livre e microencapsulado elevou significativamente a concentração de compostos fenólicos totais e a capacidade antioxidante dos filmes, sendo em maior proporção no filme FOM, evidenciando a eficácia da microencapsulação, onde foram

preservados os compostos bioativos pela proteção do material de parede das micropartículas. Similarmente, Paglione et al. (2019) observou significativa capacidade antioxidante em filmes de concentrado proteico de soja contendo OEO livre e encapsulado por gelificação iônica.

Tabela 2. Compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante de filmes de farinha de trigo e PBAT contendo óleo essencial de orégano microencapsulado e livre.

Filme	Fenólicos (mg EAG/g)	FRAP (µmol Trolox/g)	DPPH (µmol Trolox/g)	ABTS (µmol Trolox/g)
FC	1,29 ± 0,03[a]	4.508,33 ± 108,33[a]	8,61 ± 0,18[a]	2.140,00 ± 260,34[a]
FOM	6,55 ± 0,54[c]	13.244,44 ± 346,94[c]	18,94 ± 0,03[c]	7.191,11 ± 379,08[c]
FOL	4,21 ±0,54[b]	11.066,67 ± 325,32[b]	17,52 ± 0,06[b]	6.035,56 ± 538,86[b]

Filme controle (FC); Filme com óleo essencial de orégano microencapsulado (FOM); Filme com óleo essencial de orégano livre (FOL); [a, b, c] Letras minúsculas iguais na coluna não apresentam diferença significativa (p>0,05) pelo teste de Tukey.
Fonte: Autoria própria (2020).

Também pode-se observar que a adição de óleo de orégano livre e microencapsulado elevou significativamente a concentração de compostos fenólicos totais e a capacidade antioxidante dos filmes, sendo em maior proporção no filme FOM, evidenciando a eficácia da microencapsulação, onde foram preservados os compostos bioativos pela proteção do material de parede das micropartículas. Similarmente, Paglione et al. (2019) observou significativa capacidade antioxidante em filmes de concentrado proteico de soja contendo OEO livre e encapsulado por gelificação iônica.

CONCLUSÃO

Neste trabalho foi possível a produção de filmes de farinha de trigo e PBAT com incorporação de OEO livre e microencapsulado por extrusão sopro em escala piloto, obtendo-se filmes contínuos e homogêneos. A adição de óleo de orégano livre e microencapsulado elevou significativamente a concentração de compostos fenólicos totais e a capacidade antioxidante dos filmes, sendo em maior proporção no filme FOM, evidenciando o efeito protetivo da microencapsulação. Assim, os filmes produzidos neste trabalho podem ser utilizados como embalagem ativa biodegradável com capacidade antioxidante na conservação de alimentos.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná pela concessão da bolsa de iniciação científica, ao CNPq pelo apoio financeiro (Processo 420055/2018-5), ao Laboratório Multiusuário da UTFPR, Câmpus Londrina e à empresa Vilma Alimentos. Agradeço também à professora Drª Marianne Ayumi Shirai por todo apoio e ensinamento.

REFERÊNCIAS

CARNEIRO, L. M. T. A. et al. Diferentes épocas de colheita, secagem e armazenamento na qualidade de grãos de trigo comum e duro. **Bragantia**, v. 64, n. 1, p. 127-137, 2005. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0006-87052005000100014&lng=en&nrm=iso&tlng=pt. Acesso em: 24 ago. 2020.

DA COSTA, J. M. G. et al. Matrix structure selection in the microparticles of essential oil oregano produced by spray dryer. **Journal of Microencapsulation**, v. 30, n. 8, p. 717–727, 2013. Disponível em: https://www.tandfonline.com/doi/full/10.3109/02652048.2013.778909. Acesso em: 25 ago. 2020.

LV, J. et al. Phytochemical Compositions, and Antioxidant Properties, and Antiproliferative Activities of Wheat Flour. **Food chemistry**, v. 135, n. 2, p. 325-331, 2012. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814612008047?via%3Dihub. Acesso em: 21 ago. 2020.

PAGLIONE et al. Comparative study of the properties of soy protein concentrate films containing free and encapsulated oregano essential oil. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 22, p. 100419, 2019. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S221428941930290X. Acesso em: 13 jul. 2020.

RIBEIRO-SANTOS, R.; ANDRADE, M.; SANCHES-SILVA, A. Application of encapsulated essential oils as antimicrobial agents in food packaging. **Current Opinion in Food Science**, v. 14, p. 78–84, 2017. Disponível em:

RUFINO, M. S. M. et al. Metodologia científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pelo método de redução do ferro (FRAP). Fortaleza: Embrapa, **Comunicado técnico online 125**, 2006. Disponível em: https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPAT-2010/11964/1/cot-125.pdf. Acesso em: 16 out. 2019.

RUFINO, M. S. M. et al. Metodologia científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. Fortaleza: Embrapa, **Comunicado técnico online 127**, 2007a. Disponível em: https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPAT/10224/1/Cot_127.pdf. Acesso em: 16 out. 2019.

RUFINO, M. S. M. et al. Metodologia científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre ABTS. Fortaleza: Embrapa, **Comunicado técnico online 128**, 2007b. Disponível em:

https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPAT/10225/1/Cot_128.pdf. Acesso em: 16 out. 2019.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics whif phophomolybdic-phospotungstic acid reagentes. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144-158, 1965.

VIUDA-MARTOS, M. et al. Chemical Composition and Antioxidant and Anti-Listeria Activities of Essential Oils Obtained from Some Egyptian Plants. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 16, p. 9063–9070, 2010. Disponível em: https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jf101620c. Acesso em: 10 ago. 2020.