



**MICROENCAPSULAÇÃO DE CORANTE NATURAL POR GELIFICAÇÃO IÔNICA:
AJUSTE DE METODOLOGIA DE OBTENÇÃO DAS MICROPARTÍCULAS E APLICAÇÃO EM
BALAS À BASE DE PECTINA**

Edison da Motta **Santos Junior**¹; Marise Bonifácio **Queiroz**²; Ludmilla Archanjo **Kimura**³;
Izabela Dutra **Alvim**⁴

Nº 15245

RESUMO – A cor de um alimento é uma importante característica sensorial, pois é um dos primeiros atributos que o consumidor tem contato, por esse motivo diversos segmentos da indústria de alimentos fazem uso de corantes para aumentar a atratividade de seus produtos. No geral, existe uma preferência pelos corantes sintéticos devido ao seu alto poder colorífico, alta estabilidade diante dos efeitos de processo, facilidade para produzir em larga escala, entre outras características positivas. Porém, estudos vêm comprovando diversos efeitos colaterais causados pelo consumo de corantes sintéticos, como hiperatividade em crianças, alergias e possível desenvolvimento de câncer. Nesse contexto, os corantes naturais aparecem como uma boa alternativa aos artificiais, pois além do poder tintorial, alguns apresentam propriedades benéficas para saúde como ação antioxidante e propriedades anti-inflamatórias que aumentam o apelo saudável do produto. Por outro lado, a maioria desses compostos são menos estáveis as condições de processo, podendo perder a cor por ação da temperatura, luz ou pH. A microencapsulação é uma tecnologia que pode ser utilizada para preservar a cor do corante natural dos efeitos de processo e garantir a manutenção da cor no produto final. Esse projeto visou a microencapsulação do corante natural oleoresina de páprica por gelificação iônica e sua aplicação em balas de pectina. As partículas foram produzidas com sucesso e apresentaram boa estabilidade térmica, se mantendo íntegras após aplicação nas balas. A eficiência de encapsulação foi considerada baixa podendo estar associada ao tamanho das partículas que dificultou a extração do corante. Ajustes para obtenção de partículas menores serão estudados na continuidade do projeto.

Palavras-chaves: microencapsulação, gelificação iônica, oleoresina de páprica, confeitos.

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas-SP; edison_msj@hotmail.com

2 Colaborador, Pesquisador Cereal Chocotec – ITAL, Campinas, SP;

3 Colaborador, BUCHI LatinAmerica, Valinhos, SP

4 Orientador: Pesquisador Cereal Chocotec – ITAL, Campinas, SP; izabela@ital.sp.gov.br



ABSTRACT- *The color of the food is an important sensory characteristic because it is one of the first attributes that the consumer has contact. This is the main reason why food industry uses food coloring, so their product become more attractive. In general, synthetic dye are preferred because of its colorific power, high stability against process effects and ease produce in large amounts. However, recent research verified some collateral effects caused by these food additives such as hyperactivity in children, allergies, and might even be responsible for cancer. Natural food colorants come as a good substitute for the harms caused by the synthetic counterparts because in addition to its coloring ability, some of those natural compounds have healthy properties for example: anti-oxidants and anti-inflammatory properties, which increases the product's health appeal. On the other hand, food colorants extracted from nature have higher sensitivity against food process and can lose color because of temperature, light or pH. Microencapsulation technology can be used to preserve the color of the natural dye against the process effects and ensure that the final product will have the desirable color. The objective of this project was to microencapsulate paprika oleoresin and apply on pectin candies. The particles were produced successfully and showed good thermal stability, maintaining its structure after was added to the product. The encapsulation efficiency was low and may be linked to the particle size that interfered in the dye extraction. Adjustments to obtain smaller particles will be studied in the continuity of the project.*

Key words: microencapsulation, ionic gelation, paprika oleoresin, confectionery products.

1 INTRODUÇÃO

Os consumidores estão cada vez mais conscientes sobre o impacto da alimentação em sua saúde e com isso procuram alimentos considerados mais saudáveis. Produzir esses alimentos é um desafio para a indústria alimentícia. O segmento de confeitos vem realizando esforços para substituir diversos ingredientes críticos para a saúde em suas formulações dentre eles os corantes artificiais (QUEIROZ, NABESHIMA, 2014).

A cor do alimento é uma característica muito importante, pois é o primeiro contato que o consumidor tem com o produto, e essa é uma das razões pela qual a indústria alimentícia usa grandes quantidades de corantes alimentares (DELWICHE, 2003). A maioria dos corantes utilizados na indústria é sintética e apresenta vantagens como estabilidade a luz, pH, umidade e temperatura, produção em larga escala, relativo baixo custo, resistência contra crescimento de bactérias e outros organismos, alto poder colorífico, entre outras características.

Estudos recentes mostram que algumas dessas substâncias podem trazer problemas a saúde como hiperatividade em crianças, alergia e alguns estudos indicam que possam ser



responsáveis pelo desenvolvimento de câncer (POLÔNIO & PERES, 2009). Contra os possíveis riscos trazidos pelos corantes artificiais, os corantes naturais aparecem como uma boa alternativa. O maior obstáculo no uso desses compostos é a instabilidade após serem retirados da sua matriz natural. Fatores como pH, luz e temperatura, podem fazer com que o corante perca seu poder colorífico.

A oleoresina de páprica é um óleo viscoso extraído da pimenta vermelha. Ela é utilizada na indústria de alimentos principalmente como corante vermelho e flavorizante. Seu excelente poder colorífico é oriundo da grande quantidade de carotenoides presentes e que, por outro lado, tornam esse produto mais sensível à oxidação.

A microencapsulação é uma técnica que consiste no recobrimento (material de parede) de alguma substância de interesse (ativo) e pode ser usada para proteger e veicular substâncias; mascarar características como sabor, aroma e textura; permitir liberação controlada, entre outros.

As propriedades de proteção da microencapsulação tornam essa tecnologia uma boa alternativa para a preservação de compostos sensíveis como os corantes naturais (SANTOS et al, 2005). Existem diversos métodos que podem ser utilizados. A gelificação iônica, baseada na formação de matriz com alto teor de água pela complexação entre polímeros e íons, é uma técnica interessante por ser um processo brando que pode ser realizado à temperatura ambiente.

Logo, o objetivo desse trabalho foi definir parâmetros de produção de micropartículas contendo como ativo o corante oleoresina de páprica, através do método de gelificação iônica, caracterizar as micropartículas e fazer sua aplicação em balas de pectina.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Ativo e material de parede

Ativo: mistura de oleoresina de páprica (New Max industrial) e óleo de soja (Coamo), proporção 1:9 (p/p). **Material de parede:** pectina (GENU, baixo teor de metoxilação, CPKelco). **Agente gelificante:** cloreto de cálcio (Ecibra).

2.2 Obtenção das micropartículas por gelificação iônica

Nos testes preliminares foram feitas adições crescentes de ativo e variações nas concentrações da solução de pectina e cálcio para determinação de uma condição ideal. Para produção das partículas o ativo foi emulsionado (UltraTurrax T18 IKA, 11.000 rpm / 3 min) na

solução de pectina. As partículas foram produzidas utilizando o equipamento Encapsulador B390 (Buchi). Um esquema do equipamento e etapas de operação são apresentados na Figura 1.

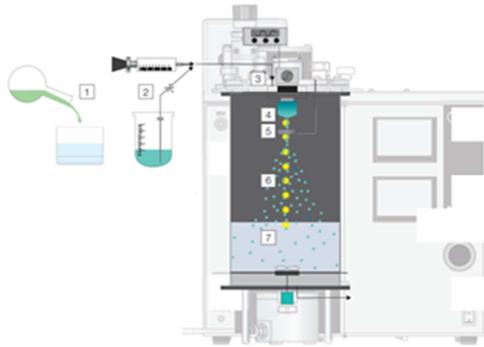


Figura 1. Esquema do equipamento Encapsulador B-390 e fases de produção das partículas:

- 1 – Preparo da Solução;
- 2 - Recipiente de alimentação do equipamento;
- 3 – Sistema de *nozzle*;
- 4 – Formação do fluxo laminar;
- 5 – Sistema de vibração (formação das gotas);
- 6 - Sistema de tensão eletrostática;
- 7 – Gelificação do polímero de parede pelo iôn.

O aparelho foi alimentado por um recipiente contendo a emulsão (Figura 1, etapas 1 e 2) que foi conectada a uma bomba para fornecer ar sob pressão (Solab SL061, Piracicaba, Brasil) e que por fluxo positivo deslocou o líquido para alimentação do *nozzle* do equipamento (Figura 1, etapa 3) resultando na formação de um fluxo laminar (Figura 1, etapa 4). Para quebrar o fluxo e formar gotas, uma vibração (amplitude e frequência ajustáveis) foi aplicada sobre o mesmo, cortando-o em gotas uniformes (Figura 1, etapa 5). Para evitar o choque entre as gotas durante a quebra do jato ou quando caíam na solução de cloreto de cálcio, uma carga elétrica foi induzida na superfície das gotas através de um sistema de tensão (Figura 1, etapa 6). Por fim, as gotas caíram em um recipiente contendo solução de cloreto de cálcio (5 g / 100 g) e gelificaram (Figura 1, etapa 7). A agitação magnética da solução de cálcio, juntamente com o sistema de tensão eletrostática impediram que as partículas se aglomerassem. As partículas foram mantidas em solução de cloreto de cálcio durante 30 minutos (tempo de cura) sendo removidas por filtração e armazenadas sob refrigeração para posterior caracterização e aplicação nas balas.

As partículas geradas nos testes preliminares foram observadas em um estereoscópio para avaliação das mesmas. Parâmetros que produziram partículas esféricas e bem estruturadas foram considerados adequados. Outros aspectos do processo como entupimentos e falhas na alimentação ou formação do fluxo laminar, associados às características da emulsão (quantidade de ativo/pectina) foram considerados para escolha das condições ótimas de produção.

2.2 Caracterização das partículas

2.2.1 Rendimento do processo

O rendimento do processo foi calculado pela relação entre a quantidade de partículas úmidas produzidas com a quantidade de emulsão utilizada.



2.2.2 Eficiência de encapsulação

A eficiência de encapsulação foi determinada pela relação entre a quantidade de ativo emulsionado e a quantidade medida após o processo. As micropartículas foram desfeitas em solução quelante do cálcio (1 g citrato de sódio / 3 g de partículas úmidas) e o ativo, solubilizado em etanol absoluto (Synth, 99,5% pureza), foi quantificado por espectroscopia (leitura a 452 nm) utilizando-se para o cálculo uma curva padrão da oleoresina de páprica em etanol (TELLO et al, 2015; ALVIM & GROSSO, 2010).

2.2.3 Tamanho médio e distribuição de tamanho de partículas

O diâmetro volumétrico ($D_{4.3}$) das partículas foi determinado por espalhamento de luz (mod. LV950 V2, Horiba, Kyoto, Japão) com dispersão das partículas em água.

2.2.4 Morfologia das micropartículas

A morfologia da superfície das partículas foi analisada através de um microscópio ótico (mod. BX4, Olympus, Tóquio, Japão). Uma pequena porção das partículas, dispersa em água, foi depositada em uma lâmina e observada ao microscópio (ALVIM & GROSSO, 2010).

2.2.5 Aplicação das partículas em bala

A matriz de bala utilizada teve como estruturante principal a pectina. Inicialmente açúcar, xarope de glicose (Ingredion Excell 1040, Mogi Guaçu, Brasil) e água foram manualmente homogeneizados e aquecidos até aproximadamente 100 °C. Após atingir a temperatura, a pectina foi adicionada e homogeneizada. A solução final ficou sob aquecimento até atingir 76 °Brix medido em refratômetro manual (Atago, Tóquio, Japão). Em seguida o aquecimento foi suspenso e a massa resfriada até 80 °C. A adição do corante, na forma livre ou encapsulada, foi feita logo após esse resfriamento. O produto final foi transferido para formas de silicone utilizando um dosador manual.

2.2.6 Morfologia da matriz das balas

A morfologia da matriz das balas foi analisada através de um microscópio ótico (mod. BX4, Olympus, Tóquio, Japão). A bala foi inicialmente cortada em uma fina fatia que foi depositada em uma lâmina para observação ao microscópio.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Testes preliminares

Inicialmente foram realizados testes preliminares de obtenção das partículas sem e com ativo e posteriormente foram realizados testes com nozzles de diâmetros diferentes para obtenção de partículas de tamanhos variados. O aspecto das microesferas produzidas com diferentes diâmetros de abertura dos *nozzles* pode ser observado na Figura 2.

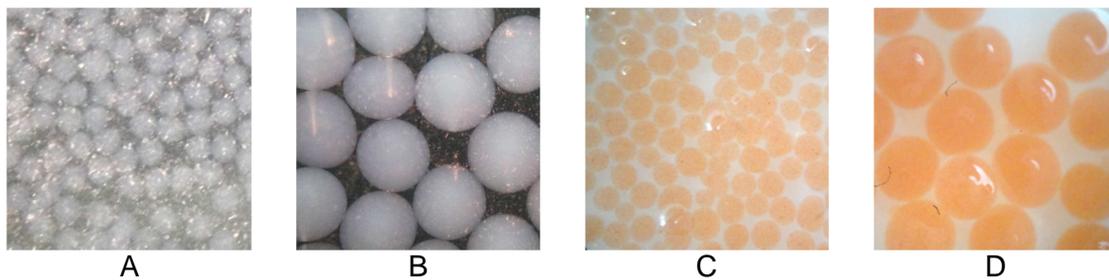


Figura 2. Aspecto das microesferas produzidas por gelificação iônica com diferentes diâmetros de abertura dos *nozzles*. A – microesferas sem ativo – *nozzle* 150 µm; B – microesferas sem ativo – *nozzle* 300 µm; C – microesferas com ativo – *nozzle* 150 µm; D – microesferas com ativo – *nozzle* 300 µm. Aumento de 20X.

3.2 Produção das micropartículas

Dentre os diversos tamanhos de *nozzles* testados, aquele com abertura de 120 µm foi o escolhido, pois as partículas produzidas apresentaram boa esfericidade e foi o de menor abertura que não apresentou problema na vazão decorrente da alta viscosidade da emulsão de pectina com oleoresina. A produção ocorreu com sucesso sob as condições apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1- Parâmetros de fabricação das microesferas contendo oleoresina de páprica.

Condições de processo de obtenção das micropartículas					
Concentração pectina	Concentração cloreto de cálcio	Relação Ativo / parede	Pressão	Frequência	Voltagem
3 g / 100 g	5 g / 100 g	1 g / 99 g	600 mbar	1800 hz	1000 V

No rendimento de processo observou-se uma relação de 1,17 g de micropartículas obtidas para cada 1 g de emulsão gotejada. Essa massa adicional observada nas micropartículas pode ser atribuída a um percentual de água adicional retido na matriz após a gelificação e também a um resíduo de umidade na superfície das partículas após a filtração (quando é feita a pesagem).

3.3 Caracterização das micropartículas

A eficiência de encapsulação das partículas foi de $23.0 \pm 1.3\%$. Esse valor foi considerado baixo para esse método de encapsulação. Tello et al (2015) e Alvim (2010) obtiveram mais de 90% de eficiência de encapsulação de ativos lipídicos. As prováveis causas desse baixo valor obtido podem ter sido falhas no método de quantificação e de extração do ativo, associadas ao tamanho das partículas que provavelmente dificultou a completa solubilização da matriz e consequente extração eficiente do ativo. Essa etapa ainda será ajustada na continuidade desse estudo.

O diâmetro médio das partículas foi maior que o esperado. Segundo as especificações do fabricante do equipamento, em geral, as partículas deveriam apresentar diâmetro duas vezes maior que a abertura do *nozzle*. Nesse trabalho foi utilizado *nozzle* de $120 \mu\text{m}$, e portanto o diâmetro esperado para as partículas seria de aproximadamente $240 \mu\text{m}$ porém os resultados obtidos apresentados na Figura 3 mostram que valor observado foi 4,8 vezes maior que o esperado. A provável causa do maior tamanho foi a alta viscosidade da solução de pectina e ajustes serão estudados para controle do diâmetro. Quanto à morfologia (Figura 3) o resultado foi considerado satisfatório. As amostras produzidas tiveram boa aparência com formato esférico, ativo bem distribuído no interior da matriz e baixa polidispersidade.

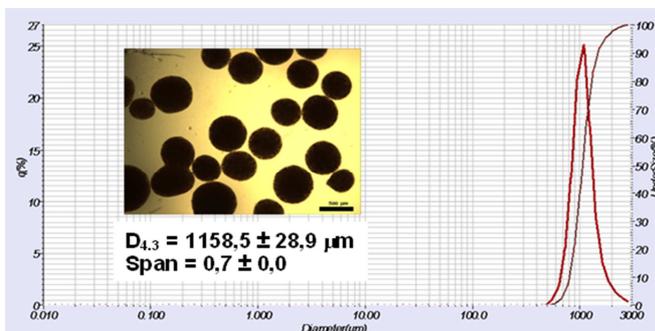


Figura 3. Diâmetro médio, distribuição de tamanho e morfologia das micropartículas de pectina contendo oleoresina de páprica aplicadas às balas. Barra na foto representa 500 microns.

3.4 Aplicação das micropartículas nas balas

Foram produzidas amostras sem oleoresina (controle), contendo oleoresina de páprica livre e com oleoresina encapsulada. O aspecto dos produtos é mostrado na Figura 3.

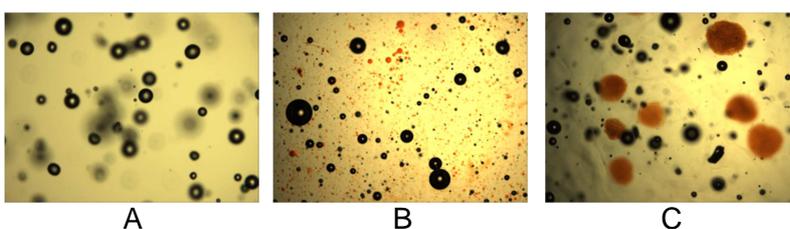


Figura 4. Aspecto interno das balas:
A – Controle (s/ oleoresina)
B – Oleoresina Livre
C – Oleoresina microencapsulada
Aumento de 40X



As partículas apresentaram uma ótima resistência térmica na matriz da bala, se mantendo integras em todo o processo. Essa característica tem grande importância do ponto de vista tecnológico, pois pode ser usado para carrear, confinar ou proteger substâncias que precisa ser adicionada a um produto que passe por algum processo térmico. Devido ao tamanho grande das partículas produzidas, a dispersão de corante pela bala não foi uniforme. Para resolver esse problema, serão necessários ajustes do processo para produção de partículas menores.

4 CONCLUSÃO

Esse trabalho apresenta os resultados preliminares da possibilidade de utilizar corante natural encapsulado por gelificação iônica para aplicação em balas. As micropartículas foram produzidas com sucesso e a variação do diâmetro do *nozzle* possibilitou a obtenção de partículas de tamanhos variados, com baixa polidispersidade e formato esférico. O ativo ficou distribuído de forma homogênea da matriz das micropartículas.

O corante foi aplicado nas balas de duas formas, livre e ou encapsulado. As micropartículas resistiram à alta temperatura de fabricação da bala, apresentando uma alta estabilidade térmica.

Ajustes de tamanho das partículas precisam ser feitos para melhorar a extração do ativo para cálculo da eficiência de encapsulação e para melhor distribuir o corante na matriz das balas.

O estudo abre uma frente inovadora para o segmento de confeitos com novas possibilidades para inclusão de substâncias especiais tanto com características sensoriais como de benefício à saúde.

5 AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da bolsa IC. Ao Cereal Chocotec pela oportunidade de estágio.

6 REFERÊNCIAS

- Alvim, I. D.; Grosso, C. Microparticles obtained by complex coacervation: influence of the type of reticulation and the drying process on the release of the core material. ***Ciência e Tecnologia de Alimentos***, **30**, 1069–1076 (2010).
- Delwiche, J. The impact of perceptual interactions on perceived flavor. ***Food Quality and Preference***, **15**, 137–146 (2004).
- Polônio, M. L. T., Peres, F. Food additive intake and health effects: public health challenges in Brazil. ***Cad. Saúde Pública***, **25**, 1653-1666 (2009).
- Queiroz, M.B.; Nabeshima, E. H., Naturalness and authenticity in ***Brasil Bakery & Confectionery Trends 2020***. (ed. Queiroz, G., Amaral, R. & Jardim, D.) 159 – 195 (ITAL, 2014).
- Santos, A. B.; Fávaro-Trindade, C. S.; Grosso, C. Preparation and characterization of paprika oleoresin microcapsules obtained by spray drying. ***Ciência e Tecnologia de Alimentos***, **30**, 25, 322 – 326 (2005).
- Tello, F., Falfan-Cortes, R. N., Martinez-Bustos F., Silva, V. M., Hubinger, M. D., Grosso, C. Alginate and pectin-based particles coated with globular proteins: Production, characterization and anti-oxidative properties. ***Food Hydrocolloid***, **43**, 670 – 678 (2015).