

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS

PAMELA CRISTINA DE SOUSA GUARDIANO REIS

**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO, ATIVIDADE
ANTIMICROBIANA E ESTABILIDADE DE
MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA DE CÚRCUMA**

Goiânia
2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS

PAMELA CRISTINA DE SOUSA GUARDIANO REIS

**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO, ATIVIDADE
ANTIMICROBIANA E ESTABILIDADE DE
MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA DE CÚRCUMA**

Dissertação apresentada à Coordenação do Programa de Pós- Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Escola de Agronomia e Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Goiás, como exigência para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Ângelo Luiz Fazzani Cavallieri

Goiânia
2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS

PAMELA CRISTINA DE SOUSA GUARDIANO REIS

**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO, ATIVIDADE
ANTIMICROBIANA E ESTABILIDADE DE
MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA DE CÚRCUMA**

Dissertação DEFENDIDA e APROVADA em 15 de fevereiro de 2013, pela Banca
Examinadora constituída pelos membros:

Prof. Dr. Celso José de Moura
EA/UFG

Prof.^(a) Dr.^(a) Adriana Régia Marques de Souza
EA/UFG

Prof. Dr. Ângelo Luiz Fazani Cavallieri
Orientador: EA/UFG

**Dedico este trabalho a Deus que me presenteou com o dom da vida
E a Nossa Senhora, pela intercessão amorosa!
Ao meu noivo Fabrício, minha mãe Edite e meus irmãos Paulo Junior e Rodrigo!**

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu Pai do céu, meu Deus, que a cada amanhecer me deu forças para levantar e seguir essa árdua caminhada.

A Santa Mãe Maria, que me envolveu com seu manto de amor e me acalentou nos momentos de agonia e medo.

A minha mãe Edite e aos meus irmãos Paulo Junior e Rodrigo, que mesmo sem entender direito o sentido do meu projeto, com profundo amor, acreditaram na minha capacidade, compreendendo as minhas ausências e, incondicionalmente, torcendo pela minha vitória.

Ao meu noivo Fabrício (Fofucho*) que apertou forte a minha mão pra que eu não caísse, mas que a cada inevitável queda, me levantou, sempre me incentivando com seu amor e me lembrando do quanto sou capaz.

Ao professor Ângelo Luiz Fazani Cavallieri que corajosamente se arriscou comigo nessa empreitada, tomando o leme dessa embarcação e me orientando a navegar novos mares.

Ao professor Edemilson Conceição que cedeu não só o seu laboratório para a pesquisa, como também a sua atenção, ouvidos e sábias palavras de motivação.

À professora Mara Reis, por suas singulares generosidade e firmeza, que me tornaram ainda mais cuidadosa e atenciosa com tudo que me foi confiado.

Ao professor Robson Geraldine, por ter cedido o material de consumo para as minhas análises microbiológicas e por seu exemplar comportamento respeitoso e ético.

À bióloga, técnica (e amiga) Camila Alves Rodrigues (“Camilete”), que não mediu esforços, ética, sorrisos e ensinamentos para que eu chegasse ao fim desse percurso.

Ao Tiago Dias, químico e técnico, por ter me ajudado prontamente, sempre que estive no laboratório para realizar minhas análises, dividindo comigo seu grande conhecimento.

Aos professores Adriana Régia Marques de Souza e Celso José de Moura, por mais uma vez aceitarem fazer parte dessa história, agregando um valor imensurável não só à minha pesquisa como também à minha vida.

Às minhas amigas: Lara Bueno (que me deu não só muitas caronas, como também conselhos, broncas, força e carinho em vários momentos dessa difícil caminhada, como em vários outros momentos desses 15 anos de amizade!); Lucidarce da Matta (“Lucinha”, por cumprir com excelência o papel de ‘irmã mais velha’, ensinando, ensinando e ainda não desistindo de ensinar essa iniciante em microencapsulação, além da amizade que se estendia aos pés de manga e sorveteria!); Aline Medeiros (“Line”, por me dar o prazer de sua presença em minha

vida, além da graduação para o mestrado, sempre muito amorosa e com uma doçura admirável!); Camila Checker (pela determinação, persistência e torcida pra que tudo desse certo no final, mostrando que se ainda não tinha dado certo era porque ainda não era o fim!); Thays Helena (que mesmo em outro continente continuou estendendo seus bons desejos sinceros!) e Renata Martins (que inacreditavelmente, deixou o seu filho em casa e aceitou a proposta ‘irrecusável’ de ir à faculdade e ajudar-nos a concluir os queridos testes microbiológicos!).

À Universidade Federal de Goiás e todos os que dela fazem parte, desde os encarregados pela limpeza ao magnífico reitor da instituição.

À Coordenadoria de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa de estudos.

Enfim... A todos vocês que não poderiam deixar de fazer parte desse novo capítulo da minha história: Muito obrigada!

*Como certo é o raiar do sol pela manhã,
É a certeza do perfume da flor que vou sentir!
Assim eu creio nas promessas que meu Pai tem para mim
E como Moisés eu sei vou ver o meu mar se abrir!*

Pamela Cristina

RESUMO

Este trabalho teve por objetivo geral desenvolver microcápsulas contendo oleorresina de cúrcuma e aglomerado derivado da cúrcuma suspensos em óleo de canola, a partir de concentrado de proteína do soro do leite, material encapsulante, e avaliar a sua atividade antimicrobiana. Cúrcuma in natura adquirida no município de Mara Rosa foi submetida a fatiamento e desidratação em estufa com circulação de ar. Obteve-se um pó que, após sucessivas lavagens com etanol gerou o extrato etanólico contendo oleorresina de cúrcuma que foi rotaevaporado gerando a oleorresina de cúrcuma. Esse extrato foi submetido a uma filtração a vácuo, a fim de se retirar frações sólidas, e obteve-se dessa filtração um aglomerado de cúrcuma. Tanto o extrato contendo oleorresina quanto esse produto aglomerado obtido pela filtração foram suspensos em óleo de canola e utilizados como material de recheio para desenvolvimento de microcápsulas. As microcápsulas obtidas apresentaram boa esfericidade concluindo que o concentrado proteico do soro de leite constituiu um bom material encapsulante para o núcleo estudado. As microcápsulas e o extrato de oleorresina livre foram levados para análise de atividade antibacteriana através de teste de difusão em ágar e concluiu-se que o extrato de oleorresina de cúrcuma pode ser tido como um agente antimicrobiano em potencial; nenhuma das microcápsulas apresentou ação antimicrobiana contra o fungo, mas contra a bactéria apresentaram ação bacteriostática. Foi avaliado também o comportamento das microcápsulas determinando suas isotermas de sorção, estabilidade térmica e temperatura de transição vítrea. Diante do estudo concluiu-se que: as microcápsulas de oleorresina apresentaram boa estabilidade térmica sob temperaturas que não ultrapassassem 225°C; enquanto que as de aglomerado de cúrcuma apresentaram boa estabilidade sob temperaturas um pouco maiores, até 250°C, sendo estes resultados não conclusivos, necessitando-se de estudos de caracterização dos padrões.

Palavras-chave: cúrcuma; microcápsulas; microorganismos; isotermas; transição vítrea

DEVELOPMENT, CHARACTERIZATION, ANTIMICROBIAL ACTIVITY AND STABILITY OF MICROCAPSULES OLEORESIN TURMERIC

ABSTRACT

This study aimed to develop general microcapsules containing turmeric oleoresin and cluster derived from turmeric suspended in canola oil from concentrated whey protein, encapsulating material, and evaluate their antimicrobial activity. Turmeric gained fresh in the municipality of Mara Rosa underwent slicing and dehydration in an oven with air circulation. Obtained as a powder after successive washes with ethanol generated containing the ethanol extract of turmeric oleoresin which was rotaevaporado generating the turmeric oleoresin. This extract was subjected to vacuum filtration in order to remove solid fractions, and this filtration gave a cluster of turmeric. Both the extract containing oleoresin such as agglomerated product obtained by filtration were suspended in canola oil and used as core material for developing microcapsules. The microcapsules obtained had good sphericity concluding that the protein concentrate of whey was a good encapsulating material to the core studied. The microcapsules and free oleoresin extract were taken for analysis of antibacterial activity using agar diffusion test and found that the extract of turmeric oleoresin can be regarded as a potential antimicrobial agent, none of the microcapsules showed antimicrobial activity against fungus, but against the bacteria showed bacteriostatic action. We evaluated the behavior of the microcapsules determining their sorption isotherms, thermal stability and glass transition temperature. Before the study concluded that: the microcapsules oleoresin showed good thermal stability at temperatures that did not exceed 225 ° C, while the turmeric powder had good stability under temperatures slightly higher, up to 250 ° C, and these results do not conclusive, necessitating characterization studies of the patterns.

Keywords: turmeric; microcapsules; microorganisms; isotherms; glass transition

LISTA DE FIGURAS

Parte 1.....	16
INTRODUÇÃO E REVISÃO GERAL DA DISSERTAÇÃO.....	17
Figura 1. Ilustração da planta (1) e do rizoma (2) da cúrcuma	21
Figura 2. Estruturas Químicas dos Pigmentos Curcuminóides da <i>Curcuma longa</i> L.	24
Parte 2.....	38
Artigo 1. MICROENCAPSULAÇÃO DE OLEORRESINA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA (<i>CURCUMA LONGA</i> L.) POR <i>SPRAY DRYING</i>: DA EXTRAÇÃO DA OLEORRESINA À MORFOLOGIA E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DAS MICROCÁPSULAS.....	39
Figura 1. Fluxograma de execução do experimento.....	45
Figura 2. Histograma de análise do tamanho das partículas formadas na emulsão para obtenção das MOC e das MAC.	52
Figura 3. Fotomicrografia de partículas de oleorresina de cúrcuma em óleo de canola e WPC	53
Figura 4. Fotomicrografia de partículas de aglomerado de cúrcuma em óleo de canola e WPC	53
Figura 5. Microcápsulas de óleo de canola e aglomerado obtido por filtração do extrato contendo oleorresina de cúrcuma, constituídas por concentrado proteico de soro de leite. A imagem a) magnitude 2000x e imagem b) magnitude de 5000x.....	54
Figura 6. Microcápsulas de óleo de canola e extrato contendo oleorresina de cúrcuma, constituídas por concentrado proteico de soro de leite. A imagem a) magnitude 2000x e imagem b) magnitude de 5000x.	55
Figura 7. Curva padrão (concentração x absorbância) para pigmentos curcuminóides (expressos em curcumina)	57
Figura 8. Discos de microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e pó de cúrcuma e oleorresina de cúrcuma livre sobre <i>Salmonella choleraesuis</i>	62
Figura 9. Discos de microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e pó de cúrcuma e oleorresina de cúrcuma livre sobre <i>Aspergillus niger</i>	62
Artigo 2. DETERMINAÇÃO DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO DE ÁGUA E TEMPERATURAS DE TRANSIÇÃO VÍTREA DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA E DE AGLOMERADO DE CÚRCUMA (<i>CÚRCUMA LONGA</i> L.)....	67

Figura 1. Fluxograma de execução do experimento.....	72
Figura 2. Isotermas de adsorção de água das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma em concentrado proteico de soro de leite determinadas a 20°C, 30°C e 40°C.	75
Figura 3. Isotermas de adsorção de água das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma em concentrado proteico de soro de leite determinadas a 20°C, 30°C e 40°C.	77

LISTA DE TABELAS

Parte 1.....	16
INTRODUÇÃO E REVISÃO GERAL DA DISSERTAÇÃO.....	17
Parte 2.....	38
Artigo 1. MICROENCAPSULAÇÃO DE OLEORRESINA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA (<i>CURCUMA LONGA</i> L.) POR <i>SPRAY DRYING</i>: DA EXTRAÇÃO DA OLEORRESINA À MORFOLOGIA E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DAS MICROCÁPSULAS.....	39
Tabela 1. Características da cúrcuma em pó desidratada	56
Tabela 2. Caracterização do extrato de oleorresina	56
Tabela 3. Características do óleo de canola.....	58
Tabela 4. Resultados dos teores de umidade e atividade água das microcápsulas*	58
Tabela 5. Higroscopicidade MOC e MAC*	59
Tabela 6. Rendimento do processo de microencapsulação	60
Tabela 7. Resultado da análise de eficiência da microencapsulação.....	60
Artigo 2. DETERMINAÇÃO DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO DE ÁGUA E TEMPERATURAS DE TRANSIÇÃO VÍTREA DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA E DE AGLOMERADO DE CÚRCUMA (<i>CÚRCUMA LONGA</i> L.)....	67
Tabela 1. Parâmetros dos ajustes dos modelos isotermas de adsorção das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma, os coeficientes de correlação (R^2) e os erros médios relativos (%E)	76
Tabela 2. Parâmetros dos ajustes dos modelos isotermas de adsorção das microcápsulas de pó de cúrcuma, os coeficientes de correlação (R^2) e os erros médios relativos (%E).....	78

SUMÁRIO

RESUMO.....	7
ABSTRACT	8
Parte 1.....	16
INTRODUÇÃO E REVISÃO GERAL DA DISSERTAÇÃO.....	17
1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1 CÚRCUMA	20
2.2 ANTIOXIDANTES	24
2.3 OLEORRESINA.....	26
2.4 MICROENCAPSULAÇÃO.....	27
2.5 ISOTERMAS DE SORÇÃO	30
3 OBJETIVOS.....	32
3.1 OBJETIVO GERAL	32
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	32
REFERÊNCIAS	33
Parte 2.....	38
Artigo 1. MICROENCAPSULAÇÃO DE OLEORRESINA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA (<i>CURCUMA LONGA</i> L.) POR <i>SPRAY DRYING</i> : DA EXTRAÇÃO DA OLEORRESINA À MORFOLOGIA E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DAS MICROCÁPSULAS.....	39
RESUMO.....	40
ABSTRACT	41
1 INTRODUÇÃO	42
2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	44

2.1 MATERIAL	44
2.2 MÉTODOS	45
2.2.1 Obtenção de extrato etanólico de cúrcuma	45
2.2.2 Processo de obtenção das microcápsulas.....	46
2.2.3 Caracterização morfológica dos encapsulados - microscopia	47
2.2.3.1 Microscopia Ótica e Análise do Tamanho de Partícula	47
2.2.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	47
3 ANÁLISES	48
3.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DO MATERIAL DE PAREDE.....	48
3.1.1 Teor de umidade	48
3.1.2 Teor de cinzas	48
3.1.3 Teor de proteínas	48
3.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DO MATERIAL DE RECHEIO	48
3.2.1 Cúrcuma em pó (<i>Curcuma longa L.</i>).....	48
3.2.2 Extrato contendo oleorresina de cúrcuma	48
3.2.1.1 Teor de curcumina da oleorresina de cúrcuma.....	49
3.2.1.2 Aspectos reológicos.....	49
3.2.2 Óleo de canola	49
3.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DAS MICROCÁPSULAS	50
3.3.1 Determinação do teor de curcumina das microcápsulas	50
3.3.2 Higroscopicidade	50
3.3.3 Rendimento da Microencapsulação	50
3.3.4 Eficiência da Microencapsulação	50
3.4 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA <i>IN VITRO</i>	51
3.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	51

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
4.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DOS ENCAPSULADOS - MICROSCOPIA	52
4.1.1 Microscopia ótica e análise do tamanho de partícula	52
4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	53
4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO MATERIAL DE PAREDE.....	55
4.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO MATERIAL DE RECHEIO	55
4.3.1 Cúrcuma em pó (<i>Curcuma longa</i> L.).....	55
4.3.2 Extrato contendo oleorresina de cúrcuma	56
4.2.2.1 Aspectos reológicos.....	56
4.2.2.2 Teor de curcumina do extrato contendo oleorresina	57
4.2.3 Óleo de canola	57
4.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DAS MICROCÁPSULAS	58
4.3.1 Determinação do teor de curcumina nas microcápsulas	58
4.3.2. Higroscopicidade	59
4.3.3 Rendimento da microencapsulação	59
4.3.4 Eficiência da microencapsulação	60
4.4 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA <i>IN VITRO</i> DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA DE CÚRCUMA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA.....	60
5 CONCLUSÃO.....	63
REFERÊNCIAS	64
Artigo 2. DETERMINAÇÃO DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO DE ÁGUA E TEMPERATURAS DE TRANSIÇÃO VÍTREA DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA E DE AGLOMERADO DE CÚRCUMA (<i>CÚRCUMA LONGA</i> L.)....	67
RESUMO.....	68
ABSTRACT	69
1 INTRODUÇÃO	70

2 MATERIAL E MÉTODOS	72
2.1 MATERIAIS	72
2.2 MÉTODOS.....	72
2.2.1 Determinação das Isotermas de Sorção.....	72
2.2.2 Estabilidade Térmica	73
2.3 ANÁLISES TÉRMICAS.....	73
2.3.1 Ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	73
2.3.2 Termogravimetria (TG).....	73
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	75
3.1 DETERMINAÇÃO DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO	75
3.2 ANÁLISES TÉRMICAS.....	79
3.2.1 Ensaios de Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)	79
3.2.2 Termogravimetria (TG).....	79
4 CONCLUSÕES.....	80
REFERÊNCIAS	81
CONCLUSÃO GERAL	83
ANEXOS	

Parte 1

INTRODUÇÃO E REVISÃO GERAL DA DISSERTAÇÃO

1 INTRODUÇÃO

No Brasil, a preocupação com a saúde e a busca por meios que promovam a qualidade de vida tem sido uma característica crescente. Com o desenvolvimento observado na indústria alimentícia, somado ao forte apelo das campanhas de marketing, tornou-se importante desenvolver alimentos que, além de atributos sensoriais apreciáveis, contenham elementos que agreguem a eles funcionalidade (LEMOS, 1999).

Esse padrão de desenvolvimento motivou o aparecimento de um mercado de alimentos elaborados, cuja diversificação e sofisticação alcançam a condição socioeconômica de uma parcela da população que se torna significativa ao mercado, em termos de poder aquisitivo (LEMOS, 1999).

Uma boa alternativa encontrada pela indústria para proteger, prolongar e controlar a adição de um determinado ingrediente a um alimento foi a microencapsulação (SHAHIDI; HAN, 1993). Método baseado na preparação de uma emulsão entre o composto a ser encapsulado (composto bioativo) e o agente encapsulante (proteínas e/ou polissacarídeos), seguido de secagem da emulsão por atomização para a formação do envoltório de revestimento (FAVARO-TRINDADE et al., 2008) e, conseqüentemente, segurança do composto bioativo, como por exemplo agentes antioxidantes.

Os antioxidantes são utilizados como aditivos alimentares, a fim de evitar a deterioração oxidativa de óleos e gorduras em alimentos processados. No entanto, devido à limitação do uso de antioxidantes sintéticos e a maior consciência pública em relação aos problemas de saúde, há uma forte demanda pela adição de antioxidantes naturais em alimentos, tais como em produtos de panificação (NANDITHA; PRABHASANKAR, 2009).

Substâncias naturais encontradas em plantas, os fitoquímicos derivados de componentes dietéticos, têm despertado grande interesse público e científico, por terem grande potencial antioxidante e seu uso associado ao combate de doenças (SHARMA; GESCHER; STEWARD, 2005).

Dentre esses fitoquímicos com promissora ação antioxidante destaca-se a cúrcuma (*Curcuma longa* L.), uma das especiarias mais populares dentre as que contêm antioxidantes naturais (TUBA; ILHAMI, 2008), que por seu sabor forte e sua coloração amarelada marcante, não tem sua utilização restrita apenas à alimentação.

Além de sua substância corante, contém óleos essenciais de excelentes qualidades

técnicas e organolépticas (DUARTE et al. 1989), com características antioxidante e antimicrobiana (PRUTHI, 1980), que juntos possibilitam estender sua utilização aos mercados de perfumaria, medicinal, têxtil, condimentar, alimentício e agricultura (VILELA; ARTUR, 2008).

Dentre os produtos derivados da cúrcuma está a oleorresina, material resinoso, que tem sido difundido na indústria alimentícia por sua fácil incorporação e isenção de contaminação antimicrobiana, podendo aumentar a estabilidade oxidativa de produtos alimentares comportando-se como antimicrobiano e antioxidante.

Diante do exposto, o propósito deste trabalho foi desenvolver microcápsulas contendo extrato de oleorresina de cúrcuma, a partir de concentrado de proteína do soro do leite como material encapsulante, e avaliar a sua ação antimicrobiana.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 CÚRCUMA

Substâncias naturais encontradas em plantas, os fitoquímicos derivados de componentes dietéticos, têm despertado grande interesse público e científico, por terem grande potencial antioxidante e seu uso associado ao combate de doenças, especialmente as duas mais comuns causas de morte no mundo desenvolvido, doenças cardiovasculares e câncer (SHARMA; GESCHER; STEWARD, 2005).

Dentre esses fitoquímicos destaca-se a cúrcuma (*Curcuma longa* L.). Membro da família Zingiberaceae, subordem Zingiberoidae, originária do sudeste asiático, está presente na China, Norte da Austrália, Antilhas e América do Sul. Têm-se relatos de que 80% da produção mundial de cúrcuma estão na Índia (3,22 hectares de cultivo, com uma produção total de 14 ton/há), sendo, portanto, o maior exportador mundial (PARTHASARATHY et al., 2008).

Trata-se de uma das especiarias mais populares dentre as que contêm antioxidantes naturais (TUBA; ILHAMI, 2008). Pode também receber a denominação de açafrão, açafrão-da-índia, açafrão-da-terra, açafroa, açafroeira, açafroeiro-da-índia, batata-amarela, gengibre-amarelo, gengibre-dourada e mangarataia (LORENZI; MATOS, 2002).

É uma planta do tipo herbácea e perene, de pequeno porte, muito cultivada nos países asiáticos (AGGARWAL et al., 2005). Atinge, em média, 120 a 150 centímetros de altura em condições favoráveis de clima e solo. As folhas grandes, oblongo-lanceoladas e oblíquo-nervadas, emanam um perfume agradável quando amassadas. Possui pecíolos tão compridos quanto os limbos, que reunidos em sua base, formam o pseudocaule. O rizoma principal ou central é piriforme, arredondado ou ovoide, com ramificações secundárias laterais, compridas, também tuberizadas (HERTWIG, 1986).

O crescimento é agrupado no solo, abaixo do colo da planta (Figura 1), organizado numa estrutura normalmente denominada "mão", onde os rizomas menores, "dedos", agrupam-se ao redor de um maior chamado "pião" (MAIA, 1991). São os rizomas que representam o interesse econômico da cultura.

(1)



(2)



Figura 1. Ilustração da planta (1) e do rizoma (2) da cúrcuma

Fonte: claudiaroma.blogspot.com; Spanish.alibaba.com

Introduzida no Brasil por volta de 1980, a cúrcuma teve boa adaptação, sendo cultivada principalmente nos estados de Goiás, Mato Grosso e São Paulo. A produtividade nacional é de 12 ton/ha, contudo, estudos feitos na Universidade Federal de Lavras, obtiveram rendimento de 25 ton/ha utilizando técnicas adequadas de plantio, tais como, espaçamento de 40 cm entre plantas e adubação com nitrogênio, fósforo e potássio (CECÍLIO FILHO, 1996). O município de Mara Rosa em Goiás é considerado a capital do açafrão por responder por cerca de 90% da produção goiana e abrigar aproximadamente 200 produtores trabalhando sob a forma de agricultura familiar, além de algumas empresas intermediadoras da comercialização da cúrcuma (BARTHOLO; MOURA; ALMEIDA, 2004).

Apesar de outras localidades produzirem cúrcuma, a região reúne uma série de ativos locais que permitem que a municipalidade seja competitiva no contexto nacional. O volume anual da produção em Mara Rosa varia de 500 a 1.000 toneladas secas, sendo o custo variável médio da produção de R\$ 0,50/Kg e o preço médio de venda de R\$ 0,99/Kg. Entretanto, a exploração feita com baixa tecnologia tem dificultado o crescimento da área de cultivo (GLOBO RURAL, 1994) e certamente, comprometido à produtividade.

Diante dessa elevada produtividade na região de Mara Rosa e, tendo em vista a necessidade de se incorporar valor a esse produto tradicional, revelou-se de grande importância a geração de novas possibilidades de aplicação da cúrcuma, a partir de conceitos tecnológicos avançados, resultando em crescimento do mercado e aumento da renda para a população local (BARTHOLO; MOURA; ALMEIDA, 2004).

Há tempos utilizada como condimento, a cúrcuma é bastante confundida com o açafrão verdadeiro (*Crocus sativus* L.), planta de clima mediterrâneo, não cultivada no país, sendo empregadas na culinária com objetivos semelhantes (OLIVEIRA; GHIRALDINI; SACRAMENTO, 1992).

Por seu sabor forte e sua coloração amarelada marcante, a cúrcuma não tem sua utilização restrita apenas à alimentação. Além de sua substância corante, contém óleos essenciais de excelentes qualidades técnicas e organolépticas (DUARTE et al. 1989), com características antioxidante e antimicrobiana (PRUTHI, 1980), que juntos possibilitam estender sua utilização aos mercados de perfumaria, medicinal, têxtil, condimentar, alimentício e agricultura (VILELA; ARTUR, 2008).

O apelo da cúrcuma como conservante de alimentos, corante e aromatizante é global. De acordo com a Organização para a Alimentação e Agricultura das Nações Unidas, mais de 2.400 toneladas de açafrão são importadas anualmente para os EUA para o uso domiciliar (SHARMA; GESCHER; STEWARD, 2005).

Na medicina são diversas as aplicações por possuir vários efeitos farmacológicos, incluindo ação anti-inflamatória, atividades anticancerígenas e antitumorais (ANAND et al., 2007;. DUVOIX et al., 2005;. MAHESHWARI et al., 2006; SHARMA ; GESCHER; STEWARD 2005).

Já na agricultura, a cúrcuma tem sido bastante utilizada para controle de pragas (KHUN, 2006). Objetivando a redução dos efeitos negativos do uso de agrotóxicos e o aumento da produção de alimentos de melhor qualidade têm-se buscado novas medidas de proteção das plantas contra as doenças. Diante disso, vários estudos estão sendo desenvolvidos na busca por pesticidas naturais, sendo que os extratos vegetais aparecem como fontes potenciais para o desenvolvimento desses novos produtos. O uso de produtos naturais no controle de doenças de plantas representa um meio eficiente para a redução do uso de defensivos agrícolas (KIMATI et al. 1997).

No setor alimentício, depois de secos, os rizomas da cúrcuma são pulverizados, ou são extraídos deles óleos essenciais, posteriormente podendo ser utilizados como corantes

naturais, antioxidantes e antimicrobianos, funcionalidade conferida pela curcumina, seu principal composto identificado como princípio ativo (FILHO et al., 2000).

Os rizomas secos da cúrcuma tem composição média de 13,1% de água; 6,3% de proteínas; 5,1% de gorduras; 69,4% de carboidratos; 3,5% de cinzas e 2,6% de fibras. Quando destilados apresentam entre 1,3 e 5,55 de óleo essencial (PURSEGLOVE, 1972).

A cúrcuma é constituída de turmerina (um péptido solúvel em água), óleos essenciais (por exemplo, turmerones e atlantones e zingibereno) e, de seus principais componetes ativos, pigmentos curcuminóides, incluindo a curcumina [1,7-bis-(4-hidroxi-5-metoxifenil)-1,6-heptadieno-3,5-diona], desmetoxicurcumina e bis-desmetoxicurcumina, que podem ser definidos como compostos fenólicos derivados das raízes da cúrcuma (SHARMA; GESCHER; STEWARD, 2005).

Os pigmentos que fornecem cor à cúrcuma são análogos estruturalmente e pertencem à classe dos diferolulmetanos. A curcumina possui dois grupos metoxila (OCH₃), a desmetoxicurcumina apenas um, e a bisdesmetoxicurcumina nenhum (Figura 2). São representados principalmente pela curcumina, cuja concentração pode variar de 1,5 a 7,1% (GOVINDARAJAN, 1980), em média 2,5% (PEREIRA, 1998). Quimicamente, a curcumina exibe tautomerismo ceto-enólico tendo uma forma ceto predominante em soluções ácidas e neutras e forma enol estável em meio alcalino. E, comercialmente, sua composição é de cerca de 80% de diferuloilmetano, 17% de desmetoxicurcumina e 6% de bisdesmetoxicurcumina (Figura 2) (AGGARAWAL; KUMAR; BHARTI, 2003).

A curcumina é um fitoquímico polifenol hidrofóbico de baixo peso molecular, derivado do pó do rizoma da *Curcuma longa*, erva que tem um amplo espectro de atividades biológicas e farmacológicas (AGGARAWAL; KUMAR; BHARTI, 2003). Trata-se de um pigmento fenólico amarelo, com ação antioxidante eficaz que pode eliminar os radicais superóxido, peróxido de hidrogênio e óxido nítrico por macrófagos ativados.

Os compostos fenólicos presentes na cúrcuma são responsáveis por seu efeito antioxidante. Estudos desenvolvidos com extratos do rizoma da cúrcuma identificaram que a substância detinha atividades antioxidante, antimicrobiana, anti-inflamatória e anticancerígena (GOVINDARAJAN, 1980; RAMIREZ-TORTOSA et al., 1998; LEE et al., 2003).

Os pigmentos possuem duas hidroxilas fenólicas, sendo um composto β -dicarbonílico, e um grupo dicetona, tidos como as principais classes de metabólitos responsáveis pelas propriedades nutracêuticas do rizoma da cúrcuma, seguidos dos óleos voláteis: zingibereno, felandreno, cineol, sabineno e borneol (LACHANCE et al., 1997).

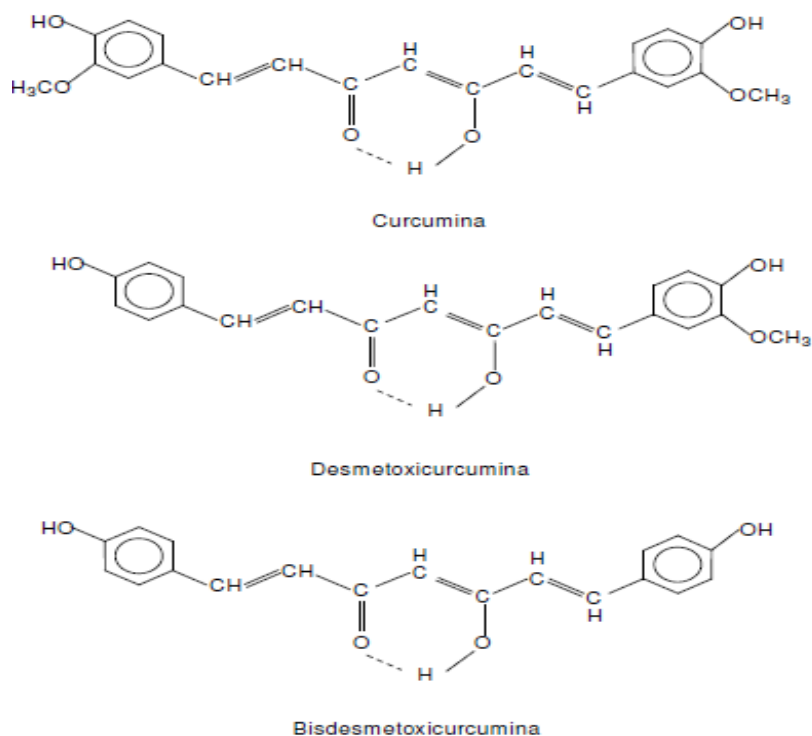


Figura 2. Estruturas Químicas dos Pigmentos Curcuminóides da *Curcuma longa* L.
Fonte: ALMEIDA, 2006.

Apesar de seus numerosos benefícios à saúde, existem ainda poucos estudos que viabilizam promover o uso do açafrão em pó em formulações de alimentos. No entanto, seu uso como um agente antioxidante e antimicótico em bolos de manteiga foi relatado anteriormente (LEAN; MOHAMED, 1999).

2.2 ANTIOXIDANTES

Os antioxidantes são utilizados como aditivos alimentares, a fim de evitar a deterioração oxidativa de óleos e gorduras em alimentos processados. No entanto, devido à limitação do uso de antioxidantes sintéticos e a maior consciência pública em relação aos problemas de saúde, há uma necessidade crescente de promoção da saúde e adição de antioxidantes naturais em alimentos, tais como em produtos de panificação (NANDITHA; PRABHASANKAR, 2009).

Os radicais livres podem ser gerados por várias reações biológicas no corpo e estes são capazes de danificar biomoléculas importantes. Uma vez no organismo, se eles não são eficazmente eliminados por constituintes celulares, podem conduzir a condições de doença. A

ação prejudicial de radicais livres pode ser bloqueada por substâncias antioxidantes, que limpam os radicais livres e desintoxicam o organismo. Pesquisas atuais têm confirmado que os alimentos ricos em antioxidantes desempenham um papel essencial na prevenção de doenças cardiovasculares, cânceres e doenças neurodegenerativas, assim como inflamação e problemas causados pelo envelhecimento cutâneo (FAN, ZHANG, YU; MA, 2006).

Os antioxidantes são importantes para o controle de doenças degenerativas em que o dano oxidativo tem sido implicado. Existem diferentes fontes vegetais que contêm antioxidantes importantes e eles são preferíveis em relação antioxidantes sintéticos, tais como hidroxitolueno butilado (BHT) e butilado hidroxianisole (BHA), que são relatados como tóxicos para a saúde humana (LEAN; MOHAMED, 1999).

Estudos têm sido realizados para encontrar fontes potenciais de antioxidantes naturais em pães de trigo. Foi avaliada a propriedade antioxidante e a qualidade dos pães contendo polissacarídeo auricularia auricular (AAP) de farinha. A incorporação do AAP no pão aumentou acentuadamente a atividade antioxidante do alimento, como testado por método de DPPH para radicais livres (FAN, ZHANG, YU; MA, 2006).

Foram analisadas também as propriedades antioxidantes e os perfis sensoriais de pães em que a farinha de trigo 40% foi substituída por farinha de cevada. A incorporação da cevada aumentou as propriedades antioxidantes dos pães e a avaliação sensorial mostrou diferenças entre os atributos sensoriais, dependendo da variedade de cevada utilizada. Houve uma boa consistência entre os atributos sensoriais e a quantidade de compostos fenólicos em pão de cevada (HOLTEKJØLEN, BÆVRE, RØDBOTTEN, BERG; KNUTSEN, 2008).

Outro estudo revelou que o trigo poderia ser incorporado em pão de trigo para obtenção de uma melhor composição funcional e melhoria das propriedades antioxidantes no pão (LIN, LIU, YU, LIN; MAU, 2009).

Em outro estudo, o pó da cúrcuma foi acrescido à farinha de trigo para fabricação de pão em níveis de substituição de 0%, 2%, 4%, 6% e 8%. As matérias-primas para fabricação do pão foram pesadas de acordo com as proporções da fórmula. 0, 10, 20, 30 e 40 g de cúrcuma em pó foram incorporados em 1000, 990, 980, 970 e 960 g de farinha de trigo, respectivamente. As quantidades dos outros ingredientes foram semelhantes para as diferentes formulações: 80 g de açúcar, 20 g de sal, 20 g de levedura, 30 g de manteiga, 20 g de leite em pó desnatado, 24 g de melhorador e 650 g de água (LIM; PARK; GHAFOR; HWANG; PARK, 2011).

Os resultados deste trabalho mostraram que até 4% de açafrão em pó pode ser incluído numa formulação de pão, sem qualquer interferência significativa em relação à aceitabilidade sensorial do mesmo. Por outro lado, a incorporação do açafrão em pó aumentou consideravelmente os teores de curcumina e fenólicos totais e a atividade antioxidante do pão. Pode-se inferir, portanto, que o açafrão em pó coreano pode ser efetivamente incorporado em pães gerando aumento dos componentes funcionais e das propriedades antioxidantes (LIM; PARK; GHAFOR; HWANG; PARK, 2011).

Pesquisas têm indicado o potencial de extratos da cúrcuma para o controle de fitopatógenos, especialmente fungos, como *Colletotrichum gloeosporioides*, *Rhizoctonia solani* e *Aspergillus* sp. (SAJU; VENUGOPAL; MATHEW, 1998), *Fusarium udum* (SINGH; RAI, 2000) e *Macrophomina phaseolina* (RAJA; KURUCHEVE, 1998). Dos rizomas da cúrcuma, o produto mais industrializado é a cúrcuma em pó, seguido da curcumina purificada e da oleorresina de cúrcuma (FILHO et al., 2000).

2.3 OLEORRESINA

As oleorresinas são misturas de compostos como óleos voláteis, materiais resinosos e graxos não voláteis, pigmentos e outros ingredientes ativos, extraídos por solventes adequados. Seu uso tem aumentado significativamente na indústria de alimentos, especialmente em alimentos congelados, semi-prontos e suplementos de alimentos (molhos, cremes, etc.) em virtude da facilidade de processamento (mistura, sabor uniforme e economia) e por ser livre de contaminação microbiana (FERREIRA, 1991).

Trata-se de um extrato obtido com solvente que apresenta, além dos compostos voláteis, uma fração fixa, composta principalmente por substâncias responsáveis pela pungência, antioxidantes, triacilgliceróis e pigmentos (GIESE, 1991). Sua aplicação em alimentos se explica tanto por conferir sabor quanto para aumentar a estabilidade oxidativa dos lipídeos, aumentando a vida de prateleira de alimentos ricos em óleos e gorduras. O potencial antioxidante em alimentos gordurosos e em óleos é uma crescente demanda na indústria de alimentos, que requer produtos naturais que possam substituir os antioxidantes sintéticos (MADSEN; BERTELSEN, 1995).

A oleorresina da cúrcuma apresenta significativa propriedade antioxidante. Obtida por extração com solventes orgânicos, a partir do pó da cúrcuma, tem rendimento de,

aproximadamente, 12% (SANTOS; OLIVEIRA, 1991). A escolha destes solventes está condicionada à sua pureza e à permissão de uso para fins alimentícios pela legislação vigente a nível nacional e internacional. A eficiência da extração, facilidade e economia na recuperação do solvente, de modo a deixar níveis residuais mínimos no produto final, também são levadas em conta (MARTINS, 1994). Álcool etílico e acetona têm sido indicados como bons solventes. Apresenta em sua composição, 30-55% de pigmentos curcuminóides e 15-25% de óleo volátil (SILVA; NELSON; DRUMMOND; DUFOSSÉ; GLÓRIA, 2005).

Trata-se de um produto altamente viscoso de coloração marrom alaranjada. Todavia, quando diluído a níveis de uso, obtém-se uma coloração amarelo brilhante. Possui o aroma característico da cúrcuma in natura, pungente e de sabor amargo. Sua função predominante é colorir, sendo largamente utilizado em pickles, maionese, mostarda, revestimento de filés de peixe congelado, produtos cárneos, massas alimentícias, sucos, gelatinas, queijos e manteiga (SANTOS; OLIVEIRA, 1991).

Apesar de apresentar inúmeras vantagens em relação à cúrcuma em pó, a oleorresina é sensível à luz, ao calor, ao oxigênio e a variações de pH, além de ser insolúvel em água. Por causa desta sensibilidade, a adição de cúrcuma em formulações alimentícias pode ser limitada, pelo provável comprometimento de suas propriedades funcionais. A fim de solucionar esta limitação, a indústria de alimentos pode investir na microencapsulação (FAVARO-TRINDADE et al., 2008), técnica que pode proteger os elementos funcionais presentes no alimento.

2.4 MICROENCAPSULAÇÃO

Microcápsulas são embalagens bastante pequenas, constituídas de uma parede de material polimérico e de um material ativo tido como núcleo. Geralmente empregadas para melhorar o desempenho de um material ou criar novas aplicações, são diferentes das embalagens convencionais, empregadas para armazenar, facilitar transporte, manipular e apresentar os alimentos (ARSHADY, 1993).

O método de microencapsulação baseia-se na preparação de uma emulsão entre o composto a ser encapsulado (composto bioativo) e o agente encapsulante (proteínas e/ou polissacarídeos), seguido da secagem da emulsão por atomização para a formação do envoltório de revestimento (FAVARO-TRINDADE et al., 2008).

A encapsulação pelo método de secagem por atomização das gotículas, contendo cúrcuma, páprica, carmim e urucum, é suficiente para mudar suas características, ou seja, os compostos passam de instáveis a estáveis, de lipossolúveis a hidrossolúveis, de óleo líquido para pó sólido, de coeso para fluxo livre. Além disso, os corantes microencapsulados possuem propriedades de dissolução superiores aos convencionais em pó; têm maior facilidade de dispersão em água fria ou quente e a solução final é sempre transparente, independente do valor de pH (WINNING, 1995).

Uma característica de componentes alimentares bioativos é que eles estão sujeitos a rápida inativação ou degradação. Muitos componentes bioativos de alimentos, portanto, se beneficiariam de um encapsulamento, procedimento que retarda os processos de degradação e/ou evita a degradação até que o produto seja consumido. Esses componentes bioativos incluem lipídeos, vitaminas, peptídeos, ácidos graxos, antioxidantes, minerais, mas também as células vivas, tais como probióticos (BUREY, BHANDARI, HOWES; GIDLEY, 2008; CHAMPAGNE; FUSTIER, 2007; MCCLEMENTS, DECKER; PARK, 2009a; MCCLEMENTS, DECKER, PARK; WEISS, 2009b).

O uso da microencapsulação na indústria alimentícia é uma alternativa interessante, uma vez que as microcápsulas têm a capacidade de modificar e melhorar a aparência e as propriedades de uma substância; além de, reduzir a reatividade do material de núcleo com o ambiente; diminuir a velocidade de evaporação ou de transferência do material do núcleo para o meio; facilitar a manipulação do material encapsulado; promover liberação controlada; mascarar sabor e odor desagradáveis; promover a diluição homogênea do material encapsulado em uma formulação alimentícia (SHAHIDI; HAN, 1993); aumentar a vida de prateleira; e proteger contra a luz, umidade e calor (JACKSON; LEE, 1991).

A microcápsula também deve ter características específicas para resistir às influências do ambiente (AUGUSTIN ; HEMAR; 2009). Um requisito importante é que o sistema de encapsulação tem que proteger o componente bioativo a partir de degradação química (por exemplo, oxidação ou hidrólise) para manter esse composto totalmente funcional. Muitos interpretam esse fato como uma sugestão de que, principalmente, tem que se superar a degradação química no trato gastrointestinal, no entanto, este é apenas um dos desafios.

Obstáculos importantes no aproveitamento eficaz dos componentes alimentares bioativos, além dos eventos perigosos que ocorrem durante a passagem através do trato gastrointestinal, são as circunstâncias deletérias durante o armazenamento do produto, que serve como veículo para os componentes bioativos. Muitos componentes alimentares podem

interferir na biodisponibilidade sendo, portanto, fundamental que o processo de encapsulamento proteja o componente bioativo durante todo o período de processamento, armazenamento e transporte (GIBBS, KERMASHA, ALLI; MULLIGAN, 1999).

Vários são os materiais que podem ser encapsulados e aplicados na indústria de alimentos, dentre eles: ácidos, bases, gases, aminoácidos, vitaminas, corantes, enzimas, micro-organismos, óleos essenciais e óleos (DESAI; PARK, 2005). Ao escolher o sistema de encapsulamento é fundamental que se pense num material facilmente incorporado em alimentos, que não interfira, ou interfira minimamente, na textura e no sabor do alimento.

A proteína do soro do leite e a goma arábica são conhecidos materiais de parede utilizados no processo de microencapsulação. O material encapsulante é selecionado em função das propriedades físicas e químicas do núcleo ativo, da aplicação pretendida e do método utilizado para formar as micropartículas (SANTOS et al., 2000).

A microencapsulação pode contribuir para diminuir o efeito da exposição da cúrcuma às condições agressivas de processamento de alimentos, podendo contribuir para a diminuição dos problemas associados ao emprego deste ingrediente em formulações alimentícias, além de agregar uma possibilidade de extensão da vida de prateleira dos alimentos que possam vir a ser enriquecidos.

Para tanto deve ser escolhido um material que possa agregar uma boa capacidade de retenção e proteção desse núcleo ativo, que para ser ideal deve apresentar algumas características importantes como: baixa viscosidade em concentrações elevadas; fácil manipulação durante o processo; baixa higroscopicidade, para facilitar a manipulação e evitar aglomeração; não reatividade com o material a ser encapsulado; habilidade de selar e segurar o material ativo dentro da estrutura da cápsula; liberar completamente o solvente ou outros materiais utilizados durante o processo de encapsulação; proteger o material ativo contra condições adversas (luz, pH, oxigênio e ingredientes reativos) e ausência de sabor desagradável (SANTOS et al., 2000).

As proteínas do soro do leite constituem uma opção que tem sido avaliada, principalmente, por ser um produto derivado de um resíduo industrial de laticínios e de altíssima qualidade. Separada ou combinada a estabilizantes, como maltodextrina, as proteínas do soro de leite tem apresentado promissora atividade emulsificante que a revelaram como uma eficiente substância da qual a indústria alimentícia pode fazer uso no desenvolvimento de formulações de emulsões (AHN; KIM; KIM, 2012).

Importante também é conhecer o comportamento desses materiais, uma vez que o material obtido da microencapsulação tem aspecto de pó, através de análises que considerem as isotermas de sorção para verificar a capacidade do produto em absorver água.

2.5 ISOTERMAS DE SORÇÃO

As isotermas de adsorção de qualquer material são ajustadas por modelos matemáticos baseando-se em critérios empíricos e/ou teóricos relatados na literatura e, mais utilizados para ajustes matemáticos de isotermas obtidas para microcápsulas (FRASCARELI et al. 2012; TONON et al., 2009).

O modelo Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) é o mais comumente usado (Eq. 1) para o ajuste dos dados de umidade de equilíbrio (X_e) das microcápsulas estudadas:

$$X_e = \frac{X_m C_{GAB} K_{GAB} a_w}{[(1 - K_{GAB} a_w)(1 + K_{GAB}(C_{GAB} - 1)a_w)]} \quad \text{Equação 1}$$

Onde: X_m é a umidade da monocamada (g de água por g de sólidos), C_{GAB} e K_{GAB} são constantes do modelo de GAB e a_w é a atividade de água.

O modelo clássico Brunauer-Emmett-Teller (BET) é largamente usado (Eq. 2) para o ajuste da umidade de equilíbrio (X_e) alcançada na adsorção de água de produtos alimentícios e, inclusive, das microcápsulas de óleos alimentícios. É um modelo de 2 parâmetros que assume a condensação de um número infinito de n camadas da fase de vapor dentro da superfície adsorvente. Todavia, esse modelo não é adequado para produtos que apresentem atividades de água acima de 0,5.

$$X_e = \frac{X_m C_{BET} a_w}{[(1 - a_w)(1 + (C_{BET} - 1)a_w)]} \quad \text{Equação 2}$$

Onde: X_m é a umidade da monocamada (g de água por g de sólidos), C_{BET} é constante do modelo de BET e a_w é a atividade de água.

O modelo publicado em seu artigo original de Brunauer et al. (1938) é o resultado da derivada de um modelo modificado de 3 parâmetros (Eq. 3), considerando um número limitados de camadas de adsorção de água e permitindo que seja utilizado para modelagem de sorção de água de alimentos ou produtos com limite de até 0,9 de atividade de água:

$$X_e = \frac{X_m C_{BET} a_w [1 - (n + 1)(a_w)^n + n(a_w)^{n+1}]}{(1 - a_w)[1 - (1 - C_{BET})a_w - C_{BET}(a_w)^{n+1}]} \quad \text{Equação 3}$$

Onde: X_m é a umidade da monocamada (g de água por g de sólidos), a_w é a atividade de água, C_{BET} e n são constantes do modelo de BET.

O modelo de Oswin (Eq. 4) é empírico e possui duas constantes:

$$X_e = A \left(\frac{a_w}{1 - a_w} \right)^B \quad \text{Equação 4}$$

Onde: a_w é a atividade de água, A e B são constantes do modelo de Oswin.

Os valores de umidade de equilíbrio obtidos nas isotermas de sorção foram modelados de acordo com os modelos citados usando o suplemento Solver do Excel (Pacote Office 2010 Microsoft, Redmond, EUA). As curvas de isotermas de adsorção e a regressão não linear foram obtidas usando o software Statistica versão 7.0 (Statsoft Inc., Tulsa USA, 2004). A qualidade do ajuste de cada modelo matemático foi avaliado pelo coeficiente de determinação (R^2) e o erro relativo (E) do ajuste de cada modelo foi determinado pela Equação 6:

$$E = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|X_{me} - X_{mt}|}{X_{me}} \quad \text{Equação 5}$$

Onde: X_{me} e X_{mt} são, respectivamente, os valores das umidades de equilíbrio prático e teórico (g de água por g de sólidos) e N o número de valores determinadas em cada isoterma de adsorção.

Tendo em vista cada um dos modelos apresentados e considerando-se o erro relativo e os coeficientes correlação pode-se atribuir a um produto oriundo de microencapsulação qual é o melhor ajuste e o melhor modelo a ser aplicado.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho teve por objetivo desenvolver microcápsulas contendo oleorresina e aglomerado derivados da cúrcuma, suspensos em óleo de canola, tendo concentrado de proteína do soro do leite como material encapsulante, e avaliar a sua atividade antimicrobiana.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir, a partir da cúrcuma *in natura*, extratos de oleorresina de cúrcuma, utilizando as técnicas de percolação em álcool (extração por solvente), e concentração e recuperação do solvente em aparato tipo rotaevaporador;
- Avaliar o material produzido na extração, de forma a caracterizar o seu teor de curcumina (principal componente ativo), através da técnica de espectrofotometria;
- Formular suspensões de oleorresina de cúrcuma em óleo de canola, e de aglomerado de cúrcuma, obtido por filtração à vácuo, também em óleo de canola, para utilização como material de recheio em microcápsulas
- Micro encapsular a suspensões obtidas utilizando concentrado proteico de soro de leite, como material de parede, através da técnica de secagem por atomização ou “*spray drying*”;
- Caracterizar as micropartículas, em termos de sua morfologia, por microscopia eletrônica de varredura e análises de caracterização físicas e químicas;
- Avaliar a atividade antimicrobiana *in vitro*, pelo método de difusão em ágar, dos dois tipos de microcápsulas obtidos e da oleorresina livre;
- Determinar a temperatura de transição vítrea das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e aglomerado de cúrcuma pela técnica de Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC);
- Avaliar a estabilidade térmica das microcápsulas de oleorresina e aglomerado de cúrcuma por análise termogravimétrica (TG);
- Determinar as isotermas de sorção das microcápsulas de oleorresina e de aglomerado de cúrcuma e verificar quais modelos matemáticos encontrados na literatura se ajustam melhor as curvas.

REFERÊNCIAS

- AHN, J. H.; KIM, Y. P.; KIM, H. S. Effect of natural antioxidants on the lipid oxidation of microencapsulated seed oil. **Food Control**, v. 23, n. 2, p. 528-534, 2012.
- AGGARWAL, B. B., KUMAR, A., AGGARWAL, M. S.; SHISHODIA, S. Curcumin derived from turmeric (*Curcuma longa*): a spice for all seasons. In: **Phytopharmaceuticals in Cancer Chemoprevention**, Boca Raton, p. 349–387, 2005.
- AGGARWAL, B. B.; KUMAR, A.; BHARTI, A. C. Anticancer potential of curcumin: preclinical and clinical studies. **Anticancer Research**, v.23, n.1, p.363–398, 2003.
- ANAND, P., KUNNUMAKKARA, A. B., NEWMAN, R. A., AGGARWAL, B. B. Bioavailability of curcumin: problems and promises. **Molecular Pharmacology**, New York, v.4, p.807–818, 2007.
- ARSHADY, R. Microcapsules for food. **Journal of Microencapsulation**, London, v. 10, n. 4, p. 413-435, 1993.
- AUGUSTIN, M. A., HEMAR, Y. Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. **Chemical Society Reviews**, London, v.38, p. 902–912, 2009.
- BARTHOLO, F. A. F.; MOURA, C. J.; ALMEIDA, R. A. Processamento da cadeia produtiva do açafrão: um projeto de mudança de realidade e inclusão sócio-econômica dos produtores familiares de Mara Rosa-GO. **Revista da UFG**, v. 7, n. 1, 2004.
- BUREY, P., BHANDARI, B. R., HOWES, T.; GIDLEY, M. J. Hydrocolloid gel particles: formation, characterization, and application. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 48, p.361–377, 2008.
- CECÍLIO FILHO, A.B. **Época e densidade de plantio sobre a fenologia e rendimento da cúrcuma (*Curcuma longa*)**. 1996. 100p. Tese (Doutorado em Fitotecnia) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 1996.
- CHAMPAGNE, C. P., FUSTIER, P. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. **Current Opinion in Biotechnology**, London, v. 18, p.184 – 190, 2007.
- DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying Technology**, London, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.
- DUARTE, R.D., BOVI, O.A., MAIA, N.B. Corantes - programa de pesquisa do Instituto Agrônomo de Campinas. In: **SEMINÁRIO DE CORANTES NATURAIS PARA ALIMENTOS**, 1., 1989, Campinas. Anais... Campinas, 1989. p. 45-53.
- DUVOIX, A.; BLASIUS, R.; DELHALLE, S.; SCHNEKENBURGER, M.; MORCEAU, F.; HENRY, E.; DICATO, M.; DIEDERICH, M. Chemopreventive and therapeutic effects of curcumin, **Cancer Letters**, Amsterdam, v. 223, p. 181–190, 2005.

FAVARO-TRINDADE, C. S.; PINHO, S. C.; ROCHA, G. A. Revisão: microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 11, p. 103-112, 2008.

FAN, L.; ZHANG, S; YU, L. MA, L. Evaluation of antioxidant property and quality of breads containing *Auricularia auricula* polysaccharide flour. **Food Chemistry**, London, v. 101, p.1158–1163, 2006.

FERREIRA, S. R. S. **Extração de Óleo Essencial de Pimenta-do-Reino com Dióxido de Carbono Líquido Subcrítico**. 1991. 203 p.. Dissertação de Mestrado (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1991.

FILHO, A. B. C.; SOUZA, R. J.; BRAZ, L. T.; TAVARES, M. *Cúrcuma: Planta Medicinal, Condimentar e de Outros Usos Potenciais*". **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 30, n. 1, p. 171-175, 2000.

GIESE, J. Spices and seasoning blends: a taste for all seasons. **Food Thechnology**, Chicago, n. 4, p. 88-98, 1991.

GIBBS, B. F., KERMASHA, S., ALLI, I. e MULLIGAN, C. N. (1999). Encapsulation in the food industry: a review. **International Journal of Food Science and Nutrition**. London, v. 50, n. 3, p. 213–224, 1999.

GOVIDARAJAN, V. S. Turmeric – Chemistry, Technology and Quality. **CCR Critical Review in Food Science and Nutrition**. Boca Raton, v. 12, n. 3, p. 199-301, 1980.

GLOBO RURAL. **Açafrão - O ouro da cozinha**. Rio de Janeiro, n.110, p. 38-43, 1994.

HERTWIG, I. F. V. *Curcuma*. In: HERTWIG, I. F. V. **Plantas aromáticas e medicinais**. São Paulo: Icone, 1986. p. 254-265.

HOLTEKJØLEN, A. K.; BAEVRE, A. B.; RØDBOTTEN, M.; BERG, H.; KNUTSEN, S. H. Antioxidant properties and sensory profiles of breads containing barley flour. **Food Chemistry**, London, v. 110, p. 414–421, 2008.

JACKSON, L. S.; LEE, K. Microencapsulation and Food Industry. **LWT - Food Science and Technology**, London, v. 24, n. 4, p. 289-297, 1991.

KIMATI, H.; AMORIM, L.; CAMARGO, L. E. A.; REZENDE, J. A. M.. **Manual de fitopatologia: doenças de plantas cultivadas**. 3 ed. São Paulo: Agronômica Ceres Ltda, 1997.686 p.

KUHN, O. J.; PORTZ, R. L.; STANGARLIN, J. R.; DEL ÁGUILA, R. M.; SCHWANN-ESTRADA, K. R. F.; FRANZENER, G. Efeito do extrato aquoso de cúrcuma (*Curcuma longa*) em *Xanthomonas axonopodis* pv. *Manihotis*. **Sêmima: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 27, n. 1, p.13-20, 2006.

LACHANCE, P.A.; GUHR, G. Role of phytochemicals in chronic disease prevention. In: LACHANCE, P.A. Nutraceutical: designer foods III: garlic, soy and licorice. **Food and Nutrition**, Trumbull, p. 323-328, 1997.

LEMOS, A. L. S. C. **Obtenção e avaliação de óleo-resina de páprica**. Campinas, 1999. Tese (Doutorado em Engenharia de alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999.

LEAN, L. P., MOHAMED, S. Antioxidative and antimycotic effects of turmeric, lemon-grass, betel leaves, clove, black pepper leaves and *Garcinia atroviridis* on butter cakes. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, London, v.79, p. 1817–1822, 1999.

LEE, H.; CHOI, K.; CHO, K.; AHN, Y. Fungicidal activity of ar-turmerone identified in *Curcuma longa* rhizome against six phytopathogenic fungi. **Agricultural Chemistry Biotechnology**, v. 46, n. 1, p. 23-28, 2003.

LIM, H.S.; PARK, S. H; GHAFOOR, K.; HWANG, S. Y.; PARK, J. Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. **Food Chemistry**, Barking, v. 124, p. 1577–1582, 2011.

LIN, L., LIU, H., YU, Y., LIN, S., MAU, J. Quality and antioxidant property of buckwheat enhanced wheat bread. **Food Chemistry**, London, v.112, p. 987- 991, 2009.

LORENZI, H. E.; MATOS, F.J. de A. Plantas medicinais no Brasil/ Nativas e exóticas. Nova Odessa: Instituto Plantarum.512 p, 2002.

MCCLEMENTS, D. J., DECKER, E. A.; PARK, Y. Controlling lipid bioavailability through physicochemical and structural approaches. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v.49, p. 48–67, 2009a.

MCCLEMENTS, D. J., DECKER, E. A., PARK, Y.; WEISS, J. Structural design principles for delivery of bioactive components in nutraceuticals and functional foods. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v.49, p. 577–606, 2009b.

MADSEN, H.L.; BERTELSEN, G. Spices as antioxidants. **Trends and Food Science and Technology**, Cambridge, v.6, n.8, p.271-276, 1995.

MAIA, N.B. A cúrcuma como corante. In: **SEMINÁRIO DE CORANTES NATURAIS**, v. 2, 1991, Campinas. Seminários... p. 65.

MARTINS, M.C. **Obtenção e Avaliação de Curcumina a partir de Rizomas Secos de Cúrcuma (*Curcuma Longa* L.)**. 1993. 176 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos-Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1993.

MAHESHWARI, R.K., SINGH, A.K., GADDIPATI, J.; SRIMAL, R.C. Multiple biological activities of curcumin: a short review. **Life Science**, Beijing, v. 78, p. 2081–2087, 2006.

NANDITHA, B., PRABHASANKAR, P. Antioxidants in bakery products: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 49, p. 1–27, 2009.

OLIVEIRA, V.P.; GHIRALDINI, J.E.; SACRAMENTO, C.K. O cultivo de plantas produtoras de corantes. **Revista Brasileira de Corantes Naturais**, Viçosa, v 1, p. 232–237, 1992.

PEREIRA, A. S.; STRINGHETA, P. C. Considerações sobre a cultura e processamento do açafrão. **Horticultura Brasileira**, Brasília, v. 16, n. 2, p. 102-105, 1998.

PURSEGLOVE, J. W. Zingiberaceae. In: PURSEGLOVE, J. W. **Tropical crops: Monocotyledons**, Harlow, Burnt Mill, 1972. p. 519-540.

PARTHASARATHY V. A.; CHEMPAKAM, B.; ZACHARIAH, T. J. **Chemistry of spices**, Kingslynn, p. 97– 98, 2008.

PRUTHI, J. S. **Spices and condiments: chemistry, microbiology, technology**. New York: Academic Press, 1980. 434 p.

RAMÍREZ-TORTOSA, M. C., MESA, M. D., AGUILERA, M. C., QUILES, L., BARO, L., RAMÍREZ-TORTOSA, C. L., MARTÍNEZ-VICTORIA, C., GIL, A. Oral administration of a turmeric extract inhibits LDL oxidation and has hypocholesterolemic effects in rabbits with experimental atherosclerosis. **Atherosclerosis**, Limerick v. 147, 371–378, 1999.

RAJA, J.; KURUCHEVE, V. Influence of plants extracts and buffalo urine on the growth and sclerotial germination of *Macrophomina phaseolina*. **Indian Phytopathology**, New Delhi, v. 51, p.102-103. 1998.

SAJU, K.A., VENUGOPAL, M.N. & MATHEW, M.J. Antifungal and insect-repellent activities of essential oil of turmeric (*Curcuma longa* L.). **Current Science**, Bangalore, v. 75, p. 660-662, 1998.

SANTOS, A.B.; OLIVEIRA, S.P. Utilização de açafrão (*Curcuma longa* L.) como corante natural para alimentos. **Boletim da SBCTA**, Campinas, v.2, n. 25, p. 90, 1991.

SANTOS, A. B. **Encapsulação da oleorresina de páprica por atomização em goma arábica e em aglomerados porosos de amido/gelatina: estabilidade e aplicação**. 2003. 196 f. Tese (Doutorado em Alimentos e Nutrição) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003.

SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 33, n. 6, p. 501-547, 1993.

SHARMA, R. A.; GESCHER, A. J.; STEWARD, W. P. Curcumin: the story so far. **European Journal of Cancer**, New York, v. 41, n.13, p. 1955–1968, 2006.

SINGH, R.; RAI, B. Antifungal potential of some higher plants against *Fusarium udum* causing wilt disease of *Cajanus cajan*. **Microbios**, Cambridge, v. 102, p.165-173, 2000.

SILVA, L. V., NELSON, D. L., DRUMMOND, M. F. B., DUFOSSÉ, L. e GLÓRIA, M. B. A. Comparison of hydrodistillation methods for the deodorization of turmeric. **Food Research International**, Barking v.8–9, p.1087–1096, 2005.

TUBA, A., ILHAMI, G. Antioxidant and radical scavenging properties of curcumin. **Journal of Chemico-Biological Interactions**, Amsterdam, v. 174, p. 27–37, 2008.

VILELA, C. A. A.; ARTUR, P. O. Secagem do açafrão (*Curcuma longa* L.) em diferentes cortes geométricos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 2, p. 387-394, 2008.

WINNING, M. Micro-encapsulated colours - Natural colours with improved stability. **Agro-Food Industry Hi-Tech**, Milano, v. 6, n. 5, p. 13-15, 1995.

Parte 2

Artigo 1. MICROENCAPSULAÇÃO DE OLEORRESINA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA (*CURCUMA LONGA* L.) POR *SPRAY DRYING*: DA EXTRAÇÃO DA OLEORRESINA À MORFOLOGIA E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DAS MICROCÁPSULAS

RESUMO

O objetivo do estudo foi desenvolver microcápsulas de oleorresina e aglomerado de cúrcuma como material de recheio e caracterizá-las em termos de morfologia por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), análises físico-químicas e avaliação de sua atividade antimicrobiana. Cúrcuma *in natura* adquirida no município de Mara Rosa, estado de Goiás, foi submetida a fatiamento e desidratação em estufa com circulação de ar. Após desidratação, a cúrcuma foi macerada, obtendo-se, portanto, o pó da cúrcuma. Após sucessivas lavagens do pó da cúrcuma com o solvente, na proporção de 1:10 (p/v) cúrcuma : etanol obteve-se o extrato etanólico contendo oleorresina de cúrcuma que foi rotaevaporado para recuperação do etanol utilizado no processo de percolação e obtenção da oleorresina de cúrcuma. Esse extrato foi submetido a uma filtração a vácuo, a fim de se retirar frações sólidas e, dessa filtração, obteve-se um aglomerado de cúrcuma. Tanto o extrato contendo oleorresina quanto esse aglomerado foram suspensos em óleo de canola e utilizados como material de recheio para desenvolvimento de microcápsulas. Para o preparo das emulsões, foram previamente preparadas soluções estoque de concentrado proteico de soro de leite, que foram solubilizados em água destilada à temperatura ambiente e armazenadas por 24 horas, sob refrigeração. Após homogeneização, as emulsões foram armazenadas sob 4°C até serem atomizadas em spray dryer. Tanto as microcápsulas quanto o extrato de oleorresina livre foram caracterizados. A atividade antimicrobiana das amostras estudadas foi avaliada *in vitro* contra *Salmonella choleraesuis* e *Aspergillus niger*, e foi testada baseando-se no método de disco-difusão em ágar. Foi determinado também o teor de curcumina e a higroscopicidade das microcápsulas, além do rendimento e da eficiência do processo de microencapsulação. Concluiu-se que o extrato de oleorresina de cúrcuma pode ser um agente antimicrobiano em potencial; nenhuma das microcápsulas apresentou ação antimicrobiana contra o fungo, mas contra a bactéria apresentaram ação bacteriostática; e o processo de microencapsulação foi considerado eficiente e de rendimento moderado.

Palavras-chave: cúrcuma; curcumina; percolação; microcápsulas; *spray drying*; microorganismos

MICROENCAPSULATION OLEORESINS OF CROWDED TURMERIC (CURCUMA LONGA L.) SPRAY FOR DRYING: THE EXTRACTION OF THE OLEORESIN MORPHOLOGY AND EVALUATION OF ANTIMICROBIAL ACTIVITY OF MICROCAPSULES

ABSTRACT

The aim of the study was to develop microcapsules and agglomerated turmeric oleoresin as core material and characterize them in terms of morphology by Scanning Electron Microscopy (SEM), physicochemical analyzes and evaluation of their antimicrobial activity. Turmeric gained fresh in the municipality of Mara Rosa, state of Goiás, was subjected to slicing and dehydration in an oven with air circulation. After dehydration, turmeric was macerated, obtaining therefore the turmeric powder. After successive washes of turmeric powder with the solvent at a ratio of 1:10 (w / v) turmeric: ethanol gave the ethanol extract of turmeric oleoresin containing rotaevaporado which has been used for ethanol recovery from the percolation process and obtaining turmeric oleoresin. This extract was subjected to vacuum filtration in order to remove solid fractions and thus filtration, there was obtained an agglomeration of turmeric. Both the extract containing oleoresin such as chipboard were suspended in canola oil and used as core material for developing microcapsules For the preparation of emulsions, stock solutions were previously prepared protein concentrate of whey, which were solubilized in distilled water room temperature and stored for 24 hours under refrigeration. After homogenization, the emulsions were stored at 4 ° C until atomized spray dryer. Both microcapsules as free oleoresin extract were characterized. The antimicrobial activity of the studied samples was evaluated in vitro against *Salmonella choleraesuis* and *Aspergillus niger*, and was tested based on the method disk-agar diffusion. We also determined the content of curcumin and hygroscopicity of the microcapsules, and the yield and efficiency of the microencapsulation process. It was concluded that the extract of turmeric oleoresin may be a potential antimicrobial agent, none of the microcapsules showed antimicrobial account the fungus, but against the bacteria showed bacteriostatic action, and the microencapsulation process is efficient and moderate income.

Keywords: turmeric, curcumin; percolation; microcapsules, spray drying; microorganisms

1 INTRODUÇÃO

Membro da família Zingiberaceae, subordem Zingiberoidae e originária do sudeste asiático, a cúrcuma (*Curcuma longa* L.) é constituída de turmerina (um peptídeo solúvel em água), óleos essenciais, pigmentos curcuminóides (incluindo a curcumina) e oleorresina; e, tem sido bastante estudada, por seu potencial farmacológico conferido pela curcumina, seu princípio ativo (PARTHASARATHY; CHEMPAKAM; ZACHARIAH, 2008; SHARMA; GESCHER; STEWARD, 2005)

Introduzida no Brasil por volta de 1980, teve boa adaptação, sendo sua maior produção proveniente do estado de Goiás, cidade de Mara Rosa. O município de Mara Rosa, em Goiás, é considerado a capital da cúrcuma, respondendo por cerca de 90% da produção goiana e abrigando cerca de 200 produtores trabalhando sob o regime de agricultura familiar. Diante dessa elevada produtividade na região de Mara Rosa e, tendo em vista a necessidade de se incorporar valor a esse produto tradicional, revelou-se de grande importância a geração de novas possibilidades de aplicação da cúrcuma, a partir de conceitos tecnológicos avançados, resultando em crescimento do mercado e aumento da renda para a população local (CECÍLIO FILHO, 2000).

A oleorresina da cúrcuma apresenta significativa propriedade antioxidante. Obtida por extração com solventes orgânicos, a partir do pó da cúrcuma, tem rendimento de, aproximadamente, 12% (SANTOS; OLIVEIRA, 1991). Para alimentos, o solvente mais utilizado é o álcool etílico, que garante eficiência na extração, facilidade e economia na recuperação do solvente, de modo a deixar níveis residuais mínimos no produto final (MARTINS, 1994). Apresenta em sua composição, 30-55% de pigmentos curcuminóides e 15-25% de óleo volátil (SILVA; NELSON; DRUMMOND; DUFOSSÉ; GLÓRIA, 2005).

A microencapsulação é definida como um processo em que pequenas partículas ou gotas são envolvidas por uma cobertura ou incorporadas em uma matriz homo ou heterogênea, com o objetivo de formar pequenas cápsulas com propriedades muito úteis (GHARSALLAOUI et al., 2007). Trata-se de uma técnica que vem sendo estudada e empregada em processos industriais como uma tecnologia capaz de fornecer proteção a substâncias que exibem instabilidade (DE VOS et al., 2010; DRUSCH; MANNINO, 2009; WANG et al., 2009) e tem se mostrado como ferramenta importante para incorporação de

gêneros alimentícios específicos em formulações antes impossíveis, como óleo em misturas prontas de bolos, fornecendo segurança para a indústria de alimentos e garantindo qualidade.

Para a escolha do material encapsulante deve-se considerar uma série de fatores importante e diante disso, as proteínas do soro do leite são uma opção que tem sido avaliada, principalmente, por ser um produto derivado de um resíduo industrial de laticínios e apresentar altíssima qualidade. Separada ou combinada a polissacarídeos estabilizantes, como a maltodextrina, as proteínas do soro de leite tem apresentado promissora atividade emulsificante, revelando-se uma eficiente substância que pode ser utilizada pela indústria de alimentos no desenvolvimento de formulações de emulsões (AHN, KIM; KIM, 2012).

A deterioração se constituiu como uma das grandes preocupações para a saúde humana e uma das causas de maior desperdício de alimentos e prejuízo para produtividade do homem. No intuito de reduzir esses problemas, o uso de aditivos tem sido efetivo na indústria alimentícia, entretanto, com a crescente preocupação da população em cuidar da saúde, a demanda por produtos naturais tem aumentado em decorrência da conscientização sobre os efeitos tóxicos de alguns aditivos sintéticos, dentre eles está a tartrazina, um corante amarelo, utilizado para colorir alimentos e bebidas. Nesse contexto, pesquisas são necessárias para identificar substâncias naturais capazes de substituir os aditivos na inibição de bactérias e de fungos (NEGI et al., 2004; SINGH et al., 2002a; GUL et al., 2004).

Por conterem substâncias com atividade antimicrobiana e por terem sido consumidas por várias décadas sem causar efeitos adversos ao homem, determinadas plantas podem ser utilizadas como alternativa para o controle de agentes deteriorantes de alimentos (KIM et al., 2003; LEE et al., 2003). Dessa forma, destaca-se o rizoma da cúrcuma, *Curcuma longa* L., muito utilizado na indústria alimentícia, como corante, aromatizante e como ingrediente no preparo de temperos, laticínios e pratos prontos (GOVINDARAJAN, 1980; APISARIYAKUL et al., 1995; SILVA et al., 2005).

Diante do exposto, o presente trabalho foi desenvolvido com o objetivo de desenvolver microcápsulas contendo oleorresina de cúrcuma e aglomerado de cúrcuma como material de recheio e caracterizá-las em termos de morfologia por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), análises físicas e químicas e avaliação do potencial antimicrobiano.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 MATERIAL

Cúrcuma *in natura* doada pela Cooperativa dos Produtores de Açafrão de Mara Rosa (Cooperação) vinculada ao projeto “Potencializando o açafrão de Mara Rosa- Goiás, FINEP-SEBRAE”.

Como agente encapsulante para as microcápsulas foi utilizado concentrado de proteína do soro do leite, gentilmente cedido pela Arla Foods Ingredientes do Brasil, caracterizado quanto aos teores de umidade pelo método gravimétrico e proteína pelo método de Kjeldahl.

Foram desenvolvidos dois tipos de microcápsulas (Figura 1). Uma primeira contendo como núcleo ativo uma suspensão de extrato contendo oleorresina de cúrcuma em óleo de canola (MOC) obtido em revendedores locais e, outra tendo como material de recheio um aglomerado, obtido por filtração a vácuo do extrato contendo oleorresina de cúrcuma, também suspenso em óleo de canola (MAC). O extrato de oleorresina de cúrcuma foi obtido pelos métodos de percolação e rotaevaporação.

Para análise da atividade antimicrobiana, as microcápsulas foram solubilizadas em etanol na proporção de 4 : 0,2765 (v/p) e 4 : 0,5990 (v/p) MOC e MAC, respectivamente. Do extrato de oleorresina livre foram medidos 40 µL e como controle foi utilizado álcool etílico 92% PA.

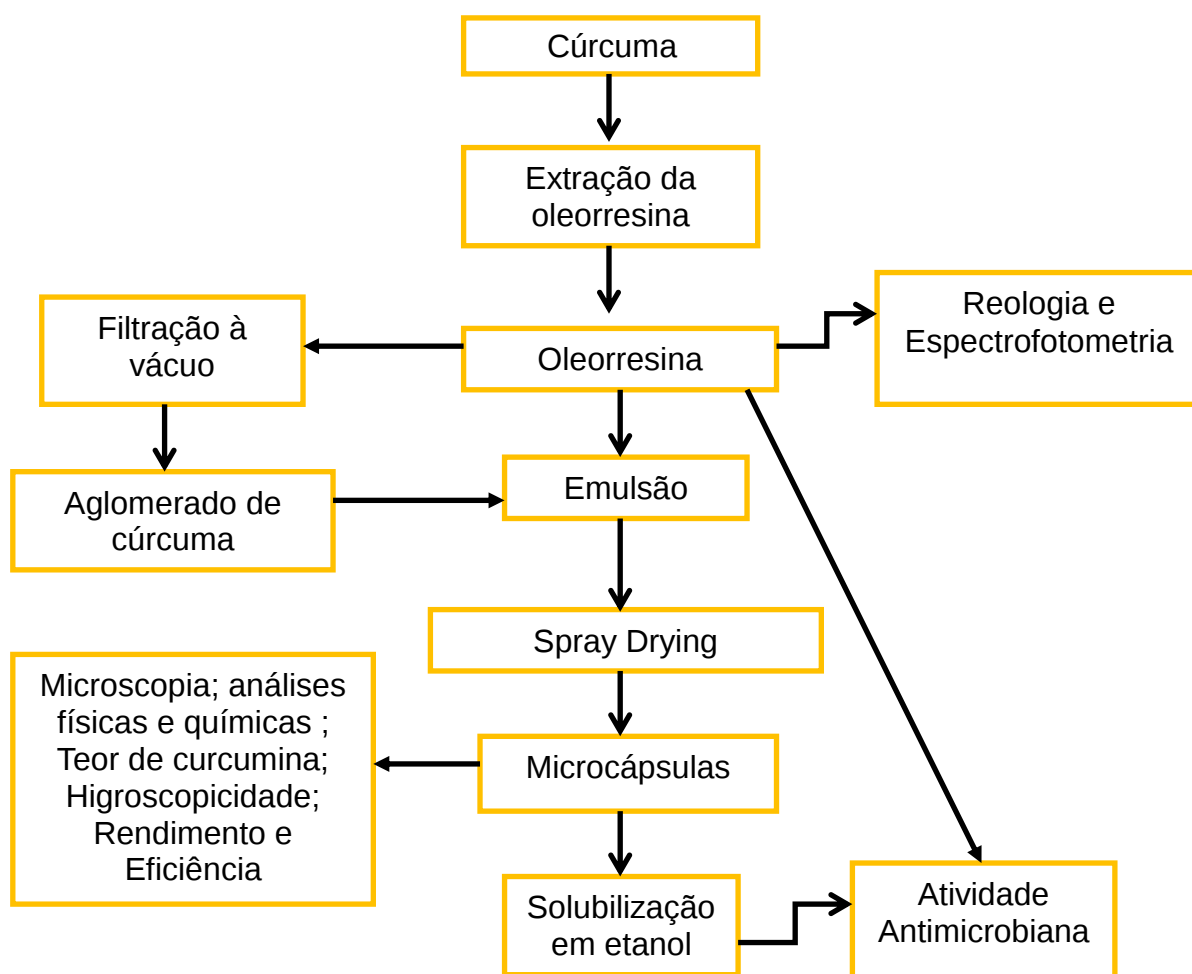


Figura 1. Fluxograma de execução do experimento

2.2 MÉTODOS

2.2.1 Obtenção de extrato etanólico de cúrcuma

O processo de preparação do extrato etanólico contendo oleorresina de cúrcuma foi realizado por extração usando solvente em percolador de aço inoxidável, sob temperatura ambiente, seguida de evaporação do solvente em rotaevaporador.

As raízes de cúrcuma, adquiridas no município de Mara Rosa, estado de Goiás, foram submetidas a fatiamento e desidratação em estufa com circulação de ar. Após desidratação, a cúrcuma foi macerada, obtendo-se, portanto, o pó da cúrcuma. O processo referido foi iniciado com a prévia seleção e higienização das raízes, posteriormente fatiadas. Em seguida, as fatias foram dispostas em bandejas e submetidas a desidratação em estufa de circulação de ar, por 8 horas, sob temperatura de 60° C. Após desidratadas, as fatias de cúrcuma foram

trituras em liquidificador doméstico durante cinco minutos em velocidade máxima. A seguir, o pó obtido foi acondicionado em sacos plásticos transparentes para subsequente utilização. O equivalente a 1 kg de pó foi colocado em percolador e umidificado usando o etanol 92% por 24 horas. Para o processo de percolação, a extração foi realizada aplicando a proporção cúrcuma-etanol equivalente a 1:10 (p/v), respectivamente. Após a passagem do volume de solvente citado, o extrato seco foi imediatamente retirado do percolador e substituído por um novo extrato seco de cúrcuma.

O extrato etanólico contendo oleorresina de cúrcuma (percolado) foi submetido ao processo de rotaevaporação para a recuperação do etanol utilizado no processo de percolação. O processo de recuperação do solvente (etanol 92%) foi realizado em rotaevaporador acoplado ao sistema a vácuo (BUCHI modelo R-220 SE) sob as seguintes condições: banho de aquecimento a 40°C, rotação do balão a 45 rpm e pressão de vácuo a 120mbar. e interrompido assim que alcançou-se a recuperação de 80% do volume total de etanol usado na percolação do extrato seco. Enfatiza-se que o solvente recuperado durante o processo foi reutilizado durante os processos de percolação de novos extratos secos de cúrcuma.

Posteriormente, foi realizada uma caracterização da oleorresina de cúrcuma usando o método Bligh Dyer (1953).

2.2.2 Processo de obtenção das microcápsulas

Foi preparada uma dispersão contendo 10% de concentrado protéico de soro do leite e 12% de suspensão de extrato contendo oleorresina/óleo de canola, para obtenção das microcápsulas.

A partir de uma filtração a vácuo do extrato contendo oleorresina de cúrcuma, foi obtido um aglomerado amarelo alaranjado que, solubilizado em óleo de canola, a uma proporção de 1:10 (p/p), foi utilizado como material de recheio para um segundo tipo de microcápsula. Para o preparo das emulsões, foram previamente preparadas soluções estoque de concentrado proteico de soro de leite, que foram solubilizados em água destilada à temperatura ambiente. Estas soluções foram armazenadas por 24 horas, sob refrigeração, para garantir a completa solubilização dos biopolímeros. Após a homogeneização, as emulsões foram armazenadas sob 4°C até serem atomizadas em spray dryer.

A produção das microcápsulas foi realizada em um atomizador LabMq LM (modelo MSD 1.0, Ribeirão Preto, Brasil) sob as condições de processo: temperatura de entrada do ar

de secagem 170°C, vazão do ar comprimido 40 L/min, vazão do ar de secagem 3,5 m³/min, diâmetro do bico 1,2 mm, pressão do ar atomizante 4 bar.

2.2.3 Caracterização morfológica dos encapsulados - microscopia

A morfologia das microcápsulas foi realizada com o intuito de verificar se ocorreu ou não a formação da cápsula e sua estrutura, através de microscopia ótica e eletrônica de varredura.

2.2.3.1 Microscopia Ótica e Análise do Tamanho de Partícula

Foi realizada no microscópio ótico, marca Zeiss, modelo Jenaual, com objetiva de aumento 25 e 40 vezes ou em objetiva de imersão de 100 vezes, sempre com optovar de aumento 1,25 vezes, fator de câmera 3,2 vezes e filmes de 35mm. As amostras de alíquotas retiradas das emulsões foram fixadas em lâminas empregando-se óleo de silicone como agente dispersante, para não danificar a estrutura das partículas. As amostras foram analisadas, sob luz comum e polarizada.

A determinação de tamanho de partículas foi feita por análise das imagens de microscopia através do software livre Image J v1.36b (CAVALLIERI E CUNHA, 2009). A distribuição de tamanho das micropartículas foi analisada através da construção de histogramas de distribuição de tamanho.

2.2.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As microcápsulas foram preparadas em fitas de carbono e conduzidas para a metalização com ouro sob as condições de: corrente 15 mA, pressão de vácuo 40mTorr, injeção de ar atmosférico e estabilização entre 50 e 70mTorr, tempo de deposição da camada do metal 120 segundos e espessura da metalização 250 Angston. A morfologia foi observada em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Jeol, JSM – 6610 equipado com EDS, Thermo Scientific NSS Spectral Imagins a 1500x de aumento e voltagem de 2,5 kV.

3 ANÁLISES

3.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DO MATERIAL DE PAREDE

3.1.1 Teor de umidade

As análises de umidade do concentrado proteico de soro do leite foram feitas em estufa a 105°C até peso constante, conforme o método recomendado pela AOAC (2006).

3.1.2 Teor de cinzas

Foi utilizado o método gravimétrico, determinando-se a perda do material, submetido a aquecimento em 550° C em mufla, até massa constante; resultado expresso em porcentagem (AOAC, 2006).

3.1.3 Teor de proteínas

A quantificação da proteína foi feita pela determinação do conteúdo de nitrogênio presente na amostra pelo método Kjeldhal usando o fator de 6,38, conforme o método AOAC (2006).

3.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DO MATERIAL DE RECHEIO

3.2.1 Cúrcuma em pó (*Curcuma longa* L.)

A cúrcuma em pó desidratada, da qual se extraiu o extrato contendo oleorresina de cúrcuma, foi caracterizada mensurando-se o conteúdo de umidade, cinzas, lipídeos, proteínas (AOAC, 2006).

3.2.2 Extrato contendo oleorresina de cúrcuma

O extrato contendo oleorresina de cúrcuma foi caracterizado de modo a determinar sua densidade, além de seus teores de sólidos totais e lipídeos (AOAC, 2006), curcumina (utilizando metodologia de espectrofotometria) e em termos de cor e aspectos reológicos.

3.2.1.1 Teor de curcumina da oleorresina de cúrcuma

O teor de curcumina presente no extrato contendo oleorresina de cúrcuma foi determinado por espectrofotômetro UV (Marca Jasco, Modeto V-630) com leitura em absorvância a 425 nm, de acordo com o método proposto por TAKAHASHI (1987).

Foram medidos, inicialmente, 0,714 mL da amostra de extrato contendo oleorresina de cúrcuma, em balança analítica, diretamente em balão volumétrico, recoberto por papel alumínio, de 100 mL. A amostra foi diluída em etanol 99,8% PA, a uma concentração de 0,007%, de modo que a leitura possa ser interpolada à curva padrão.

A curva padrão da curcumina foi construída utilizando-se o padrão de curcumina (Marca Sigma-Aldrich, obtida de *Cuorcuma longa* L.) com 70% de pureza. A solução padrão estoque foi preparada pesando-se 0,0077 g para balão volumétrico de 50 mL (0,154 mg/mL). Em seguida foram feitas sete diluições da solução padrão estoque que corresponderam às concentrações de: 0,015; 0,022; 0,030; 0,038; 0,045; 0,053; 0,061 mg/mL, que foram lidas em espectrofotômetro a 425 nm de absorvância.

Para o cálculo das concentrações (mg/mL) a média dos valores encontrados para as leituras da amostra forma comparados à curva padrão. O resultado foi expreso em mg de curcumina por 100 g da amostra.

3.2.1.2 Aspectos reológicos

Para a determinação das propriedades reológicas do extrato contendo oleorresina de cúrcuma foi utilizado um reômetro de tensão controlada (Marca: Anton Paar, Modelo: Physica MCR 101). A análise foi realizada em quintuplicata a uma temperatura de 25°C. As curvas de escoamento foram avaliadas em modo de deformação controlado, considerando o intervalo da taxa de deformação entre 0 – 300 (s⁻¹). As curvas de escoamento foram expressas pela relação tensão de cisalhamento (Pa) por taxa de deformação (s⁻¹), e os dados reológicos foram, posteriormente, ajustados aos modelos que melhor caracterizassem o comportamento do fluido (STEFFE,1996).

3.2.2 Óleo de canola

O óleo de canola foi caracterizado em termos de densidade e determinação de seus índices de acidez, saponificação e peróxido, conforme AOAC (2006).

3.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DAS MICROCÁPSULAS

Além de serem caracterizadas em termos de morfologia, através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), as cápsulas foram também caracterizadas em termos de umidade (AOAC, 2006) e atividade água (medição direta em aparelho Aqualab, DECAGON).

3.3.1 Determinação do teor de curcumina das microcápsulas

Para determinação do teor de curcumina nas microcápsulas foi necessário primeiro identificar a quantidade de óleo microencapsulado pelo método de Bligh-Dyer (1959).

A partir disso, sabendo-se que o extrato de oleorresina de cúrcuma foi quantificado pelo método estabelecido por TAKAHASHI (1987) foi possível obter o teor de curcumina presente nas microcápsulas, já que a fração lipídica presente nas mesmas é a detentora do pigmento referido.

3.3.2 Higroscopicidade

A determinação da higroscopicidade foi feita segundo a metodologia descrita (CAI e CORKE, 2000) com algumas modificações. Cerca de 1g- 1,5 g de micropartículas foram dispostas em um recipiente hermético contendo uma solução salina saturada de NaCl (75,29% UR) a 25°C. As amostras foram pesadas cada 24 horas e após atingirem o equilíbrio a higroscopicidade foi expressa como a quantidade de umidade absorvida por 100 g de sólidos secos (g/100g).

3.3.3 Rendimento da Microencapsulação

O rendimento da microencapsulação foi dado considerando-se a razão entre o peso final do pó seco e a massa inicial da emulsão.

3.3.4 Eficiência da Microencapsulação

A eficiência da microencapsulação foi dada pela razão da quantidade de óleo recuperado por grama de cápsula em relação ao óleo inicialmente inserido segundo método de extração a frio Bligh-Dyer (1959).

3.4 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA *IN VITRO*

A atividade antimicrobiana, contra *Salmonella choleraesuis* e *Aspergillus niger*, das amostras estudadas foi testada baseando-se no método de disco-difusão em ágar, segundo o National Commitee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS, 2003).

Para os ensaios, tanto as amostras dos extratos das microcápsulas quanto a amostra do extrato de oleorresina livre foram impregnadas em discos de papel de filtro estéreis, cortados em formato circular de 1 cm de diâmetro, e colocados sob luz ultra-violeta por 15 minutos. Placas de Petri de 90 mm de diâmetro foram adicionadas de 20 mL de meio base (Mueller-Hinton (MERK) para bactérias e Ágar Dextrose-Batata Acidificado (BDA, Acumedia) para fungos) e, após solidificação, 0,1 mL de culturas bacterianas padronizadas (106 UFC/mL) em escala McFarland foram inoculadas. Os discos impregnados foram depositados sobre os meios de cultura, e, em seguida, as placas foram incubadas a 35°C durante 48 horas e 25°C durante 5 dias, para *Salmonella choleraesuis* e *Aspergillus niger*, respectivamente. Os diâmetros dos halos de inibição foram medidos com régua e discos impregnados com álcool etílico 92% PA foram utilizados como controle (BOTRE et al., 2010). As análises foram realizadas em triplicata.

3.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Sobre os dados de simples caracterização não foi aplicada análise estatística. Os resultados obtidos para comparação entre as amostras estudadas foram avaliados considerando-se a análise de variância (ANOVA), e as diferenças entre as médias foram constatadas através do teste de Tukey, estabelecendo-se um nível de significância de 5% ($p < 0,05$).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DOS ENCAPSULADOS - MICROSCOPIA

4.1.1 Microscopia ótica e análise do tamanho de partícula

Foram apresentadas (Figura 2) as distribuições de frequências das medidas de diâmetro das microcápsulas de oleoresina de cúrcuma (MOC) e aglomerado de cúrcuma (MAC). As partículas produzidas tendo oleoresina de cúrcuma como núcleo apresentaram tamanhos médios de 2,5 μm , variando até 5 μm , apresentando uma distribuição normal. Já as partículas produzidas com o aglomerado de cúrcuma não apresentaram distribuição normal, apresentando diversidade nos tamanhos entre 2,5 μm e 20 μm . A análise do perfil de distribuição do tamanho de partículas da emulsão MOC obtidas demonstra uma distribuição monomodal, sugerindo uma distribuição uniforme de partículas e consequentemente, se esse comportamento for mantido ao longo do tempo, uma boa estabilidade da emulsão. Entretanto a distribuição do tamanho de partícula observado na emulsão MAC retrata uma distribuição bimodal, refletindo uma maior susceptibilidade da mesma em manter-se coesa e com bom perfil emulsificante, ao longo do tempo.

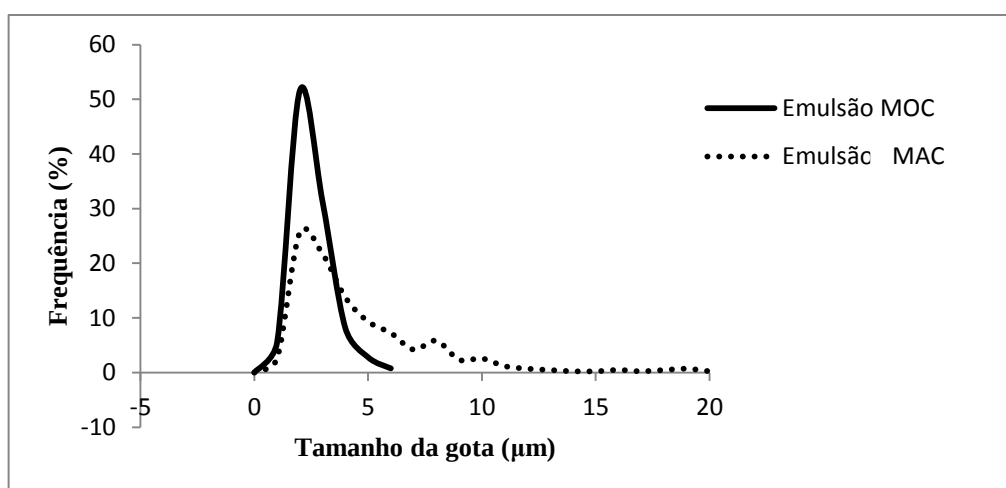


Figura 2. Histograma de análise do tamanho das partículas formadas na emulsão para obtenção das MOC e das MAC.

As partículas analisadas (Figuras 3 e 4) apresentaram movimento browniano, ou seja, um movimento aleatório das partículas que demonstra equilíbrio do sistema por não ter

tendência a colisões, com padrão esférico e sem aglomeração, configurando um bom modelo de emulsão a ser seca por spray drying.

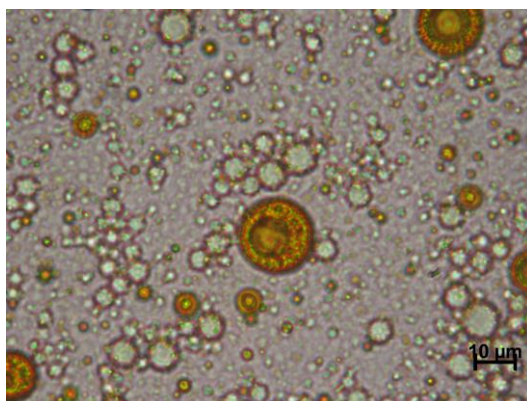


Figura 3. Fotomicrografia de partículas de oleoresina de cúrcuma em óleo de canola e WPC

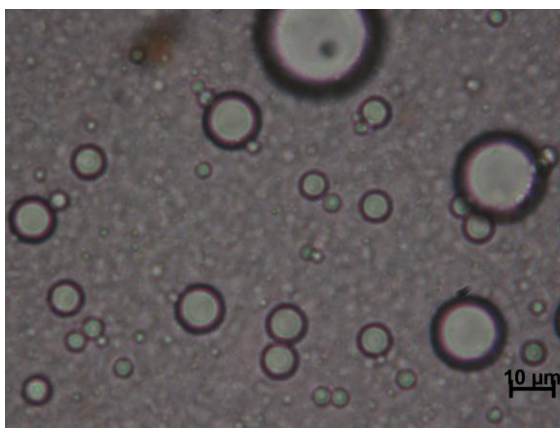


Figura 4. Fotomicrografia de partículas de aglomerado de cúrcuma em óleo de canola e WPC

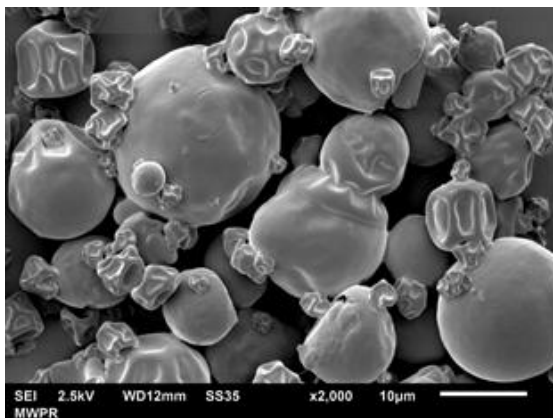
4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia interna e externa, porosidade e tamanho médio das micropartículas foram analisados empregando-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Observando a morfologia das cápsulas contendo óleo de canola e aglomerado de cúrcuma, obtido por filtração a vácuo, do extrato contendo oleoresina de cúrcuma (Figura 5),

notou-se que as mesmas possuem superfície lisa, apresentando aglomeração em alguns pontos. Algumas microcápsulas apresentaram-se murchas e outra (Figura 5b) apresentou rachaduras, fato que pode refletir alguma falha no processo de microencapsulação. Pode-se observar a formação da microcápsula com formato esférico, identificando-se bem a estrutura do material de parede e núcleo da mesma.

a)



b)

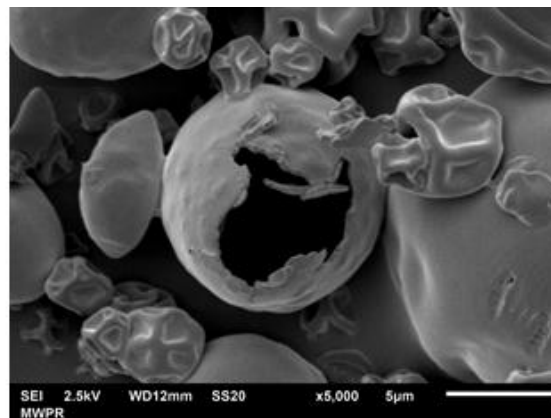


Figura 5. Microcápsulas de óleo de canola e aglomerado obtido por filtração do extrato contendo oleorresina de cúrcuma, constituídas por concentrado proteico de soro de leite. A imagem a) magnitude 2000x e imagem b) magnitude de 5000x.

Já as microcápsulas, com a suspensão óleo de canola e extrato contendo oleorresina de cúrcuma (Figura 6) como material de recheio, apresentaram superfície também esférica, porém mais irregular, com formação de vacúolos e fissuras, provavelmente gerados pela tentativa de expulsar o álcool ainda presente no extrato contendo oleorresina e/ou um possível indicativo da presença de óleo na superfície das cápsulas, uma vez que, sob vácuo, estes tendem a evaporação dando lugar às cavidades visualizadas através da MEV.

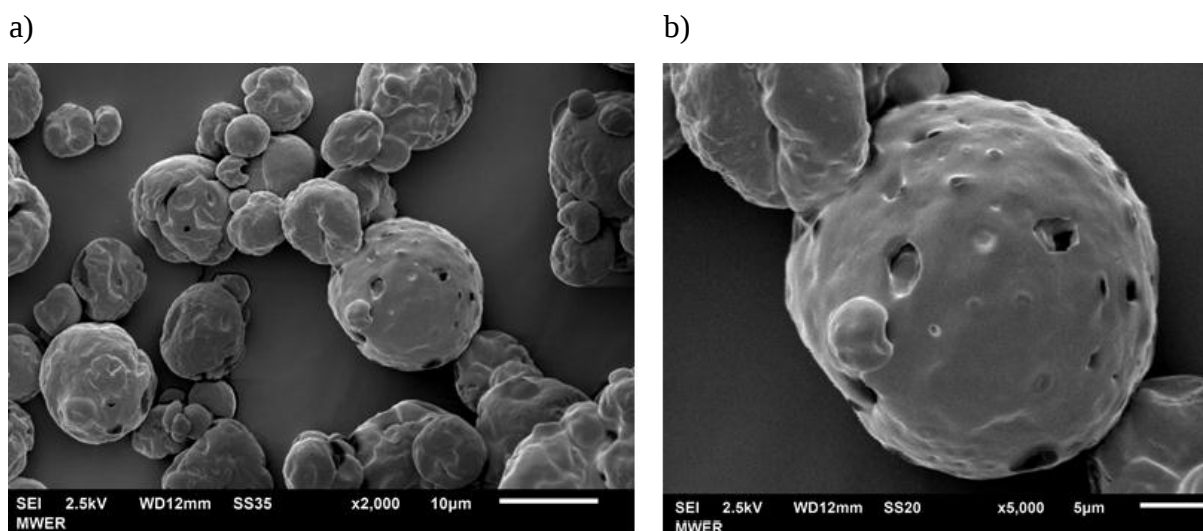


Figura 6. Microcápsulas de óleo de canola e extrato contendo oleorresina de cúrcuma, constituídas por concentrado proteico de soro de leite. A imagem a) magnitude 2000x e imagem b) magnitude de 5000x.

Portanto, uma boa esfericidade e ausência de cavidades (ou fissuras) indicam a formação de um filme contínuo na parede externa das micropartículas e podem justificar a maior eficiência de encapsulação (LEIMANN, 2008).

4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO MATERIAL DE PAREDE

Através do método de Kjeldahl obteve-se que o teor de proteína presente no concentrado proteico de soro de leite é de $67,74 \pm 0,02$ %, utilizando fator de correção fator de correção de ácido sulfúrico 0,1 N. A umidade determinada equivaleu-se a $8,48 \pm 0,07$ % e o teor de cinzas foi de $3,017 \pm 0,005$ %.

4.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO MATERIAL DE RECHEIO

4.3.1 Cúrcuma em pó (*Curcuma longa* L.)

A cúrcuma em pó desidratada submetida ao processo de percolação para extração da oleorresina de cúrcuma foi caracterizada e os resultados são apresentados a seguir (Tabela 1).

Tabela 1. Características da cúrcuma em pó desidratada

Análises	Teores (%)
Umidade	10,3495 ± 0,0018
Cinzas	7,0854 ± 0,0024
Lipídeos	11,4584 ± 0,0247
Proteína	4,7085 ± 0,0394

4.3.2 Extrato contendo oleorresina de cúrcuma

O extrato contendo oleorresina de cúrcuma foi caracterizado de modo a determinar sua densidade, teores de lipídeos e sólidos totais (Tabela 2) e curcumina, além dos seus aspectos reológicos.

Tabela 2. Caracterização do extrato de oleorresina

Extrato contendo oleorresina	
Densidade (g.mL ⁻¹)	0,96 ± 0,00005
Lipídeos (%)	9,67 ± 0,011
Sólidos Totais (%)	23,83 ± 0,121

4.2.2.1 Aspectos reológicos

Após aferição das medidas reológicas da amostra, verificou-se que a mesma se comportou como um fluido newtoniano, dada a relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação ($R^2 = 0,999$). Fluidos que apresentam esse tipo de comportamento, tem viscosidade constante, independente da taxa de deformação aplicada. O comportamento newtoniano está associado aos compostos de baixo peso molecular presentes na amostra que não oferecem resistência ao alinhamento molecular quando submetidos a escoamento em regime laminar.

A partir da análise realizada obteve-se um valor médio para viscosidade equivalente a $0,00516 \pm 0,0008$ Pa.s ou $5,16 \pm 0,80$ cP, com comportamento semelhante ao verificado no azeite de coco babaçu, que tem a viscosidade situada entre a curva da água e do óleo, sendo também um fluido com comportamento newtoniano, situando-se entre a água e o óleo quando comparados em termos de viscosidade (CASTRO.; BRAGA; MATA, 2002).

4.2.2.2 Teor de curcumina do extrato contendo oleorresina

A curva-padrão (Figura 1) foi construída com os parâmetros absorbância em UV (para a faixa de absorbância de 425 nm) e concentração (mg/mL) considerando-se o intervalo de linearidade para esta relação verificou-se uma boa correlação dos dados com coeficiente de determinação (R^2) de 0,9960.

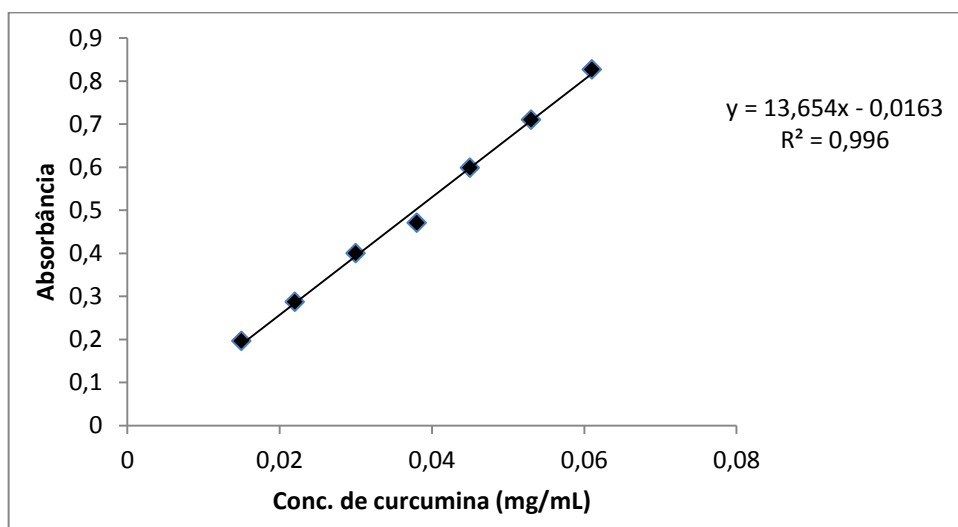


Figura 7. Curva padrão (concentração x absorbância) para pigmentos curcuminóides (expressos em curcumina)

Após a construção da curva-padrão e adaptação da metodologia, descrita anteriormente, foi possível realizar a análise da amostra (extrato alcoólico contendo oleorresina), verificou-se que o teor de curcumina foi de 0,04850 mg/mL, interpolando-se à curva-padrão. Diante disso, considerando-se a densidade do extrato, têm-se que a amostra contém 50,5936 mg curcumina/100g da amostra, resultado semelhante ao encontrado em outro estudo (GREEN et. al, 2008), que demonstrou que para extratos feitos a partir do rizoma seco, o teor de pigmentos curcuminóides varia de 56-48%.

4.2.3 Óleo de canola

Para a caracterização do óleo de canola, utilizado como material de recheio para as microcápsulas foram feitas as determinações de densidade índices de acidez, saponificação e peróxido (Tabela 3). O óleo apresentou densidade média equivalente a $0,9288 \pm 0,0003$, correspondendo ao estabelecido pelo regulamento técnico de identidade e qualidade de óleos vegetais refinados para óleo de canola.

Tabela 3. Características do óleo de canola

Análises	Índices
Índice de acidez	0,0870 ± 0,0065
Índice de saponificação	192,4035 ± 1,8807
Índice de peróxido	4,3895 ± 0,1625

Diante dos resultados obtidos o óleo de canola analisado foi classificado como óleo de canola tipo 1, enquadrando-se aos parâmetros estabelecidos pelo Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Óleos Vegetais Refinados (BRASIL, 2006).

4.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DAS MICROCAPSULAS

As microcapsulas foram caracterizadas em termos de umidade, atividade água (aw), (Tabela 4), teor de curcumina, higroscopicidade (Tabela 5), rendimento (Tabela 6) e eficiência da microencapsulação (Tabela 7)

Tabela 4. Resultados dos teores de umidade e atividade água das microcapsulas*

Análises	Microcapsulas Oleorresina de Cúrcuma (MOC)	Microcapsulas Aglomerado de Cúrcuma (MAC)
Umidade	1,78975 ± 0.0029 ^a	2,4394 ± 0,0143 ^b
Aw	0,380 ± 0,0108 ^a	0,230 ± 0,0207 ^b

*Letras iguais significam que não houve diferença estatística. Letras diferentes significam que ocorreu diferença significativa ao nível de 5%.

4.3.1 Determinação do teor de curcumina nas microcapsulas

O teor de curcumina retido nas microcapsulas foi determinado a partir do teor de curcumina presente no extrato de oleorresina de cúrcuma. É sabido que o referido extrato contém 50,5936 mg de curcumina/100g da amostra. Através de um método de extração a frio (Bigh-Dyer, 1959) determinou-se que a MOC contém 55,5464 ± 0,0314 % de fração lipídica e a MAC 24,8873 ± 0,0313 %. Diante desses resultados, sabendo-se que o conteúdo de lipídeos encontrado nas microcapsulas é justamente a parcela retentora de curcumina, tem-se que em

uma amostra de 0,2875 g de MPC e, equivalentemente, em 0,6220 g de MOC encontrou-se 0,0202 mg de curcumina.

4.3.2. Higroscopicidade

A higroscopicidade das amostras (Tabela 5) revelou que as microcápsulas produzidas são pouco higroscópicas apesar de terem como material encapsulante o concentrado proteico de soro do leite, material conhecido por ter uma moderada higroscopicidade, isto é, capacidade de absorver água. As amostras de MAC apresentaram higroscopicidade mais elevada, quando comparadas às amostras de MOC, provavelmente pelo fato de possuírem um menor conteúdo lipídico em seu núcleo, o que justifica a maior afinidade com a água.

As amostras estudadas apresentaram higroscopicidade inferior a microcápsulas, desenvolvidas em outro estudo, que continham maltodextrina como material encapsulante. Resultado inesperado, uma vez que a maltodextrina é um material com baixa higroscopicidade, sendo utilizada como agente carreador, no sentido de reduzir a higroscopicidade de produtos desidratados em *spray dryer* (TONON; BRABET; HUBINGER, 2009).

Tabela 5. Higroscopicidade MOC e MAC*

Amostras	Higroscopicidade (%)
MOC	5,9654 ± 0,0182 ^a
MAC	9,3948 ± 0,0072 ^b

*Letras iguais significam que não houve diferença estatística. Letras diferentes significam que ocorreu diferença significativa ao nível de 5%.

4.3.3 Rendimento da microencapsulação

Os resultados referentes ao rendimento do processo de microencapsulação estudado (Tabela 6) revelaram que para a produção das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma em óleo de canola (MOC) obteve-se um maior rendimento, quando comparado à produção das microcápsulas contendo aglomerado de cúrcuma suspenso em óleo de canola (MAC).

Tabela 6. Rendimento do processo de microencapsulação

Amostras	Rendimento (%)
MOC	76,5336
MAC	57,0820

4.3.4 Eficiência da microencapsulação

A eficiência de encapsulação foi realizada conforme metodologia descrita anteriormente e os resultados apresentados (Tabela 3) apontaram o processo de microencapsulação como bastante eficiente para as duas amostras estudadas, o que reforça a escolha do concentrado proteico de soro de leite (WPC) como um bom material encapsulante, adequado para ser usado num processo de secagem por atomização ou *spray drying*.

Tabela 7. Resultado da análise de eficiência da microencapsulação

Amostras	Eficiência (%)
MOC	99,6665 $\pm$ 0,0009 ^a
MAC	99,0146 $\pm$ 0,0014 ^a

*Letras iguais significam que não houve diferença estatística. Letras diferentes significam que ocorreu diferença significativa ao nível de 5%.

4.4 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA *IN VITRO* DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA DE CÚRCUMA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA

A atividade antimicrobiana das microcápsulas e do extrato de oleorresina de cúrcuma livre foi avaliada, através de método de difusão em ágar, contra *Salmonella choleraesuis* e *Aspergillus niger*. Em relação à *Salmonella* notou-se que tanto a MOC quanto a MAC apresentaram apenas ação bacterioestática. Já o extrato de oleorresina livre apresentou a formação de um pequeno halo de inibição (Figura 1). Esse resultado corrobora-se a outro estudo (SINGH et al., 2002b) que relatou que a atividade antimicrobiana para bactérias gram-negativas é menor, podendo estar associada ao fato destas possuírem uma membrana externa capaz de restringir a penetração de substâncias (GUL et al., 2004).

Quanto à ação das amostras estudadas contra o crescimento do fungo *A. niger* (Figura 2), pôde-se observar que apenas o extrato de oleorresina de cúrcuma livre apresentou atividade fungistática sobre o microorganismo inoculado, com formação de halo de inibição,

de cerca de 1 mm. Resultado semelhante ao observado por outro estudo (PERET-ALMEIDA, 2008) que apontou que o óleo essencial de cúrcuma teve ação antimicrobiana contra *Aspergillus niger* podendo ter essa ação aumentada com o aumento da concentração do agente antimicrobiana.

Baixa atividade antibacteriana e contra fungos patogênicos foi citada por estudos em relação a extratos da cúrcuma, mas os mesmos estudos relataram que o óleo da cúrcuma apresentou atividades bacteriostática e fungicida (TONNESSEN; KARLSEN, 1987; APISARIYAKUL et al., 1995).

Apesar dos dados ainda serem contraditórios, possivelmente devido a diferenças metodológicas, os resultados revelaram que o extrato de oleorresina de cúrcuma constituiu-se como um agente antimicrobiano em potencial. Muitos compostos poderiam ser responsáveis pela atividade antimicrobiana como fenóis, terpenos, aldeídos e cetonas, sendo que vários já foram identificadas no óleo de cúrcuma (OHSHIRO et al., 1990; MATA et al., 2004). A fração do óleo da cúrcuma detentora do maior percentual de ar-turmerona, apresentou maior atividade antimicrobiana (NEGI et al., 1999; LEE et al., 2003). Entretanto, novos estudos ainda são necessários para identificar quais seriam os compostos responsáveis pela ação antimicrobiana no óleo da cúrcuma produzido no Brasil.

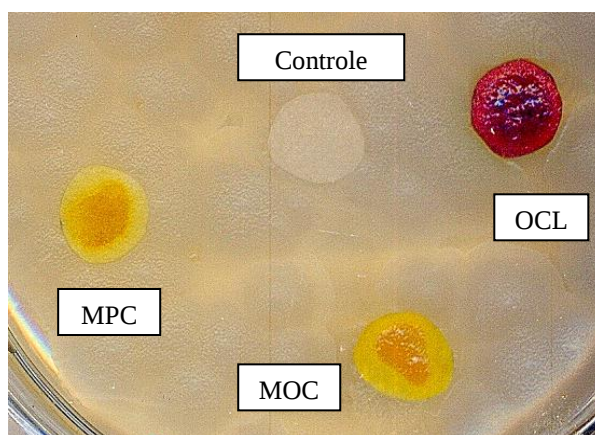


Figura 8. Discos de microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e pó de cúrcuma e oleorresina de cúrcuma livre sobre *Salmonella choleraesuis*

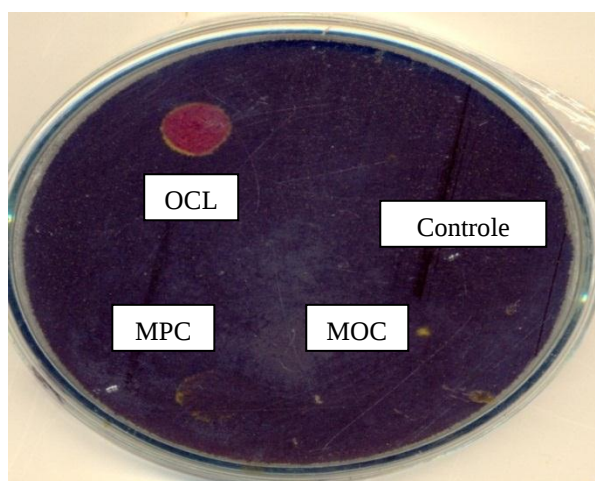


Figura 9. Discos de microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e pó de cúrcuma e oleorresina de cúrcuma livre sobre *Aspergillus niger*

5 CONCLUSÃO

A partir do estudo concluiu-se que o extrato alcoólico contendo oleorresina de cúrcuma pode ser utilizado como provável material que contenha as potencialidades conferidas pela curcumina, por seu teor de pigmentos curcuminóides, além de demonstrar facilidade e boa adaptação em qualquer modelo de aplicação, por se tratar de um fluido newtoniano.

O extrato de oleorresina de cúrcuma pode ser considerado um agente antimicrobiano em potencial levando-se em conta a sua concentração utilizada contra o agente patógeno. Tanto a microcápsula de oleorresina quanto a microcápsula de aglomerado de cúrcuma não apresentaram ação antimicrobiana contra o fungo *A. nigger*, mas contra a *Salmonella choleraesuis* apresentaram ação bacteriostática (apenas na superfície de contato);

A técnica de *spray drying* é considerada uma boa técnica para microencapsulação do extrato de oleorresina e do aglomerado de cúrcuma suspensos em óleo de canola, cujo processo pode ser considerado eficiente e de rendimento moderado.

REFERÊNCIAS

- AHN, J. H. ;KIM, Y. P. ; KIM, H. S. Effect of natural antioxidants on the lipid oxidation of microencapsulated seed oil. **Food Control**, Guildford, v.23, p.528-534, 2012.
- AOAC INTERNATIONAL. Official methods of analysis. 17 ed. Gaithersburg: **AOAC**, 2006.
- APISARIYAKUL, A.; VANITANAKON, N.; BUDDHASUKT, A. Antifungal activity of turmeric extract from *Curcuma longa* (Zingiberaceae). **Journal Ethnopharmacology**, v. 15, n.49,p. 163-169, 1995.
- BOTRE, D. A.; SOARES, N. F. F.; ESPITIA, P. J. P.; SOUSA, S.; RENHE, I. R. T. Avaliação de filme incorporado com óleo essencial de orégano para conservação de pizza pronta. **Revista Ceres**, Viçosa. v. 57, n.3, p. 283-291, 2010.
- BRASIL**. Ministério da Agricultura, Agropecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n.º49, de 22 de dezembro de 2006. Regulamento técnico de identidade e qualidade de óleos vegetais refinados. Diário oficial da União, Brasília-DF, de 26/12/2006, Seção 1, Página 140.
- CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p. 1248-1252, 2000.
- CASTRO, A. A.; BRAGA, M. A. D.; MATA, M. E. R. M. C. Comportamento reológico do azeite de coco babaçu em diferentes temperaturas. **Revista Brasileira Oleaginosas e Fibrosa**, Campina Grande, v.6, n.1, p.457-463, 2002.
- CAVALLIERI, A. L. F.; CUNHA, R. L. Cold-Set Whey Protein Gels with Addition of Polysaccharides. **Food Biophysics**, v.4, p.94–105, 2009.
- DE VOS, P. ; FAAS, M. M. ; SPASOJEVIC, M. ; SIKKEMA, J. Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. **International Dairy Journal**, v. 20, n. 4, p. 292–302, 2010.
- DRUSH, S. e MANNINO, S. Patent-based review on industrial approaches for the microencapsulation of oils rich in polyunsaturated fatty acids. **Trends in Food Science and Technology**, v.20, p. 237-244, 2009.
- FILHO, A. B. C.; SOUZA, R. J.; BRAZ, L. T.; TAVARES, M. Cúrcuma: Planta Medicinal, Condimentar e de Outros Usos Potenciais". **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 30, n. 1, p. 171-175, 2000.
- GOVINDARAJAN, V.S. Turmeric – chemistry, technology and quality. **CRC – Critical Review in Food Science and Nutrition**, v.12, n.3, p. 199 – 301, 1980.
- GUL, N.; MUJAHID T.Y.; JEHAN, N.; AHMAD, S. Studies on the antibacterial effect of the different fractions of *Curcuma longa* against tract infections isolated, **Pakistan Journal of Biological Sciences**, n. 7, v. 12, p. 2055-2060, 2004.

GREEN, C. E., HIBBERT, S. L., BAILEY-SHAW, Y. A., WILLIAMS, L. A. D., MITCHELL, S., GARRAWAY, E.. Extraction, Processing, and Storage Effects on Curcuminoids and Oleoresin Yields from *Curcuma longa* L. Grown in Jamaica. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, p. 3664–3670, 2008.

GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A. and SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview food research international. **Food Research International**, v. 40, p. 1107-1121, 2007.

KIM, D.S.H.L.; PARK, S.Y.; KIM, J.Y. Curcuminoids from *Curcuma longa* L. (Zingiberaceae) that protect PC 12 rat pheochromocytoma and normal human umbilical vein endothelial cells from β A(1-42) insult. **Neuroscience Letters**, v. 303, p. 57-61, 2001.

LEE, H.; CHOI, K.; CHO, K.; AHN, Y. Fungicidal activity of α -turmerone identified in *Curcuma longa* rhizome against six phytopathogenic fungi. **Agricultural Chemistry Biotechnology**, v. 46, n.1, p. 23-28, 2003.

LEIMANN, F. V.; GONCALVES, O.; MACHADO, R.; BOLZAN, A. Antimicrobial activity of microencapsulated lemongrass essential oil and the effect of experimental parameters on microcapsules size and morphology. **Materials Science & Engineering. C, Biomimetic Materials, Sensors and Systems**, p. 430, 2008.

MARTINS, M.C. **Obtenção e Avaliação de Curcumina a partir de Rizomas Secos de Cúrcuma (Curcuma Longa L.)**. Campinas, Brasil, 1993. 176 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos-Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1993.

MATA, A. R.; NELSON, D. L.; AFONSO, R. J. C. F.; GLÓRIA, M. B. A.; JUNQUEIRA, R. G. Identificação de compostos voláteis da cúrcuma empregando microextração por fase sólida e cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 24, n. 1, p. 151-157, 2004.

NCCL – **National Committee for Clinical Laboratory Standards. M2-A8/Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests**. 8.ed., v. 23, n. 1, 2003.

NEGI, P. S.; CHAUHAN, A. S.; SADIA, G. A.; ROHINISHREE, Y. S.; RAMTEKE, R. S. Antioxidant and antibacterial activities of various seabuckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) seed extracts. **Food Chemistry**, v. 12, p. 1180-1187, 2004.

OHSHIRO, M.; KUROYANAGI, M.; UENO, A. Structures of sesquiterpenes from *Curcuma longa*. **Phytochemistry**, v.29, n.7, p. 2201-2206, 1990.

PARTHASARATHY V. A.; CHEMPAKAM, B.; ZACHARIAH, T. J. **Chemistry of spices**, Kingslynn, p. 97–98, 2008.

PERÉ-ALMEIDA, L. Atividade antimicrobiana *in vitro* do rizoma em pó, dos pigmentos curcuminóides e dos óleos e dos essenciais da *Curcuma longa* L. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v.32, n.3, 2008.

SANTOS, A.B.; OLIVEIRA, S.P. Utilização de açafrão (*Curcuma longa* L.) como corante natural para alimentos. **Boletim da SBCTA**, Campinas, v.2, n. 25, p. 90, 1991.

SILVA, L.V.; NELSON, D.L.; DRUMOND, M.F.B.; DUFOSSE, L.; GLORIA, M.B.A. Comparison of hydrodistillation methods for the deodorization of turmeric. **Food Research International**, v. 38, p. 1087 - 1096, 2005.

SINGH, G.; SINGH, O.P.; MAURYA, S. Chemical and biocidal investigations on essential oils of some Indian curcuma species. **Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials**, v.45, p. 75 – 81, 2002 (a).

SINGH, R.; CHANDRA, R.; BOSE, M.; LUTHRA, P.M. Antibacterial activity of *Curcuma longa* rhizome extract on pathogenic bacteria. **Current Science**, v. 83, n. 6, p. 737–740, 2002(b).

STEFFE, J.F. **Rheological Methods in Food Process Engineering**, 2 ed. East Lansing: Freeman Press, 1996. 412p.

TAKAHASHI, M.Y. **Monografias de corantes naturais para fins alimentícios: padrões de identidade e qualidade**. 2. ed. São Paulo: M.Y. Takahashi, 1987. 17 p.

TÖNNESEN, H. H.; KARLSEN, J. Studies on curcumin and curcuminoids IX: investigation of the photobiological activity of curcumin using bacterial indicator systems. **Journal of Pharmaceutical Science**, Washington, v. 76, p. 373-373, 1987.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.29, n.2, p. 444-450, 2009.

WANG, Y.; LU, Z.; WU, H; LV, F. Study on the antibiotic activity of microcapsule curcumin against foodborne pathogens. **International Journal of Food Microbiology**, Nanjing, v.136 p. 71–74, 2009.

Artigo 2. DETERMINAÇÃO DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO DE ÁGUA E TEMPERATURAS DE TRANSIÇÃO VÍTREA DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA E DE AGLOMERADO DE CÚRCUMA (*CÚRCUMA LONGA L.*)

RESUMO

O estudo teve como objetivo avaliar a estabilidade das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e aglomerado de cúrcuma suspensos em óleo de canola e encapsulados em concentrado proteico de soro do leite, determinando suas isotermas de sorção, estabilidade térmica e temperatura de transição vítrea. Para tanto foram utilizadas microcápsulas contendo suspensões de oleorresina e aglomerado de cúrcuma em óleo de canola, tendo concentrado proteico de soro do leite como material encapsulante, obtidas pelo método de atomização por *spray drying*. As isotermas de sorção das microcápsulas foram determinadas em um gerador de isotermas com ajuste para os modelos GAB, BET de 2 parâmetros, Brunauer et. al e Oswuin. As análises térmicas pelas quais as microcápsulas foram submetidas foram: a técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial para a obtenção da curva de cristalização e determinação da temperatura de transição vítrea e termogravimetria para verificação da decomposição do pó de microcápsula frente ao aumento da temperatura. Diante do estudo conclui-se que: o modelo BET de 2 parâmetros foi o que melhor se ajustou para a microcápsula de oleorresina de cúrcuma; O modelo Brunauer foi o que melhor se ajustou para a microcápsula de aglomerado de cúrcuma na temperatura de 20°C e se mostrou semelhante ao BET de 2 parâmetros para a temperatura de 40°C, enquanto que o modelo GAB foi o que melhor se ajustou para a temperatura de 30°C.; as microcápsulas de oleorresina apresentaram boa estabilidade térmica sob temperaturas que não ultrapassassem 225°C e há indícios de que sua decomposição sob condições de ar atmosférico ocorra em 2 etapas; enquanto que as de aglomerado de cúrcuma apresentaram boa estabilidade sob temperaturas um pouco maiores, até 250°C, também com sinais de decomposição, em condições de ar atmosférico, em 2 etapas.

Palavras-chave: microcápsulas; cúrcuma; isotermas; adsorção; transição vítrea.

DETERMINATION OF WATER SORPTION ISOTHERMS AND GLASS TRANSITION TEMPERATURES OF OLEORESIN MICROCAPSULES OF CROWDED AND THE TURMERIC (*CURCUMA LONGA* L.)

ABSTRACT

The study aimed to evaluate the stability of the microcapsules and agglomerated turmeric oleoresin turmeric suspended in canola oil and encapsulated in protein concentrate whey, determining their sorption isotherms, thermal stability and glass transition temperature. To both suspensions were used microcapsules containing oleoresin turmeric and agglomeration of canola oil, whey protein concentrate and milk as encapsulating material, obtained by the method of atomization for spray drying. The sorption isotherms of the microcapsules were determined in a generator isotherm models with adjustment for the GAB, BET 2 parameters, Brunauer et. al and Oswuin. The thermal analysis by which the microcapsules were subjected were: Differential Scanning Calorimetry technique for obtaining crystallization curve and determining the glass transition temperature and thermogravimetric analysis to verify the decomposition of powder microcapsule due to increased temperature. Before the study concluded that: the 2-parameter BET model was the best fit for turmeric oleoresin microcapsule; Brunauer model was the best fit for the microcapsule cluster of turmeric at 20 ° C and was similar to BET of two parameters to 40 ° C, while GAB model was better adjusted to the temperature 30 ° C.; microcapsules oleoresin showed good thermal stability at temperatures which did not exceed 225 ° C and there is evidence that their decomposition under conditions of atmospheric air occurs in two steps, whereas the agglomerated turmeric showed good stability under temperatures slightly higher, up to 250 ° C, also with signs of decomposition under conditions of atmospheric air in two steps.

Keywords: microcapsules; turmeric, isotherms, sorption, glass transition.

1 INTRODUÇÃO

Substâncias naturais encontradas em plantas, os fitoquímicos derivados de componentes dietéticos, têm despertado grande interesse público e científico, por terem grande potencial antioxidante e seu uso associado ao combate de doenças, especialmente as duas mais comuns causas de morte no mundo desenvolvido, doenças cardiovasculares e câncer (SHARMA; GESCHER; STEWARD, 2005).

Dentre esses fitoquímicos destaca-se a cúrcuma (*Curcuma longa* L.), uma das especiarias mais populares dentre as que contêm antioxidantes naturais (TUBA; ILHAMI, 2008), que pode também ser denominada açafrão, açafrão-da-índia, açafrão-da-terra, açafroa, açafroeira, açafroeiro-da-índia, batata-amarela, gengibre-amarelo, gengibre-dourada e mangarataia (LORENZI; MATOS, 2002). Dos rizomas da cúrcuma, o produto mais industrializado é a cúrcuma em pó, seguido da curcumina purificada e da oleorresina de cúrcuma (FILHO et al., 2000).

A oleorresina de cúrcuma tem como função principal colorir os alimentos e, como função secundária, fornecer aroma condimentado a determinados alimentos, como mostarda e picles (GOVINDARAJAN, 1980; ROSENGARTEN, 1973). Seu principal componente, responsável por sua coloração é a curcumina (1,7-bis (4-hidroxi-3-metoxifenil)-1,6-heptadieno-3,5-diona), um pó cristalino amarelo-laranja, insolúvel em água e éter, mas solúvel em etanol e ácido acético glacial. Álcool etílico e acetona têm sido indicados como bons solventes. Apresenta em sua composição, 30-55% de pigmentos curcuminóides e 15-25% de óleo volátil (SILVA et al., 2005).

Apesar de apresentar inúmeras vantagens em relação à cúrcuma em pó, a oleorresina é um produto sensível à luz, ao calor, ao oxigênio e a variações de pH, além de ser insolúvel em água. Por causa desta sensibilidade, a adição de cúrcuma em formulações alimentícias pode ser limitada, pelo provável comprometimento de suas propriedades funcionais. A fim de solucionar esta limitação, a indústria de alimentos pode investir na microencapsulação (FAVARO-TRINDADE et al., 2008), técnica que pode proteger os elementos funcionais presentes no alimento.

O método de microencapsulação baseia-se na preparação de uma emulsão entre o composto a ser encapsulado (composto bioativo) e o agente encapsulante (proteínas e/ou polissacarídeos), seguido da secagem da emulsão por atomização para a formação do

envoltório de revestimento (FAVARO-TRINDADE et al., 2008). Normalmente, o produto microencapsulado torna-se mais estável, o que permite um aumento significativo da vida de prateleira (AUGUSTIN; HEMAR, 2009).

A preocupação em se determinar o conteúdo de água presente nos alimentos está associada ao fato desse importante constituinte estar diretamente associado ao processo de degradação dos mesmos. Produtos armazenados em atividades de água elevadas apresentam valores consideráveis de mobilidade molecular e de coeficiente de difusão, o que consequentemente, acelera a velocidade dos processos oxidativos (AL-MUHTASEB; MCMINN; MAGEE, 2002).

Outro fator importante a ser considerado é a temperatura de transição vítrea (T_g), que é definida como a temperatura em que materiais amorfos passam do estado vítreo para o rugoso. Temperaturas superiores à T_g provocam uma série de mudanças, tais como: aumento do volume livre e do calor específico e diminuição da viscosidade aparente, condições favoráveis para reações oxidativas. Além disso, essa situação afeta também as características sensoriais, conferindo agregação, alteração na viscosidade, colapso da microcápsulas entre outras alterações que diminuem a qualidade do produto (FRASCARELI et al., 2012).

A partir do exposto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a estabilidade das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e aglomerado de cúrcuma suspensos em óleo de canola, encapsulados em concentrado proteico de soro do leite, determinando suas isotermas de sorção, estabilidade térmica e temperatura de transição vítrea.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 MATERIAIS

Microcápsulas contendo suspensões de oleorresina de cúrcuma (MOC) e aglomerado de cúrcuma (MAC) em óleo de canola, tendo concentrado proteico de soro do leite como material encapsulante, obtidas pelo método de atomização por *spray drying*.

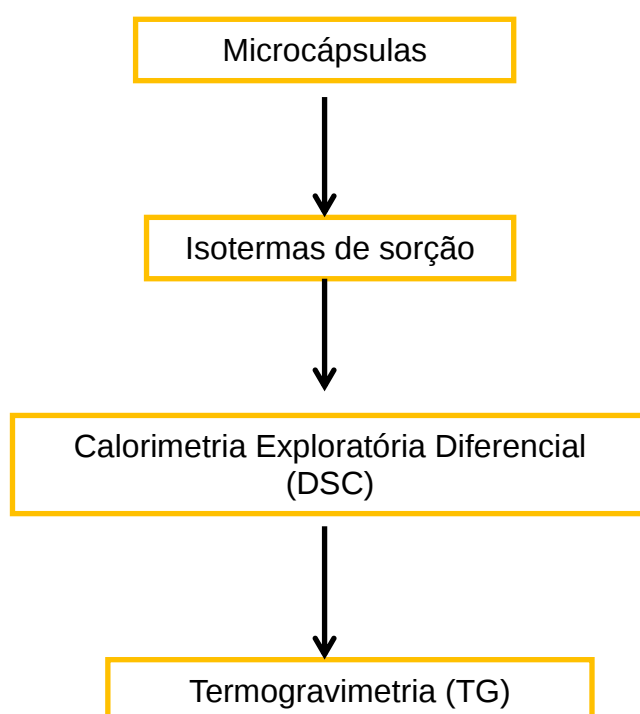


Figura 1. Fluxograma de execução do experimento

2.2 MÉTODOS

2.2.1 Determinação das Isotermas de Sorção

As isotermas de sorção das microcápsulas de oleorresina e das microcápsulas de aglomerado de cúrcuma suspensos em óleo de canola foram determinadas em um gerador de isotermas (modelo Aquasorp, marca Decagon, Deivis, EUA) com o auxílio do programa SorpTrac Software versão 1.14. As isotermas foram obtidas com o fluxo de água igual a 300

mL.min⁻¹ e sob condição de temperaturas controladas. O intervalo de atividade de água estabelecido para a determinação das isothermas de sorção das microcápsulas foi de 0,1 a 0,85, sendo realizado para três temperaturas: 20°C, 30°C e 40°C. Os modelos matemáticos usados para o ajuste das isothermas foram GAB, BET, Brunauer et. al e Oswin. Antes do início dos ensaios, a umidade do pó de microcápsula foi determinada pelo método gravimétrico em estufa a 105°C até peso constante, em triplicata.

2.2.2 Estabilidade Térmica

As análises térmicas das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma e pó de cúrcuma foram realizadas no Laboratório de Métodos de Extração e Separação, Instituto de Química/UFG. As microcápsulas foram submetidas à técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para a obtenção da curva de cristalização (energia envolvida) e determinação da temperatura de transição vítrea, parâmetro essencial para estudo de estabilidade oxidativa. A estabilidade térmica das microcápsulas foi realizada pela Termogravimetria (TG) para verificação da decomposição do pó de microcápsula frente ao aumento da temperatura.

2.3 ANÁLISES TÉRMICAS

2.3.1 Ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

As curvas DSC das microcápsulas foram feitas em calorímetro (modelo DSC 882e, marca Mettler Toledo), controlado pelo software Stare SW versão 10.0. O instrumento foi calibrado por índium (ponto de fusão= 156,61°C, entalpia de fusão= 216,73J.g⁻¹) e n-dodecano (ponto de fusão= -9,65°C, entalpia de fusão= 28,45J.g⁻¹). As microcápsulas (8-10mg) foram pesadas em cadinhos de alumínio de tampa aberta e as curvas DSC das microcápsulas foram obtidas a partir da redução da temperatura a -60°C, seguida de aquecimento até 250°C, sob a taxa de congelamento de 2°C.min⁻¹. O nitrogênio seco foi injetado na célula do calorímetro sob a taxa de fluxo igual a 50 cm³.min⁻¹.

2.3.2 TERMOGRAVIMETRIA (TERMOGRAVIMETRIA)

As curvas de estabilidade térmica TG foram obtidas usando equipamento (modelo TG/SDTA 851e, marca Mettler Toledo). As microcápsulas (8-10mg) foram pesadas em cadinhos de alumínio de tampa aberta e aquecidas com temperatura inicial de 25°C até 650°C,

sob uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$. As análises foram realizadas utilizando duas atmosferas dinâmicas: nitrogênio e ar atmosférico com vazão de $50 \text{ mL}.\text{min}^{-1}$.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 DETERMINAÇÃO DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO

As curvas de isotermas de adsorção de umidade das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma (MOC) (Figura 2) e aglomerado de cúrcuma (MAC) (Figura 3) suspensos em óleo de canola, tendo concentrado proteico de soro do leite como material encapsulante, foram determinadas nas temperaturas de 20°C, 30°C e 40°C. Avaliando primeiramente as isotermas da microcápsula de oleorresina de cúrcuma, constatou-se que o comportamento apresentado foi típico do tipo II e que elas foram semelhantes sob as temperaturas estudadas, a partir de um valor de atividade água (a_w) 0,5, sendo que, com o aumento da temperatura, diminuiu a tendência da capacidade de absorção de água pelo pó da microcápsula.

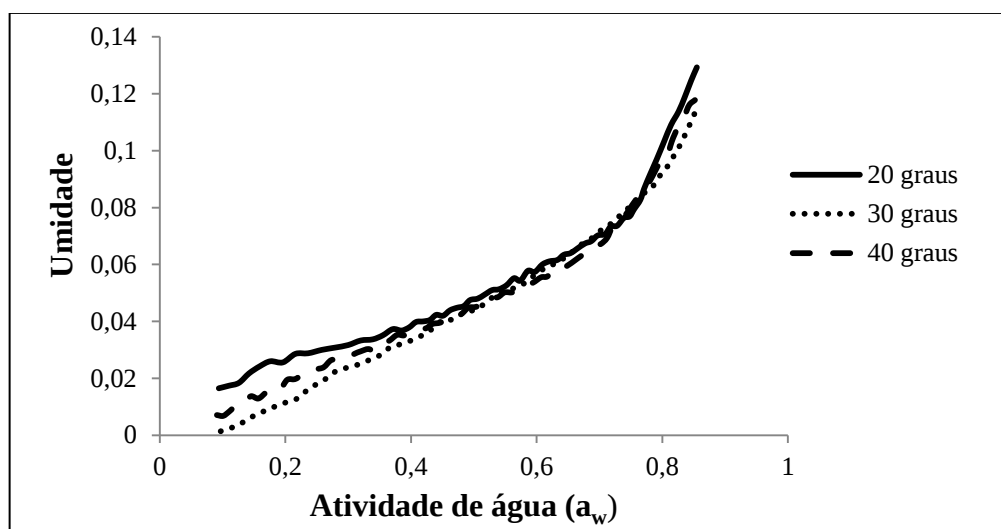


Figura 2. Isotermas de adsorção de água das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma em concentrado proteico de soro de leite determinadas a 20°C, 30°C e 40°C.

Os parâmetros de ajustes dos modelos de isotermas das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma, coeficientes de correlação e os erros médios foram apresentados (Tabela 1).

Tabela 1. Parâmetros dos ajustes dos modelos isotermas de adsorção das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma, os coeficientes de correlação (R^2) e os erros médios relativos (%E)

Modelo	Parâmetro	UMIDADE (g/g)		
		20°C	30°C	40°C
GAB	X_m	0,8916	0,2159	0,1199
	C_{GAB}	0,0714	0,3605	0,4583
	K_{GAB}	0,7085	0,4312	0,5199
	R^2	1	0,9997	0,999
	$E(\%)$	11,1203	8,1981	8,4195
BET (2 Parâmetros)	X_m	0,1194	0,1902	0,2683
	C_{BET}	0,3251	0,2064	0,1332
	R^2	0,9897	0,9818	0,9744
	$E(\%)$	6,2271	5,4035	5,0330
Brunauer et al.	X_m	0,2705	0,1944	0,1274
	C_{BET}	0,1388	0,1993	0,2777
	n	68,5510	58,5656	83,8451
	R^2	0,9878	0,9812	0,9738
	$E(\%)$	6,1305	5,3972	5,0238
Oswin	A	0,0341	0,0373	0,0330
	B	0,3156	0,3415	0,4866
	R^2	0,9959	0,9948	0,9886
	$E(\%)$	7,4977	6,5843	6,3919

Analizando os dados apresentados, verificou-se que os coeficientes de correlação (R^2) revelaram um bom ajuste dos modelos GAB, para todas as temperaturas, e Oswin, para 20°C e 30°C, em relação às isotermas de adsorção das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma com valores maiores que 0,99. Entretanto, para os modelos Oswin na temperatura de 40°C, Brunauer e BET de 2 parâmetros nas três temperaturas, notou-se que o ajuste não foi tão bom, com coeficientes de correlação chegando próximo de 0,97.

Contudo, considerando-se os menores valores do erro médio relativo (E), percebeu-se que o modelo Brunauer foi o que melhor se ajustou para as isotermas de adsorção das microcápsula em todas as temperaturas, seguido do modelo BET de 2 parâmetros.

Em relação ao conteúdo de umidade na monocamada (X_m) pôde-se constatar que para as temperaturas de 20°C e 30°C foi maior pelo modelo de GAB e, na temperatura de 40°C maior pelo modelo de BET de dois parâmetros.

Comparando-se os modelos estudados verificou-se que o modelo BET de 2 parâmetros foi o que melhor se ajustou para a amostra estudada, tendo em vista os maiores valores de correlação (R^2) e os menores valores de erro médio relativo (E).

Quanto às microcápsulas de aglomerado de cúrcuma suspenso em óleo de canola, as curvas das isotermas de adsorção (Figura 2) apresentaram comportamento um pouco diferente ao verificado no outro tipo de microcápsula estudado. Visualizou-se, também comportamento típico do ajuste de tipo II, porém, foi possível notar que, com o aumento da temperatura houve também aumento da tendência à absorção de água.

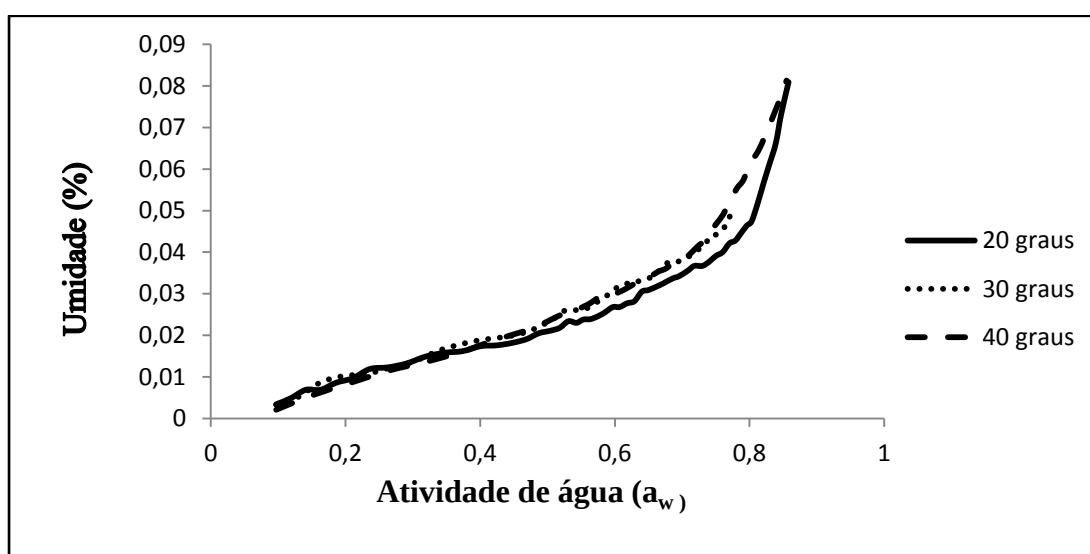


Figura 3. Isotermas de adsorção de água das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma em concentrado proteico de soro de leite determinadas a 20°C, 30°C e 40°C.

Os parâmetros de ajustes dos modelos de isotermas das microcápsulas de oleorresina de cúrcuma, coeficientes de correlação e os erros médios foram apresentados (Tabela 2).

Tabela 2. Parâmetros dos ajustes dos modelos isotermas de adsorção das microcápsulas de pó de cúrcuma, os coeficientes de correlação (R^2) e os erros médios relativos (%E)

Modelo	Parâmetro	UMIDADE (g/g)		
		20°C	30°C	40°C
GAB	Xm	0,8997	0,2765	0,8764
	CGAB	0,1346	0,4386	0,1350
	KGAB	0,7444	0,4630	0,7178
	R^2	1	0,9995	1
	E(%)	10,5545	12,4346	6,3741
BET (2 Parâmetros)	Xm	0,0674	0,1490	0,0990
	CBET	1,3308	0,4993	0,8362
	R^2	0,9953	0,9884	0,9932
	E(%)	9,5792	15,9886	4,6649
Brunauer et al.	Xm	1,9318	0,0210	0,8520
	CBET	0,0475	1,6508	0,0975
	n	98,5408	6,4981	40,7556
	R^2	0,9972	0,9328	0,9932
	E(%)	9,4408	16,0357	4,6649
Oswin	A	0,0916	0,0692	0,0812
	B	0,0837	0,3280	0,1790
	R^2	0,9997	0,9954	0,9989
	E(%)	10,0670	13,8717	5,6506

Em relação aos valores apresentados observou-se que os coeficientes de correlação (R^2) revelaram um bom ajuste para os modelos GAB e Oswin, para todas as temperaturas, e para BET de 2 parâmetros e Brunauer nas temperaturas de 20°C e 40°C.

Tendo em vista os menores valores do erro médio relativo (E), percebeu-se que o modelo Brunauer foi o que melhor se ajustou para as isotermas de adsorção das microcápsula na temperatura de 20°C e se mostrou semelhante ao BET de 2 parâmetros para a temperatura de 40°C, enquanto que o modelo GAB foi o que melhor se ajustou para a temperatura de 30°C. Quanto ao conteúdo de umidade na monocamada (X_m) foi constatado que, para todas as temperaturas foi menor pelo modelo de BET de dois parâmetros.

Foram apresentadas as isotermas de adsorção para as MOC com os valores práticos e os teóricos nas temperaturas de 20°C, 30°C e 40°C, respectivamente (ANEXO 1).

Analisando as curvas obtidas, observou-se que as isotermas de adsorção das MOC nas três temperaturas citadas apresentaram formato sigmoide (Tipo II), segundo a classificação de BET (AL-MUHTASEB; MCMINN; MAGEE, 2002), semelhante ao padrão verificado em outro estudo com microcápsulas de óleo de café em isolado proteico de soro de leite e maltodextrina (FRASCARELI et al., 2012a). As isotermas de adsorção para as MAC com os

valores práticos e os teóricos nas temperaturas de 20°C, 30°C e 40°C, respectivamente foram apresentadas (ANEXO 2).

A partir da análise das curvas observa-se um formato sigmoidal, sendo também classificadas como tipo II, corroborando os dados teóricos. Esse comportamento foi semelhante ao de outro estudo (COMUNIAN et al., 2011), que avaliou isotermas de adsorção de microcápsulas de clorofilida em goma arábica, maltodextrina ou isolado proteico de soja. O comportamento verificado para ambas as amostras pode estar associado com a estrutura química do material de parede, uma vez que a proteína do soro de leite tem menos grupos hidrofílicos disponíveis para interação com a água, sendo menos higroscópico quando comparado a materiais polissacarídicos como, por exemplo, a goma arábica (FRASCARELI et al., 2012a).

3.2 ANÁLISES TÉRMICAS

3.2.1 Ensaios de Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)

A análise de calorimetria diferencial exploratória é utilizada para determinar as mudanças de estado físico, como cristalização ou fusão, sendo bastante difundida estudos de estabilidade de microcápsulas para determinação do intervalo de temperatura em que ocorre a transição vítrea.

As curvas de DSC das microcápsulas de oleorresina e das microcápsulas de aglomerado de cúrcuma suspensos em óleo de canola estão apresentadas (ANEXO 3), e após avaliação das mesmas pôde-se observar que se trata de um processo exotérmico para MOC, com pico em torno de 150°C e endotérmico para MAC, com pico em torno de 138°C.

3.2.2 Termogravimetria (TG)

Análises de termogravimetria (TG) foram realizadas e evidenciaram a perda de massa das microcápsulas de oleorresina e de aglomerado de cúrcuma (ANEXO 4). Observou-se que MOC apresentou indícios de duas etapas de decomposição térmica, a primeira entre 0 e 400°C, e a segunda entre 400°C e 600°C, entretanto os resultados precisam ser reforçados por mais análises.

4 CONCLUSÕES

Tendo em vista o estudo realizado concluiu-se que o modelo BET de 2 parâmetros foi o que melhor se ajustou para a microcápsula de oleoresina de cúrcuma, enquanto que o modelo de Brunauer et. al foi o que melhor se ajustou para a microcápsula de aglomerado de cúrcuma na temperatura de 20°C e mostrando-se semelhante ao modelo BET de 2 parâmetros para a temperatura de 40°C. O modelo de GAB foi o que melhor se ajustou para a temperatura de 30°C.

As microcápsulas de oleoresina de apresentaram boa estabilidade térmica sob temperaturas que não ultrapassassem 225°C e há indícios de que sua decomposição, sob condições de ar atmosférico, ocorrerá em 2 etapas. Já as microcápsulas de aglomerado de cúrcuma apresentaram boa estabilidade sob temperaturas de até 250°C, com indícios de decomposição também em duas etapas, entretanto são necessários novos estudos, como por exemplo a aplicação da derivada de termogravimetria (DTG) e análise dos padrões das amostras estudadas para se concluir a caracterização térmica das amostras tratadas.

REFERÊNCIAS

- AL-MUHTASEB, A. H. .; MCMINN, W. A. M. .; MAGEE, T. R. A. Moisture sorption isotherm characteristics of food products : a review. **Trans ICheme**, v. 80, p. 118-128, 2002.
- AUGUSTIN, M. A., HEMAR, Y. Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. **Chemical Society Reviews**, v.38, p. 902–912, 2009.
- COMUNIAN, T. A.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; THOMAZINI, M.; BALIEIRO, J. C. C.; PICCONE, P.; PITTIA, P.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried chlorophyllide, a natural food colourant, using gum Arabic, maltodextrin and soy protein isolate-based carrier systems. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 46, p.1259–1265, 2011.
- FAVARO-TRINDADE, C. S.; PINHO, S. C.; ROCHA, G. A. Revisão: microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 11, p. 103-112, 2008.
- FRASCARELI, E. C.; SILVA, V. M.;TONON, R. V.; HUBINGER, M. D. Determination of critical storage conditions of coffee oil microcapsules by coupling water sorption isotherms and glass transition temperature. **International Journal of Food Science e Technology**, v. 47, n. 5, p. 1044-1054, 2012a.
- FILHO, A. B. C.; SOUZA, R. J.; BRAZ, L. T.; TAVARES, M. Cúrcuma: Planta Medicinal, Condimentar e de Outros Usos Potenciais". **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 30, n. 1, p. 171-175, 2000.
- GOVINDARAJAN, V. S. Turmeric-Chemistry, Technology and Quality. **Food Science Nutrition**. v.12, n.3, p.199-301, 1980.
- LORENZI, H. E.; MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil/ Nativas e exóticas**. Nova Odessa, Instituto Plantarum. 512 p, 2002.
- ROSENBERG, M.; TALMON, Y.; KOPELMAN, I. J. Factors affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 36, p. 1288-1294, 1990.
- ROSERGARTEN, F. J. The Book of Spices. Pyramid Communications, New York, 1973.
- SILVA, L. V., NELSON, D. L., DRUMMOND, M. F. B., DUFOSSE, L. e GLÓRIA, M. B. A. Comparison of hydrodistillation methods for the deodorization of turmeric. **Food Research International**, 8–9, p.1087–1096, 2005.
- SHARMA, R. A.; GESCHER, A. J.; STEWARD, W. P. Curcumin: the story so far. **European Journal of Cancer**, v. 41, n.13, p. 1955–1968, 2005.
- TONON, R. V.; BARONI, A.F.; BRABET, C.; GIBERT, O.; PALLET, D.; HUBINGER, M. D. . Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 3-4, p. 215-221, out. 2009.

TUBA, A., ILHAMI, G. Antioxidant and radical scavenging properties of curcumin. **Journal of Chemico-Biological Interactions**, v. 174, p. 27–37, 2008.

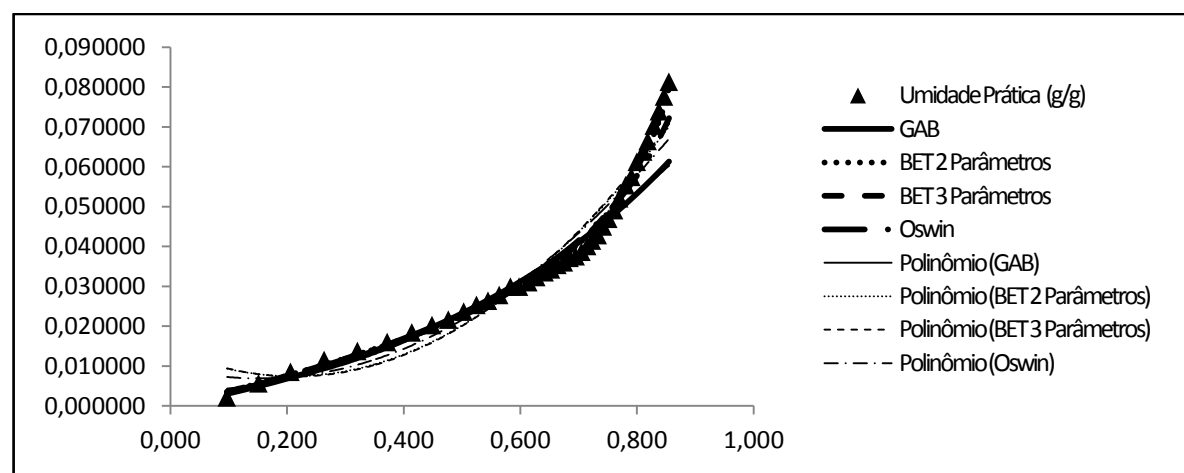
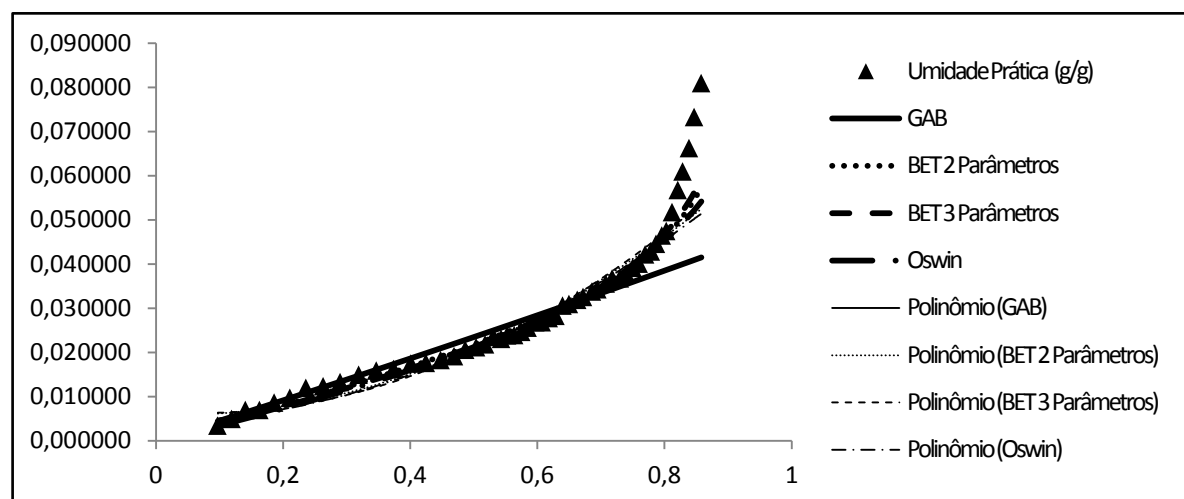
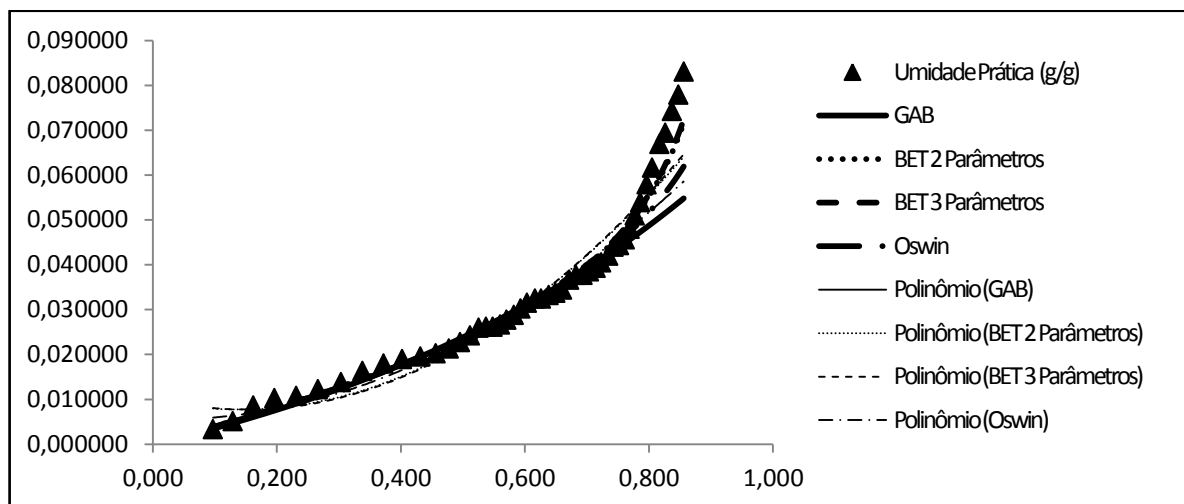
CONCLUSÃO GERAL

Considerando-se os dados avaliados no presente estudo foi possível concluir que:

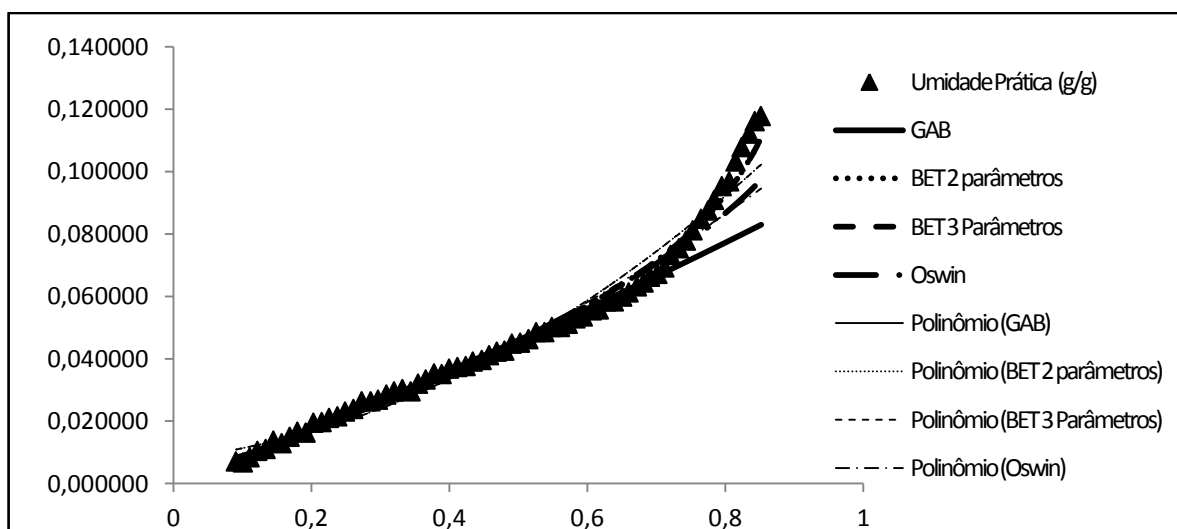
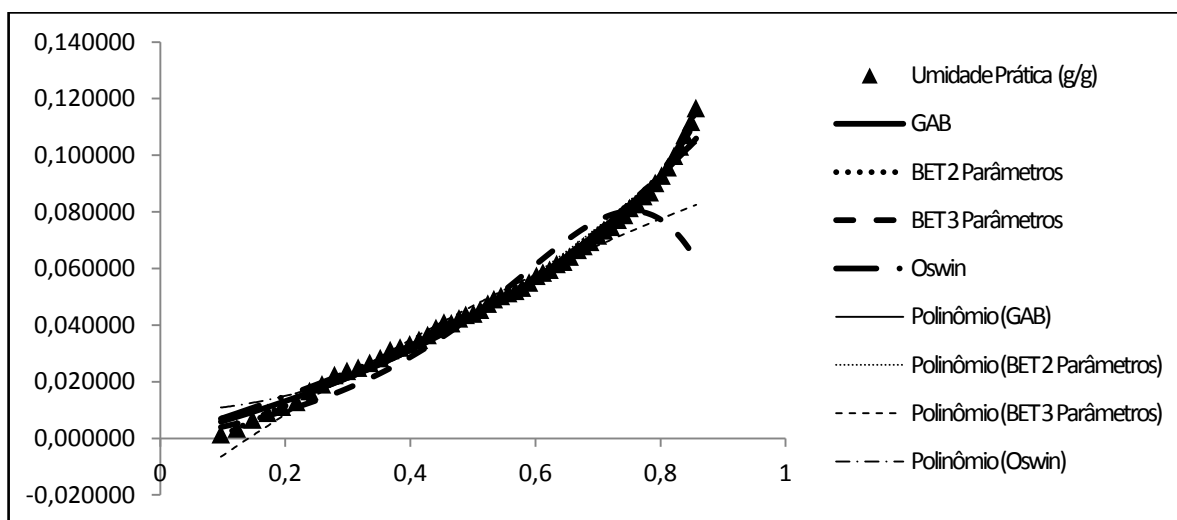
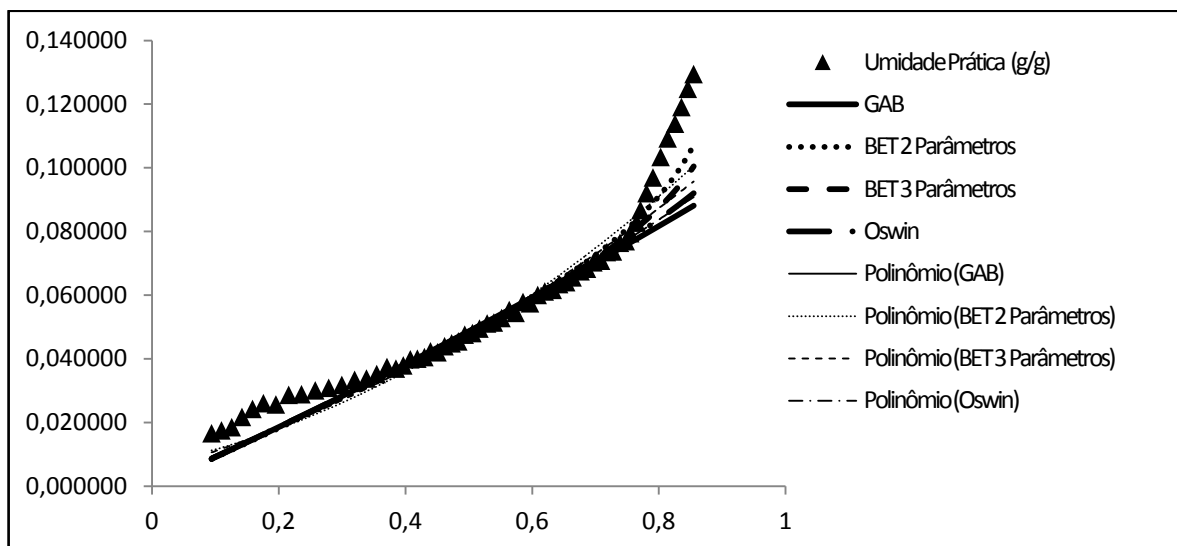
- O método de secagem por spray *dryer* constitui-se como uma metodologia adequada para a secagem de microcápsulas contendo oleorresina de cúrcuma e pó de cúrcuma em óleo de canola, em concentrado proteico de soro do leite;
- Dentre os núcleos estudados, a oleorresina de cúrcuma revelou-se como um agente antimicrobiano em potencial, levando-se em consideração a concentração a ser utilizada para inibição patogênica;
- As microcápsulas apresentaram bom comportamento quando submetidas às análises térmicas e de adsorção de água.
- Mais estudos devem ser realizados a fim de elucidar conclusivamente os aspectos abordados sobre as microcápsulas e o extrato desenvolvidos.

ANEXOS

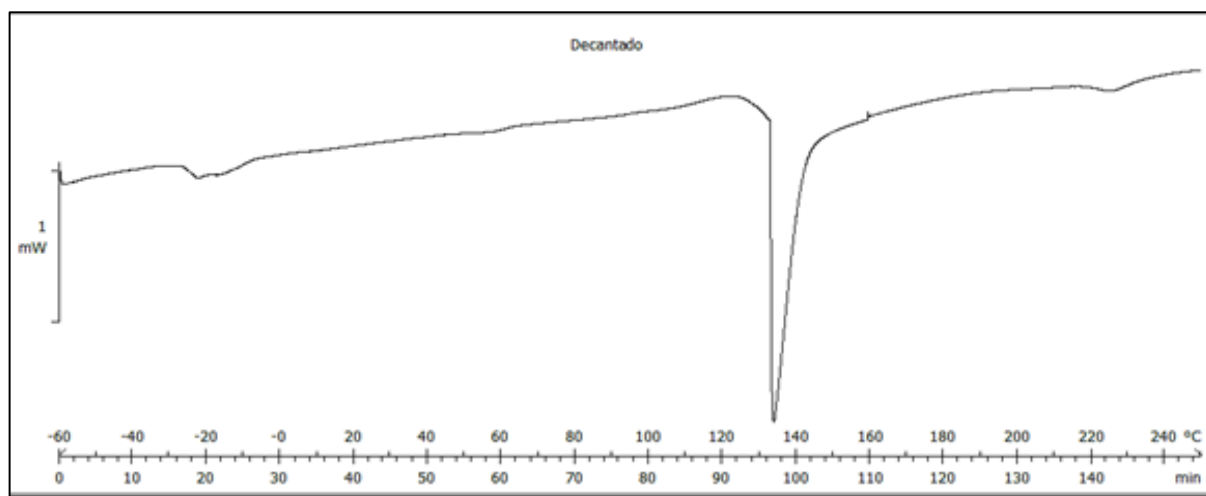
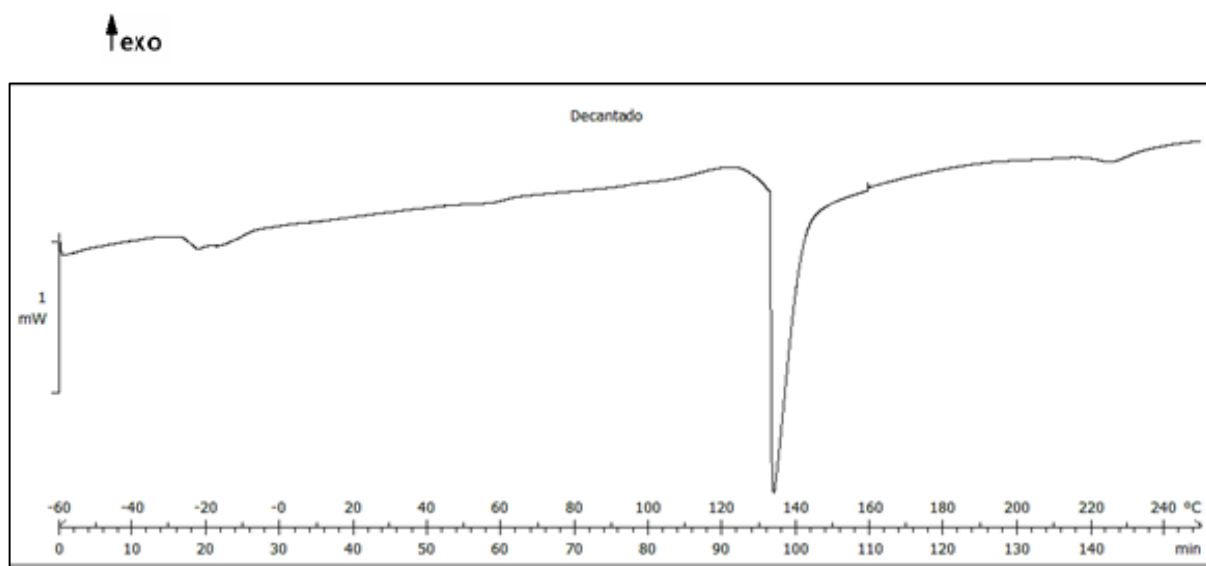
ANEXO 1 - ISOTERMAS DE ADSORÇÃO DE MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA DE CÚRCUMA PARA OS MODELOS GAB, BET, BRUNAUER E OSWIN A 20, 30 E 40°C, RESPECTIVAMENTE.



ANEXO 2 - ISOTERMAS DE ADSORÇÃO DE MICROCÁPSULAS DE AGLOMERADO DE CÚRCUMA PARA OS MODELOS GAB, BET, BRUNAUER E OSWIN A 20, 30 E 40°C, RESPECTIVAMENTE.



ANEXO 3 - CURVAS DSC DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA E AGLOMERADO DE CÚRCUMA, RESPECTIVAMENTE.



ANEXO 4 – CURVAS DE ESTABILIDADE TÉRMICA TG DAS MICROCÁPSULAS DE OLEORRESINA E DE AGLOMERADO DE CÚRCUMA, RESPECTIVAMENTE.

↑ exo

