



ISADORA SIMÃO E SOUZA

**ESTUDO DO PROCESSO DE ENCAPSULAÇÃO VIA
GELIFICAÇÃO IÔNICA E AVALIAÇÃO DO PERFIL DE
LIBERAÇÃO DE ALFA - TOCOFEROL**

LAVRAS-MG

2021

ISADORA SIMÃO E SOUZA

**ESTUDO DO PROCESSO DE ENCAPSULAÇÃO VIA GELIFICAÇÃO IÔNICA E
AVALIAÇÃO DO PERFIL DE LIBERAÇÃO DE ALFA - TOCOFEROL**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal de Lavras, como parte das
exigências do Curso de graduação de Engenharia
de Alimentos, para a obtenção do título de
Bacharel.

Prof. Dr. Diego Alvarenga Botrel

Orientador

Dra. Mariá Andrade Teixeira

Coorientadora

LAVRAS-MG

2021

ISADORA SIMÃO E SOUZA

**ESTUDO DO PROCESSO DE ENCAPSULAÇÃO VIA GELIFICAÇÃO IÔNICA E
AVALIAÇÃO DO PERFIL DE LIBERAÇÃO DE ALFA - TOCOFEROL**

**STUDY OF THE ENCAPSULATION PROCESS VIA IONIC GELIFICATION AND
EVALUATION OF THE OLPHA-TOCOPHEROL RELEASE PROFILE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal de Lavras, como parte das
exigências do Curso de graduação de Engenharia
de Alimentos, para a obtenção do título de
Bacharel.

Aprovada em de Novembro de 2021.

Dr. Diego Alvarenga Botrel DCA/UFLA

Dra. Mariá Andrade Teixeira DCF/UFLA

Dr. Alexandre de Paula Peres DCA/UFLA

Dra. Poliana Bergamin Athayde de Souza DCA/UFLA

Prof. Dr. Diego Alvarenga Botrel
Orientador

Dra. Mariá Andrade Teixeira
Coorientadora

LAVRAS-MG

2021

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus por ter me guiado, iluminado e ter sido minha força ao longo de todo o caminho.

Ao professor Dr. Diego Alvarenga Botrel e a Dra. Mariá Andrade Teixeira pela orientação, apoio e ensinamentos. Levarei vocês como exemplo de excelentes profissionais em minha vida.

Agradeço imensamente a todos os professores, colaboradores, técnicos e todas as pessoas do Departamento de Ciência dos Alimentos e da Universidade Federal de Lavras.

À Universidade Federal de Lavras, pelo aprendizado, e às agências de fomento, FAPEMIG, CNPQ e CAPES, pelo apoio financeiro. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES).

Ao Programa de Educação Tutorial (PET) pelo conhecimento, pelas amizades que me proporcionaram e por terem contribuído para o meu crescimento profissional e pessoal.

A todas as pessoas do Laboratório de Embalagens e Encapsulação, em especial à Eloá, Jayne e Laís, obrigada por todo conhecimento e ajuda de sempre.

A minha família, em especial meus pais, Suelva e Millton, e minha irmã Ana Caroline obrigada por acreditarem em mim e por me darem todo o suporte e incentivo necessários. Ao meu namorado Rafael, por sempre estar presente, pelo apoio e carinho.

Meus sinceros agradecimentos!

RESUMO

Os compostos bioativos têm sido amplamente aplicados na formulação de alimentos com a finalidade de obter produtos com propriedades funcionais. No entanto, a maioria destes compostos sofrem alteração ao longo do tempo, apresentando alta instabilidade, volatilidade e sensibilidade à oxidação na presença de fatores externos como luz, oxigênio, umidade e temperatura elevadas, sendo necessário a aplicação de técnicas que possam melhorar estas limitações. Processos de microencapsulação são alternativas que promovem o aumento da estabilidade e a produção de um sistema de liberação controlada eficiente. O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência de diferentes agentes encapsulantes na eficiência de encapsulação, perfil de liberação e atividade antioxidante das microesferas contendo α -tocoferol produzidas por meio duas técnicas de atomização: bico ultrassônico e ar pressurizado. A inulina e a goma de cajueiro foram avaliadas como materiais complementares ao alginato. Para avaliar o comportamento de aprisionamento e proteção do α -tocoferol encapsulado nas microesferas produzidas, foi determinado o perfil de liberação do composto bioativo, analisado indiretamente através da determinação da atividade antioxidante (AA%) do meio contendo as microesferas em diferentes valores de pH, simulando condições específicas de matrizes alimentícias (pH = 2,0 tampão ácido clorídrico, pH = 4,0 tampão acetato e pH = 6,0 tampão fosfato). Os valores de eficiência variaram de 92,45% a 88,29% com o uso do ar pressurizado, enquanto que para os tratamentos em que a atomização foi feita através de energia ultrassônica a EE variou de 90,84 a 97,72%. Em relação ao perfil de liberação, não houve diferença significativa quanto à liberação do ativo das microesferas produzidas pelos diferentes métodos. Desse modo, conclui-se o uso do alginato com biopolímeros complementares contribuiu positivamente para o desenvolvimento de um sistema de liberação controlado, estável e eficiente através do gotejamento por energia ultrassônica, proporcionando melhorias nas propriedades das micropartículas demonstrando viabilidade para posterior aplicação em matrizes alimentícias.

Palavras-chave: Alginato; α -tocoferol; Antioxidante; Perfil de liberação; Inulina; Goma de Cajueiro.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	7
1.1. Justificativa	8
2. OBJETIVOS	9
2.1. Objetivo Geral	9
2.2. Objetivos Específicos	9
3. REFERENCIAL TEÓRICO	10
3.1. Compostos bioativos	10
3.1.1. Alfa-tocoferol	11
3.2. Microencapsulação	12
3.3. Gelificação iônica	14
3.3.1. Atomização	15
3.4. Materiais Encapsulantes	17
3.4.1. Alginato de sódio	18
3.4.2. Goma de cajueiro	19
3.4.3. Inulina	21
3.5. Mecanismo de liberação	22
4. MATERIAL E MÉTODOS	23
4.1. Material	23
4.2. Métodos	23
4.2.1. Planejamento experimental e análises estatísticas	23
4.2.2. Preparo das emulsões	24
4.2.3. Produção das microesferas	24
4.2.3.1. Atomização por ar pressurizado	24
4.2.3.2. Atomização por energia ultrassônica	25
4.2.4. Caracterização das microesferas de α-tocoferol	25
4.2.4.1. Eficiência de encapsulação	25
4.2.4.2. Perfil de liberação	26
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	26
5.1. Eficiência de encapsulação	26
5.2. Atividade antioxidante	29
6. CONCLUSÃO	32
REFERÊNCIAS	33

1. INTRODUÇÃO

A demanda por alimentos funcionais tem aumentado significativamente em decorrência da valorização dos consumidores por alimentos com efeitos benéficos à saúde. Sendo assim, é de grande interesse a incorporação de compostos bioativos, propiciando o enriquecimento nutricional dos alimentos a partir de antioxidantes naturais e propriedades funcionais (DIAS; FERREIRA; BARREIRO, 2015).

O α -tocoferol (α -TOC) é um composto bioativo pertencente à família da vitamina E, com função antioxidante, sendo o mais comum e biologicamente ativo. Consiste em um antioxidante cuja função biológica principal é proteger o organismo contra reações de radicais livres. Além de manter a integridade das membranas das células do organismo humano, é relatada também a proteção contra doenças cardiovasculares (TRABER; ATKINSON, 2007).

Entretanto, a maioria dos compostos bioativos apresenta alta instabilidade, volatilidade e sensibilidade à oxidação na presença de fatores externos como luz, oxigênio, umidade e temperatura elevadas, assim, a técnica de microencapsulação surgiu com grande potencial para a proteção contra a degradação deste composto (DIAS; FERREIRA; BARREIRO, 2015). Deste modo, uma alternativa para melhorar a estabilidade de compostos bioativos instáveis compreende-se a técnica de microencapsulação, a qual garante diversas vantagens, como proteção contra oxidação, facilidade de manuseio, estabilidade, solubilidade, liberação controlada e ausência de efeito adverso sobre as propriedades organolépticas dos alimentos (COMUNIAN; FAVARO-TRINDADE, 2016; DIAS *et al.*, 2017)

Compostos muito instáveis necessitam de métodos de encapsulação mais brandos, tais como a gelificação iônica, que é caracterizada por condições amenas que impactam de forma mínima a integridade de compostos bioativos. O método físico-químico é baseado nas interações de polímeros de cargas opostas ou entre um polímero e um polícatión ou poliânion (YANG *et al.*, 2015; DIAS *et al.*, 2017; VAKARELOVA *et al.*, 2017).

O alginato é considerado um dos polieletrólito aniônico natural mais versátil e amplamente empregado nesse processo, porém ele tem limitada propriedade de barreira por exibir alta viscosidade em concentrações baixas acarretando em baixa propriedade de barreira, desse modo, tem sido empregado a combinação com outros materiais poliméricos, os quais aumentam as propriedades mecânicas do gel e reduzem a permeabilidade, obtendo assim

redução da porosidade e aumento da eficiência do efeito de barreira (BELSCAK-CVITANOVIC *et al.*, 2015).

1.1. Justificativa

Na indústria de alimentos, a aplicação da microencapsulação garante a proteção de compostos bioativos, como o α -tocoferol, que são naturalmente presentes em pequenas quantidades nos alimentos e desempenham importantes funções no corpo, como atividade antioxidante e cardio-protetora.

A inclusão desses compostos bioativos através dos alimentos é de grande interesse, no entanto, as limitações relacionadas à susceptibilidade desses compostos em decorrência das condições adversas ao qual os alimentos são submetidos durante o processamento, têm impulsionado inúmeros estudos com a finalidade de propiciar maior estabilidade e, conseqüentemente, biodisponibilidade desses compostos.

É imprescindível que o α -tocoferol seja estável e não sofra alterações em condições ambientais adversas, durante estocagem e no processamento. Desse modo, uma alternativa para preservar a atividade antioxidante e a biodisponibilidade destes compostos bioativos consiste na técnica de microencapsulação. A partir do uso desta técnica, este poderá ser disponibilizado para uso em distintas formulações. Portanto, a técnica de microencapsulação é capaz de garantir o aumento da vida útil, facilidade no uso direto, além de melhor sua incorporação em alimentos. Dessa forma, a aplicação desse composto bioativo microencapsulado como ingrediente funcional apresenta um potencial significativo, uma vez que pode permitir o enriquecimento nutricional de vários alimentos.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

O presente trabalho teve como objetivo geral produzir micropartículas contendo α -tocoferol encapsulado com alginato de sódio e agentes encapsulantes complementares pela técnica de gelificação iônica.

2.2. Objetivos Específicos

- a) Estudar a influência do uso de diferentes agentes encapsulantes na eficiência de encapsulação;
- b) Identificar a viabilidade do processo de microencapsulação de α -tocoferol por gelificação iônica utilizando duas técnicas de gotejamento;
- c) Avaliar o perfil de liberação por meio da medida da atividade antioxidante das microesferas contendo α -tocoferol.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Compostos bioativos

A demanda por alimentos de qualidade e com propriedades funcionais desencadeou uma crescente expansão da indústria alimentícia de forma a buscar constantemente desenvolver métodos e técnicas que permitam incorporar ingredientes diferenciados e, desse modo, é notório o gradativo interesse da aplicação de compostos bioativos. Entretanto, apesar dos conhecidos efeitos benéficos à saúde associados a matrizes bioativas e aos seus compostos isolados, eles apresentam certa instabilidade que deve ser considerada no seu uso direto ou na incorporação em alimentos. A instabilidade desses compostos à presença de luz, oxigênio e íons, além de mudanças de pH e temperatura durante o armazenamento e/ou processamento pode ocasionar em degradações na estrutura desses compostos, desencadeando na perda de sua funcionalidade. (DIAS; FERREIRA; BARREIRO, 2015; STRATULAT *et al.*, 2014).

A elaboração de matrizes alimentícias com aplicação direta de compostos bioativos detém desafios tecnológicos uma vez que inúmeros desses compostos são altamente lipofílicos e, conseqüentemente, apresentam baixa solubilidade em carreadores a base água. Ademais, a baixa solubilidade acarreta em menor absorção no trato gastrointestinal e, por conseguinte, limitação na sua biodisponibilidade. Desse modo, tornou-se imprescindível o desenvolvimento de sistemas para proteção e liberação controlada destes compostos bioativos (CHAMPAGNE; FUSTIER, 2007; DONSI *et al.*, 2011).

Para minimizar os problemas relacionados à incorporação direta desses compostos, a técnica de microencapsulação apresenta grande potencialidade, conferindo a estas estruturas maior biodisponibilidade e estabilidade frente à oxidações e, conseqüentemente, têm sua shelf life aumentada consideravelmente (TIMILSENA *et al.*, 2016). Além disso, ocorre também melhoria da atividade biológica e redução da degradação destas moléculas devido à ação de fatores físicos e químicos (SARAF, 2010).

3.1.1. Alfa-tocoferol

O α -tocoferol (α -TOC) é um composto bioativo pertencente à família da vitamina E, com função antioxidante, sendo o mais comum e biologicamente ativo. Os tocoferóis são

sintetizados exclusivamente nos organismos fotossintéticos, ocorrendo predominantemente em sementes. Assim, os óleos vegetais, frutos secos (nozes, amêndoas), cereais integrais e gérmen de trigo representam as principais fontes na dieta humana (MOURÃO *et al.*, 2005). A vitamina E é o nome genérico para designação de um grupo de compostos estruturalmente relacionados entre si, que abrange 8 formas, denominados por α , β , γ e δ , diferindo entre si pelo número e posição dos grupos metil no anel aromático (GAMBOA, 2011).

A vitamina E é um antioxidante que apresenta como função biológica principal a proteção do organismo contra reações de radicais livres. Além de manter a integridade das membranas das células do organismo humano, é relatada também a proteção das lipoproteínas de baixa densidade (LDL) que circulam na corrente sanguínea, o que interfere na ocorrência de doenças cardiovasculares (TRABER; ATKINSON, 2007). A potencialidade é observada para inúmeras doenças relacionadas ao estresse oxidativo, tais como a endometriose, proteção contra variedades de carcinógenos e toxinas, auxílio no bom funcionamento do sistema nervoso, além de estimular as células do sistema imunológico. Através de diversos estudos são relatados também efeitos benéficos na saúde da mulher no tratamento da doença fibrocística da mama e sintomas pré-menstruais e no tratamento de doenças cutâneas (KINDLEIN *et al.*, 2007; LIEBERMAN; S, 2007; PETEAN *et al.*, 2007).

O α -TOC é um óleo incolor, insolúvel em água e solúvel em solventes orgânicos e óleos vegetais e, assim, como a maioria dos compostos bioativos, apresenta certa instabilidade a fatores adversos como luz, oxigênio, temperatura e pode sofrer alterações durante o processamento dos alimentos onde são incorporados e após processos metabólicos. Diante destas circunstâncias, a microencapsulação possibilita a proteção deste antioxidante natural, permitindo ainda a sua liberação controlada (BRAMLEY *et al.*, 2000; GAMBOA, 2011).

Em decorrência do alfa-tocoferol ser uma vitamina lipossolúvel, a absorção, distribuição e o transporte no organismo humano estão associados ao metabolismo lipídico e dependem da secreção biliar, função pancreática e da formação e penetração das micelas na membrana intestinal (LODGE, 2005). A absorção de vitamina E se dá por difusão passiva do lúmen do intestino delgado para o enterócito (REBOUL *et al.*, 2006; TRABER, ATKINSON, 2007) e quando internalizada nos enterócitos, a vitamina E é incorporada por lipoproteínas plasmáticas. Desse modo, a absorção entérica torna-se dependente da absorção de lipídeos e, conseqüentemente, uma dieta com baixa ingestão em óleos e gorduras pode afetar de forma negativa a absorção do alfa-tocoferol (COMBS, 2008).

A incorporação do alfa-tocoferol em sistema de controle através da liberação controlada via gelificação iônica tem sido realizada de forma satisfatória, desencadeando diversas vantagens como proteção a condições externas do ambiente e do organismo humano. Além disso, pode afetar positivamente a administração oral, visto que não exige altas concentrações de lipídeos para posterior absorção da vitamina E no intestino (TEIXEIRA, 2021).

E, em decorrência da instabilidade mencionada dos compostos bioativos, há um crescente interesse das indústrias alimentícias na tecnologia de microencapsulação, uma vez que possibilita o desenvolvimento de produtos com novas propriedades funcionais, com maior estabilidade e, conseqüentemente, maior vida útil (Ré, 2000). Desse modo, além de ocorrer naturalmente nos alimentos, a vitamina E pode ser adicionada através da liberação controlada via gelificação iônica de forma a prevenir a oxidação dos mesmos e aumentar o teor da vitamina, fortificando – os (FLACHOWSKY *et al.*, 2002).

3.2. Microencapsulação

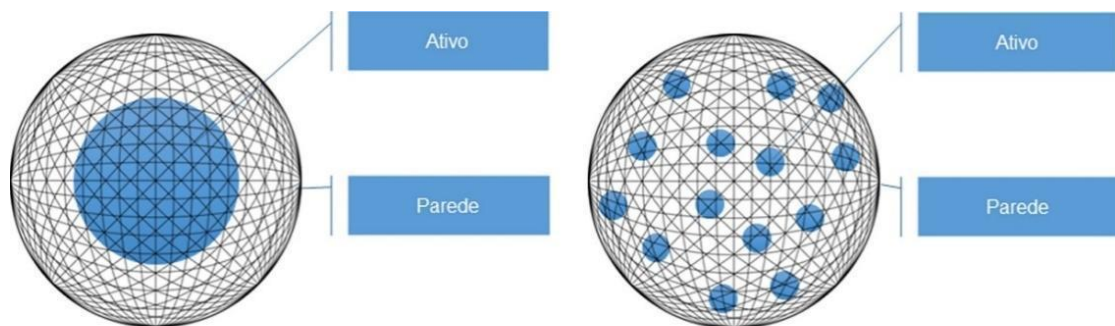
A microencapsulação é uma técnica que consiste em envolver um ou mais compostos de interesse (núcleo) por um ou mais materiais (carreador ou material de parede) com o intuito de proteger de fatores adversos do meio em que são expostos, como temperatura, oxigênio, umidade, reações indesejáveis e ingredientes reativos, sendo usada também para mascarar gostos e aromas indesejáveis e para transformação de aromatizantes líquidos em pó, a fim de evitar a volatilização de aromas que estão em alimentos e que passam por tratamentos com altas temperaturas (COMUNIAN; FAVARO-TRINDADE, 2016; DIAS *et al.*, 2017).

A microencapsulação tem sido muito utilizada na indústria alimentícia para o desenvolvimento de novos produtos, permitindo a bioacessibilidade a substâncias instáveis, como os compostos bioativos, que em outras condições seriam degradadas, conferindo-lhes o aumento do valor nutricional e também o aumento da vida útil dos produtos. Os benefícios concedidos através da técnica permitem que os produtos tenham melhor potencial de uso, tanto pela minimização das perdas das características desejáveis (nutricionais, sensoriais ou químicas) quanto pelo controle de sua ação no alimento, através da liberação controlada (GAMBOA, 2011).

Existem diversas técnicas e materiais encapsulantes empregados na microencapsulação que podem promover a liberação controlada do material encapsulado, fazendo com que haja a liberação conforme as necessidades específicas de cada produto. Essa liberação pode ocorrer em função de diferentes condições, como pH e temperatura, durante o processamento e a estocagem dos alimentos, assim como também em locais específicos do organismo, em que os ingredientes ativos nos alimentos podem ser projetados para liberar de forma instantânea ou gradual, sendo inclusive resistente às condições ácidas do estômago, chegando ao destino final intactas (ASCHERI; MARQUES; MARTUCCI, 2003; WANG *et al.*, 2007). Para a escolha do método adequado deve ser considerado a aplicabilidade como ingredientes em alimentos, mecanismos de liberação, tamanho de partícula desejado, da funcionalidade que o material ativo deve fornecer ao produto final e propriedades físico-químicas do agente encapsulado e do material de parede (MASCARENHAS, 2010; ROCHA, 2009).

Quanto à morfologia, as micropartículas podem ser classificadas em microcápsulas ou microesferas (FIGURA 1). As microcápsulas consistem nas partículas em que o núcleo está concentrado na região central, circundado por uma camada de polímero, enquanto que as microesferas é um sistema matricial, onde o núcleo é uniformemente disperso na rede polimérica (AZEREDO,2005).

Figura 1 – Morfologia das partículas produzidas em processos de microencapsulação (a) microcápsula e (b) microesfera.



Fonte: Pereira, *et al.* (2018).

A obtenção das micropartículas pode ocorrer a partir de diferentes processos. A principal diferença entre os métodos de encapsulação refere-se a forma de aprisionamento do princípio ativo, a qual pode ser feita a partir de 3 métodos, sendo eles: (1) físicos: spray drying, spraychilling/cooling, processos de encapsulação com fluidos supercríticos e spray coating); (2) métodos químicos: polimerização e métodos (3) físico-químicos: coacervação complexa,

gelificação iônica, lipossomos e emulsões (COMUNIAN; FAVARO-TRINDADE, 2016; SUAVE *et al.*, 2006).

O sucesso e a estabilidade de um material encapsulado vão depender de uma série de fatores como: técnica de microencapsulação utilizada, aplicação do produto, propriedades físico-químicas, compatibilidade dos materiais envolvidos na encapsulação e também fatores econômicos (ROSSO, 2019).

A tecnologia de microencapsulação desencadeia diversos benefícios à saúde humana, visto que a liberação do ingrediente funcional nas concentrações desejadas é imprescindível para a obtenção dos efeitos desejados pelo organismo humano. Ademais, esse consiste um dos principais desafios, pois alguns destes compostos não apresentam a conservação das características desejadas, motivando o aprimoramento da técnica de acordo com o ingrediente funcional a ser encapsulado (ROSSO, 2019).

3.3. Gelificação iônica

A gelificação iônica consiste em um método físico-químico baseado nas interações de polímeros de cargas opostas ou entre um polímero e um polycation ou poliânion. Através desta técnica, uma solução polimérica carregada negativamente forma ligações cruzadas resultando em hidrogéis (BENAVIDES *et al.*, 2016). Diversos polímeros podem ser utilizados como agentes reticulantes, como a pectina e o alginato, os quais são polieletrólitos naturais com amplo potencial de formação do gel, possuindo grande vantagens de biocompatibilidade da mucosa e ausência de tensão interfacial dos fluidos (CHAN *et al.*, 2016; TEIXEIRA *et al.*, 2014; VOS *et al.*, 2010). O alginato é considerado um dos polímeros aniônicos naturais mais versáteis e amplamente empregados como agentes de encapsulação em decorrência da boa capacidade de formação de ligações iônicas com cátions polivalentes, resultando na formação de uma película polimérica (REES, 1969).

A técnica é caracterizada como um método simples e brando, a qual não requer o uso de temperaturas ou pH extremos, assim, como também de solventes orgânicos, tornando-se um método de baixo custo quando comparada a outras técnicas e permitindo a encapsulação de substâncias que degradariam sob essas condições (PATIL *et al.*, 2010). Além disso, a gelificação iônica produz microesferas de tamanho de distribuição de partículas que podem

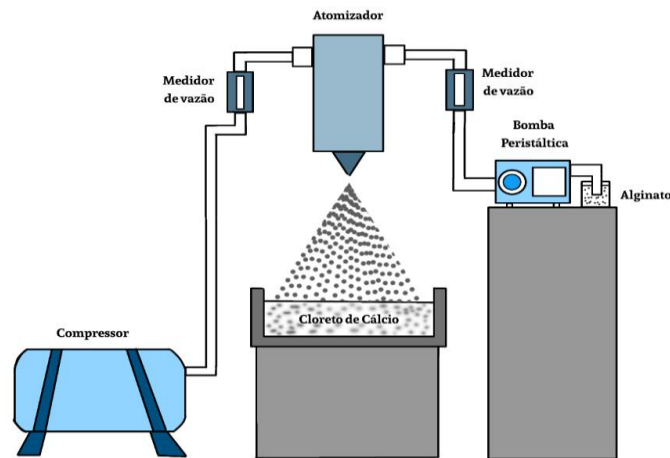
variar de 1 a 1000 μm dependendo do tamanho do bico do equipamento (COMUNIAN; FAVARO-TRINDADE, 2016).

A gelificação iônica é definida por condições amenas que impactam de forma mínima a integridade de compostos bioativos sendo indicada, principalmente, para evitar a volatilização de produtos e circunstâncias de reações indesejadas (DIAS *et al.*, 2017; VAKARELOVA *et al.*, 2017). De modo geral, este método permite encapsular compostos hidrofílicos e hidrofóbicos, porém, é pouco frequente a encapsulação de compostos lipofílicos, pois a maioria dos materiais de parede são hidrofílicos e não tem propriedade de parede, tornando-se necessário o preparo de emulsão antes da gelificação iônica. Assim, devem ser empregados os emulsificantes para a formação das emulsões, que consistem em substâncias químicas as quais são adsorvidas na superfície das gotas produzidas durante o processo de homogeneização, levando a formação de camadas protetoras que impossibilitam a agregação da fase dispersa e diminuem a tensão superficial (MCCLEMENTS *et al.*, 2007; TEIXEIRA, 2021).

3.3.1. Atomização

A atomização é a desintegração do líquido em gotículas e, esta pode ocorrer através de atomizadores convencionais ou ultrassônicos. Os atomizadores tradicionais, como, os rotativos, de pressão ou de dois fluidos usam apenas uma parte de sua energia operacional (centrífuga, pressão ou energia cinética) para estilhaçar o líquido, enquanto a maior parte dessa energia é transformada em energia cinética das partículas para posterior desintegração e formação das gotas, desse modo, requerem maior energia, a Figura 2 representa um esquema do atomizador pressurizado utilizado no estudo em questão para obtenção das microcápsulas de alginato.

Figura 2 – Esquema atomizador pressurizado.



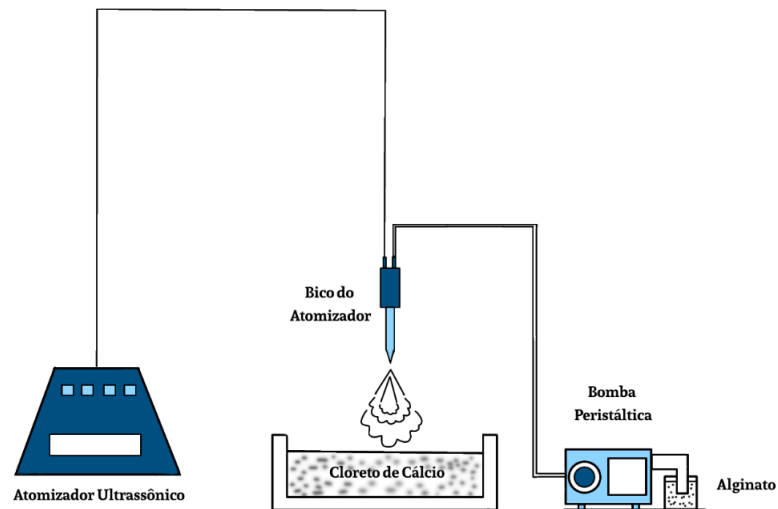
Fonte: Da autora (2021).

A atomização ultrassônica baseia-se na formação de gotas quando líquido de películas finas fluem sobre uma superfície vibrante. A desintegração do líquido pode ser esclarecida a partir do mecanismo de onda capilar e cavitação. A hipótese da onda capilar é baseada no critério de instabilidade de Taylor, ou seja, a atomização ocorre quando oscilações instáveis separam os picos das ondas capilares. Como as gotas são produzidas a partir de picos, seus tamanhos são proporcionais ao comprimento de onda. Os fenômenos de cavitação ocorrem tanto na intensidade quanto na frequência de alta energia e são gerados pela onda de ultrassom ao passar pelo meio líquido (DALMORO *et al.*, 2012).

No mecanismo de cavitação, a onda é transmitida como uma série de ciclos de compressão e rarefação afetando as moléculas do líquido, desencadeando na formação de cavidades, as quais continuam crescendo tornando-se instáveis, resultando no colapso destas e, conseqüente liberação de energia para a fase líquida. Durante esse colapso são gerados choques hidráulicos, os quais iniciam a desintegração do líquido e ejeção das gotas (AVVARU *et al.*, 2006; DALMORO *et al.*, 2012).

Ao contrário dos bicos atomizadores convencionais que dependem da pressão e do movimento de alta velocidade para cisalhar um fluido em pequenas gotas, os atomizadores ultrassônicos (FIGURA 3) usam apenas energia vibracional ultrassônica para atomização, logo, operam em baixos níveis de energia (DALMORO *et al.*, 2012).

Figura 3 – Esquema atomizador ultrassônico.



Fonte: Da autora (2021).

3.4. Materiais Encapsulantes

Os agentes encapsulantes constituem um dos principais fatores que influenciam a estabilidade e a eficiência de compostos encapsulados. No entanto, a escolha do encapsulante ideal depende de uma série de fatores, entre eles, estão: baixa viscosidade em concentrações elevadas, fácil manuseio durante o processo de microencapsulação, não reatividade com o material encapsulado, facilidade de manipulação e baixa higroscopicidade, proteção do composto de interesse de fatores adversos, boa capacidade de incorporação do material a ser encapsulado para impedir a perda deste, proporcionar propriedades desejadas de liberação do princípio ativo, ser solúvel nos solventes usados, apresentar sabor agradável, quando administrado por via oral; ausência de aroma e fatores econômicos (SANTOS; FERREIRA; GROSSO, 2000).

Além disso, para aplicabilidade em alimentos é necessário que apresente grau alimentício, seja biodegradável e não-tóxico ao organismo (GRAS) e sua preparação deve considerar fatores ambientais usando solventes “limpos” (DIAS; FERREIRA; BARREIRO, 2015). É importante ressaltar que, dificilmente um agente encapsulante apresentará de forma isolada todas as propriedades requeridas para a proteção do material ativo e correta liberação, sendo necessário a mistura de dois ou mais componentes (DAIÚTO; CEREDA, 2003).

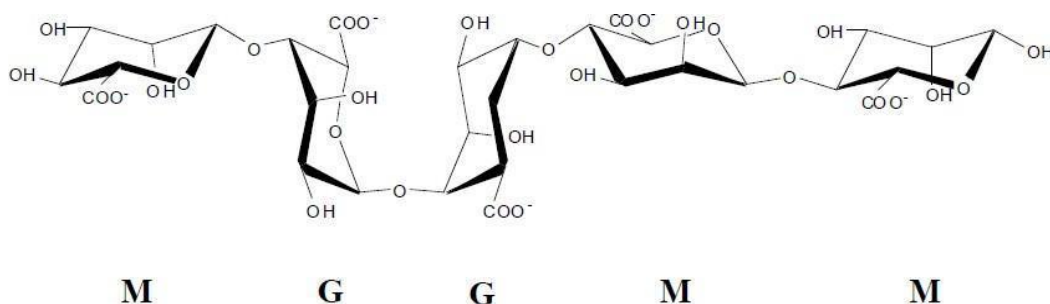
Nesse contexto, polímeros naturais ou biopolímeros têm sido frequentemente utilizados no desenvolvimento de partículas de liberação controlada uma vez que apresentam

particularidades relevantes como biocompatibilidade, não-toxicidade, seguros e de baixo custo durante o processamento. Os materiais mais utilizados são os carboidratos, exsudados de plantas, extratos marinhos e polissacarídeos derivados de origem microbiana, sendo utilizados também lipídeos, proteínas, entre outros (DIAS; FERREIRA; BARREIRO, 2015; YANG et al., 2015).

3.4.1. Alginato de sódio

O alginato é um copolímero aniônico encontrado naturalmente em plantas e algas marrons. Esses polímeros são pertencentes à família de polissacarídeos lineares não ramificados e, apresenta como constituição base (FIGURA 4) dois blocos β -D-manurônico (M) e α -L-gulurônico (G) que se encontram covalentemente ligados por ligação glicosídica do tipo 1 \rightarrow 4 (AIDA *et al.*, 2010; KAVOOSI *et al.*, 2018). As formas específicas dos monômeros e a disposição das ligações, assim como as geométricas das regiões dos blocos M e G são particularmente diferentes, sendo que a composição, extensão das sequências e a massa molecular são os fatores determinantes das propriedades físico-químicas do polímero. Uma das características mais importantes mencionadas do alginato consiste na capacidade de formação de gel pela ligação seletiva com cátions divalentes, Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , e cátions trivalentes como Al^{3+} , processo designado de reticulação iônica. Essa propriedade desencadeou em sua abrangente utilização na produção e desenvolvimento das microcápsulas (BAJPAI; SHARMA, 2004; TONNESEN; KARLSEN, 2002; GEORGE; ABRAHAM, 2006).

Figura 4 -Estrutura química do alginato.



Fonte: Vieira, (2014).

O uso frequente desse polímero deve-se às suas propriedades físicas e químicas, as quais propiciam aplicação comercial, particularmente na indústria alimentícia e farmacêutica. As principais propriedades que tornam o alginato amplamente utilizado em diversas áreas

correspondem a sua biocompatibilidade, bioadesividade e sensibilização ao pH (VIEIRA, 2014).

Dentre os hidrocolóides, o alginato tem sido empregado constantemente em sistemas alimentícios devido a sua capacidade de formação de géis termoestáveis, boa estabilidade na produção de alimentos, capacidade de formar filme, emulsões e atuarem como espessantes e estabilizantes (FONTES, 2005; SANTOS, 2012). Em comparação com a maioria dos polissacarídeos, o alginato é capaz de formar gel independente da temperatura. Entretanto, a ausência de agentes quelantes de íons de cálcio, exposição prolongada de calor e variações extremas de pH promovem a degradação o polímero, ocasionando na perda das propriedades do gel (PASIN; AZÓN; GARRIGA, 2012; PAULO; ASSIS; SANTOS, 2009).

A bioadesividade desse polímero potencializa seu uso em sistemas de liberação em diversos locais do trato gastrointestinal em decorrência do grupo carboxílico existente na parte terminal das cadeias moleculares. Além disso, as variações constantes de comportamento do alginato conforme pH permite a exploração de diversos estudos e a biodisponibilidade de diversos compostos funcionais em diferentes matrizes alimentícias (GEORGE; ABRAHAM, 2006).

A microencapsulação de compostos bioativos a partir do uso do alginato ocorre por gelificação externa, sendo que para a vitamina E, composto lipofílico, é feita uma emulsão em solução de alginato. A obtenção das esferas ocorre pelo gotejamento da emulsão em uma solução de cálcio, sendo desencadeada pela gelificação externa. Além disso, a alta viscosidade do alginato em baixas concentrações acarreta em baixa propriedade de barreira, desse modo, tem sido frequentemente empregado a combinação com materiais poliméricos, propiciando o aumento das propriedades mecânicas do gel (TEIXEIRA, 2021).

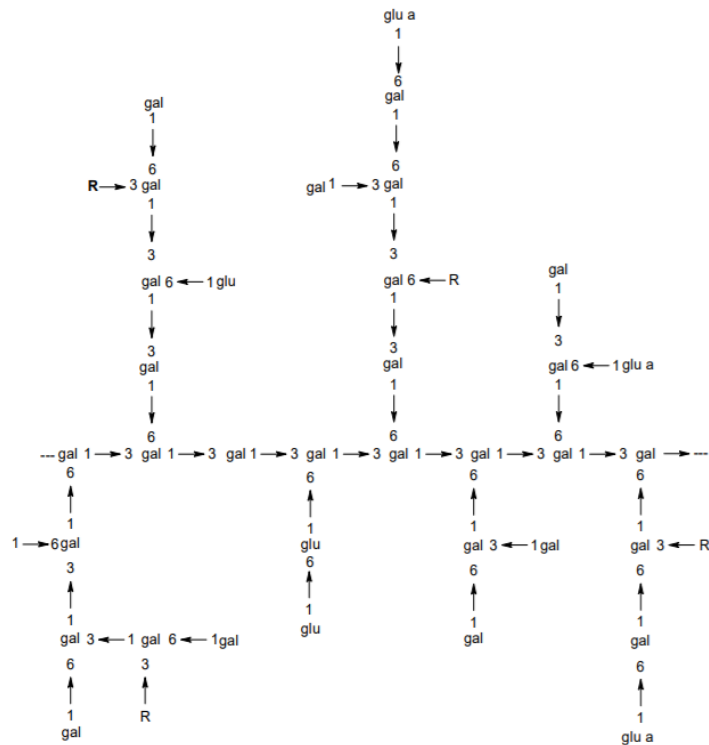
3.4.2. Goma de cajueiro

A goma de cajueiro consiste em um biopolímero obtido a partir do exsudado de árvores de cajueiro da família Anacardiaceae. O exsudado é produzido nas células epiteliais das plantas como mecanismo de defesa contra o estresse causado por injúrias físicas ou ataque microbiano (CUNHA; PAULA; FEITOSA, 2009, LIMA *et al.*, 2007). É um heteropolissacarídeo ácido ramificado constituído por uma cadeia principal de β -D-galactose (1 \rightarrow 3) associada a cadeias

laterais de galactose e glicose (PITOMBEIRA *et al.*, 2015) e, apresenta como constituintes galactose (70%), glicose (11%), ácido glucurônico (6%), arabinose (5%), ramnose (4%) e manose (1%), porém, assim como outras gomas exsudadas a composição é variável conforme fonte e idade das plantas, condições climáticas, origem da planta e tempo de exsudação (SILVA, 2013).

O biopolímero apresenta grande similaridade com a goma arábica e, seu uso tem sido empregado em processos de microencapsulação com grande potencial de uso emergente uma vez que, a goma é extraída de uma árvore típica do Brasil, diferente da goma arábica, desencadeando em menor custo para o processo. Apresenta uma cor amarelada, é solúvel em água formando soluções de baixa viscosidade e é facilmente precipitado com solventes orgânicos polares, tais como etanol. O seu uso acarreta na formação de substâncias incolores, inodoras, insípidas e atóxicas (CUNHA; PAULA; FEITOSA, 2009; MARQUES; ALBUQUERQUE; XAVIER-FILHO, 1992; MOURA NETO, 2008). A Figura 5 mostra uma representação esquemática da estrutura da goma de cajueiro.

Figura 5- Representação da estrutura química da goma do cajueiro sendo R a ramnose, arabinose ou ácido glucurônico.

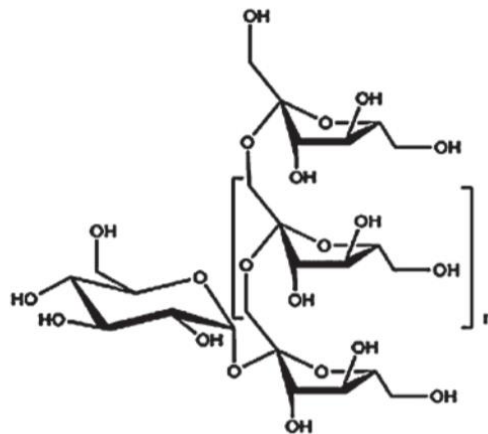


Fonte: CUNHA *et al.* (2007).

3.4.3. Inulina

A inulina é um polissacarídeo de reserva natural das plantas da família Asteraceae, dentre as quais a espécie *Cichoriumintybus* (chicória) é considerada a fonte mais rica de inulina. A inulina pertence ao grupo de carboidratos não digeríveis denominados frutanos (RONKART *et al.*, 2009; ROBERFROID, 2007). Sua estrutura química (FIGURA 6) é composta por uma cadeia principal de unidades de frutose, unidas por ligações do tipo β (2 \rightarrow 1) com uma unidade de glicose terminal e o seu grau de polimerização (GP - número de unidades de monossacarídeos) varia entre 10 e 60 (GIBSON *et al.*, 2004; MENSINK *et al.*, 2015; SILVA, 1996).

Figura 6 – Estrutura química da inulina



Fonte: SHOAIB *et al.* (2016).

A inulina é um frutano sem sabor, cuja as propriedades tecnológicas são variáveis conforme grau de polimerização, sendo que moléculas pequenas entre 3 e 6 unidades de frutose são utilizadas como edulcorante de baixo valor calórico, enquanto que moléculas com maior grau de polimerização podem ser utilizadas como substitutos e agentes de geleificação. Além disso, este composto vem sendo bastante utilizado no desenvolvimento de alimentos funcionais devido ao seu potencial benéfico à saúde gástrica, o qual atua de forma similar às fibras dietéticas, auxiliando na melhora das condições do sistema gastrointestinal (BARCLAY *et al.*, 2012; MENSINK *et al.*, 2015, SHOAIB *et al.*, 2016).

Devido a essas propriedades, a indústria de alimentos tem encontrado diversas aplicações para inulina e seus derivados, entre elas destaca-se o uso como material de parede em processos de encapsulação e, visto que é uma molécula de polissacarídeo, acredita-se que

tenha comportamento similar ao dos amidos modificados que são amplamente usados em processos de encapsulação (BEIRÃO-DA-COSTA *et al.*, 2013; FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014).

3.5. Mecanismo de liberação

Uma das principais vantagens associadas à técnica de microencapsulação é o mecanismo de liberação controlada, o qual permite a liberação do agente ativo no local determinado em um período dentro do esperado através de estímulos específicos de natureza química e/ou física, sendo empregada na indústria de alimentos de forma a garantir a manutenção das características nutritivas e sensoriais dos alimentos e prolongar seu período de armazenamento (DIMA *et al.*, 2016; SOUZA SOBRINHO; FARIAS, 2012).

A liberação do composto ativo pode ser resultante de um ou vários mecanismos que atuam de forma simultânea (COIMBRA, 2010). Há diversos mecanismos de liberação, dentre eles destacam-se fraturas, difusão, dissolução e biodegradação (SHAHIDI; HAN, 1995). Além desses, o mecanismo de liberação do material encapsulado pode ocorrer através da ruptura mecânica, do efeito do solvente, da ação da temperatura, pela ação do pH e pela solubilidade do meio (WHORTON, 1995). Ademais, a adição do solvente ou variações do pH resultam na anulação da interação molecular de qualquer processo de microencapsulação (COMUNIAN; FAVARO-TRINDADE, 2016).

Em sistemas de microencapsulação utilizando o alginato, os valores de pH determinam a liberação dos compostos encapsulados. Em meio ácido, a protonação do ácido carboxílico reduz eficientemente a repulsão eletrostática entre moléculas de alginato, proporcionando uma rede mais compacta a qual retarda a liberação de compostos (YOU *et al.*, 2001). Soluções de pH neutro podem acarretar em alterações na estabilidade da parede devido a ligação competitiva entre Ca^{2+} e Na^{+} com grupos carboxila, promovendo a redução da densidade de ligação cruzada, obtendo como resultado a facilidade da liberação do composto para o meio externo. Em mecanismos de liberação com valores de pH elevados, a liberação dos compostos está relacionada à taxa de degradação do alginato aumentada em decorrência do aumento da taxa de β -eliminação (BELŠČAK-CVITANOVIĆ *et al.*, 2015; HARIYADI *et al.*, 2010).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Material

O composto bioativo α -tocoferol (DSM Nutritional Products, Venlo, Holanda) foi microencapsulado utilizando alginato de sódio (Sigma Aldrich, St. Louis, EUA). Os materiais encapsulantes foram a inulina (IN) Orafti GR (Beneo, Oreye, Bélgica) e a goma de cajueiro (GC) (Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Brasil). Como reticulante foi utilizado o sal catiônico cloreto de cálcio (CaCl_2) (Sigma Aldrich, Missouri, EA).

4.2. Métodos

4.2.1. Planejamento experimental e análises estatísticas

Os experimentos foram avaliados em relação aos tipos de materiais complementares ao alginato de sódio (TABELA 1), sendo conduzidos em delineamento inteiramente casualizado. Os resultados foram submetidos à análise de variância que realizada através do software Statistica (Stat Soft. Inc., Tulsa, EUA) para analisar os efeitos das formulações das microesferas produzidas. As diferenças entre os valores médios obtidos experimentalmente foram analisadas através do Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade ($p < 0,05$).

Tabela 1 – Delineamento experimental para microencapsulação de α -tocoferol através da gelificação iônica utilizando o alginato.

Tratamentos	Alginato (% m/v)	Material complementar		α -TOC (% m/v)	Emulsificante (% m/v)
		IN ¹	GC ²		
1	1,75	-	-	1,0	0,1
2	1,75	0,5	-	1,0	0,1
3	1,75	-	0,5	1,0	0,1

¹IN: inulina; ²GC: goma de cajueiro.

Fonte: Da autora (2021).

4.2.2. Preparo das emulsões

Inicialmente, para o preparo das emulsões, foi realizada a hidratação do alginato de sódio em água destilada por aproximadamente 12 horas à temperatura ambiente, para o preparo de uma solução com concentração de 1,75% (m/v). Após a etapa de hidratação, foi adicionada à solução o material complementar 0,5% (m/v) de inulina (IN) ou goma de cajueiro (GC), 0,1% (m/v) de emulsificante Tween 20 (Dinâmica, Indaiatuba, Brasil) e 1,0% (m/v) do α -tocoferol. Em seguida, as soluções preparadas foram agitadas durante 10 minutos em homogeneizador (Ultra-Turrax IKA T18 basic, Wilmington, Estados Unidos) a 2500 rpm. Uma segunda homogeneização foi feita em ultrassom (Digital Sonifier, Branson Ultrasonic Corporation) pelo tempo de 2 minutos com 360 W de potência.

4.2.3. Produção das microesferas

As microesferas de α -tocoferol foram obtidas através da técnica de gelificação iônica, realizadas a partir do gotejamento em dois tipos de bico atomizadores. Para a aplicação das metodologias foram utilizados equipamentos presentes no Laboratório de Embalagens e Encapsulação (UFLA).

Os sistemas de alginatos e seus respectivos materiais complementares, foram avaliados com relação ao método utilizado, a fim de determinar o método mais eficiente no desenvolvimento de microesferas mais estáveis, no qual posteriormente desencadeará na formação de um sistema de liberação do composto bioativo lipofílico (α -tocoferol) eficaz.

4.2.3.1. Atomização por ar pressurizado

As emulsões formadas foram submetidas à atomização utilizando-se com bico pressurizado duplo fluido, alimentado por uma bomba peristáltica (Modelo LM MSD 1.0, Labmaq do Brasil, Ribeirão Preto, Brasil). As condições de operação foram: vazão de 0,20 L/h (3,33 mL/min) e uma vazão de ar de 15 L/min. Durante o processamento, quando atomizadas, as partículas formadas entraram em contato com o banho de gelificação de solução de CaCl_2 a uma concentração 1,5% (m/v) sob constante agitação mecânica, de forma a evitar possíveis

aglomerações das microesferas. Para a completa formação da estrutura do hidrogel, as microesferas foram mantidas no banho de gelificação por um período de 30 minutos sob agitação contínua. E, por fim, as micropartículas foram lavadas com água destilada e filtradas à vácuo.

4.2.3.2. Atomização por energia ultrassônica

As emulsões formadas foram submetidas à atomização utilizando-se equipamento de bico ultrassônico (Vibra-Cell modelo VCX 130, Sonics&Materials INC, Newtown, EUA) com ponta de diâmetro igual a 5,0 mm, alimentado por uma bomba peristáltica (MS Tecnopon Instrumentação, Piracicaba, Brasil). As condições de operação foram: vazão de aproximadamente 0,80 mL/min e uma amplitude de 95%. Durante o processamento, quando atomizadas, as partículas formadas entraram em contato com o banho de gelificação de solução de CaCl₂ a uma concentração 1,5% (m/v) sob constante agitação mecânica, de forma a evitar possíveis aglomerações das microesferas. Para a completa formação da estrutura do hidrogel, as microesferas foram mantidas no banho de gelificação por um período de 30 minutos sob agitação contínua. E, por fim, as micropartículas foram lavadas com água destilada e filtradas à vácuo.

4.2.4. Caracterização das microesferas de α -tocoferol

4.2.4.1. Eficiência de encapsulação

A eficiência de encapsulação (EE %) corresponde à porção do composto bioativo lipofílico presente nas microesferas produzidas, em relação à quantidade total adicionada no início da emulsão (QUISPECONDORI, SLDAÑA; TEMELLI, 2011) sendo assim, pode ser calculada conforme Equação 1:

$$EE (\%) = \frac{\text{Concentração de } \alpha\text{-TOC nas microesferas}}{\text{Concentração inicial de } \alpha\text{-TOC na emulsão}} \times 100 \quad (1)$$

A concentração do composto encapsulado foi obtida a partir do rompimento de 0,5 g de microesfera em 10,0 mL de solução de citrato de sódio 3,0% (m/v), mantidas em banho ultrassônico por 1 hora e, em seguida por 12h em repouso. Após o rompimento, o α -TOC foi extraído utilizando 5 ml de etanol à solução sob agitação vigorosa em vórtex por 2 minutos, em

seguida a solução foi centrifugada com por 15 minutos a 3000 rpm e foram realizadas lavagens com etanol para completa extração do composto lipofílico (Metodologia adaptada de FENG *et al.*, 2018; YOO *et al.*, 2006). A quantificação foi realizada através de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) do Laboratório CAPQ (UFLA), na qual o volume de injeção foi de 20 µL, a uma taxa de eluição de 2 mL/min, com fase móvel metanol: água (96:4, v/v). Foi utilizada a coluna C18, mantida a 45 °C. A detecção foi realizada a 295 nm com um tempo de corrida de 30 minutos (Metodologia adaptada de GIMENO *et al.*, 2000).

4.2.4.2. Perfil de liberação

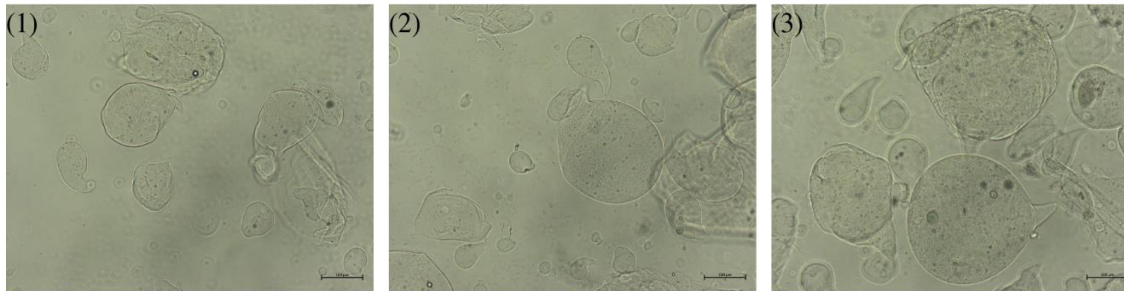
A medição da atividade antioxidante, pela técnica do DPPH, foi conduzida com o objetivo de avaliar a estabilidade e o perfil de liberação do composto bioativo lipofílico ao longo do tempo no meio simulante, onde as microesferas foram submetidas às soluções com diferentes valores de pH, simulando condições específicas de matrizes alimentícias e do ambiente gástrico (pH = 2,0 tampão ácido clorídrico, pH = 4,0 tampão acetato e pH = 6,0 tampão fosfato). A análise foi realizada utilizando-se uma suspensão de 2,0 g de microesfera em 20,0 mL de meio com o pH pré-definido e em temperatura ambiente 25 °C por 6 horas. Em intervalos de tempos de 60 minutos, uma alíquota de 2,0 mL do sobrenadante foi retirada para análise de atividade antioxidante pelo método de DPPH. Como controle positivo foi utilizado o α -tocoferol livre na concentração de 1,0% (Metodologia adaptada de BELŠČAK CVITANOVIC *et al.*, 2016; HARIYADI *et al.*, 2010).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Eficiência de encapsulação

A eficiência de encapsulação foi obtida pela relação percentual entre a concentração de tocoferol nas microesferas e na emulsão inicial e, consiste em um parâmetro que indica a capacidade de retenção do processo utilizado. A Figura 7 contém imagens de microscopias obtidas após a encapsulação por ar pressurizado do composto ativo com diferentes materiais complementares.

Figura 7 – Microscopia óptica das microesferas produzidas por ar pressurizado: (1) Alginato-controle; (2) Alginato IN; (3) Alginato GC.



Fonte: Da autora (2021).

Os maiores valores de eficiência podem ser observados nos tratamentos com materiais complementares obtidos pelo método de energia ultrassônica. O aumento da EE deve-se principalmente, ao aumento das propriedades mecânicas do gel propiciado pela redução da porosidade e formação de uma rede mais concentrada com uma membrana circundante marcante. A matriz com baixa viscosidade facilita a difusão de compostos encapsulados para a solução externa levando a uma baixa eficiência de encapsulação (BELŠČAK-CVITANOVIĆ *et al.*, 2015; CUJIC *et al.*, 2016).

Como observado na Tabela 2 os valores de eficiência variaram entre 88,29 e 92,45% para os tratamentos produzidos com o uso de ar pressurizado, enquanto que para os tratamentos obtidos através da energia ultrassônica a EE variou de 90,84 a 97,72%. Os resultados demonstram, portanto, altos valores de eficiência de encapsulação indicando que a combinação do alginato com os materiais poliméricos, inulina e goma de cajueiro, contribuíram efetivamente para o aumento das propriedades do gel.

Tabela 2 – Valores médios de eficiência de encapsulação obtidos para diferentes tratamentos.

Tratamentos	Eficiência de encapsulação (%)	
	Ar pressurizado	Energia Ultrassônica
Alginato (controle)	92,4 ± 2,85 ^b	90,8 ± 2,56 ^c
Alginato IN	93,2 ± 6,65 ^a	97,7 ± 0,30 ^a
Alginato GC	88,3 ± 0,08 ^b	94,2 ± 2,20 ^b

IN: inulina; GC: goma de cajueiro. Médias seguidas de mesmas letras na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Fonte: Da autora (2021).

Marfil (2014) encapsulou óleo de palma a partir de microesferas contendo sistema gelatina: alginato e gelatina: goma arábica sendo analisado a concentração desses materiais (2,5; 5,0 e 7,5%), a proporção entre gelatina: goma arábica (1:2; 1:1; 2:1) e a proporção do recheio em relação à concentração de materiais (75; 100 e 125%). A gelatina consiste em um hidrocoloide assim como o alginato de sódio, porém, é de origem animal, enquanto que a goma arábica apresenta característica e estruturas semelhantes a goma de cajueiro. De modo geral, foi observado que os maiores valores de eficiência foram obtidos na proporção entre gelatina: goma arábica de 1:1 ou 2:1, utilizando óleo de palma em até 100% em relação à concentração do material de parede e que a proporção entre gelatina: goma arábica apresenta um maior efeito sobre a E (%) que a quantidade de recheio.

Badke (2017) estudou a formação de microcápsulas de gelatina e goma arábica contendo óleos essenciais ou ácidos graxos. Para a elaboração das microcápsulas, os parâmetros de proporção gelatina/goma arábica com óleo de palma (1:1) e (1:2), temperatura e velocidade de homogeneização foram variados. Nas formulações em que foram fixados os parâmetros de temperatura e velocidade homogeneização, foi possível verificar o aumento da eficiência de encapsulação na proporção de parede: núcleo (1:1) de 79,6%, quando comparada ao tratamento em que a autora utilizou maior quantidade de núcleo óleo de palma (1:2), obtendo redução da eficiência de encapsulação para 50,7%.

Observa-se que no trabalho em estudo com alfa-tocoferol também foi utilizado menor proporção de núcleo em relação ao material de parede, obtendo valores satisfatórios quanto à eficiência. A redução da eficiência com aumento da concentração do núcleo pode ser explicada pelo fato de que ao atingir o limite em que não há quantidade suficiente de complexo formado para revestir o material a ser encapsulado, o material fica livre e em solução, desencadeando na possível redução da eficiência de encapsulação (LI *et al.*, 2013).

Trabalhos utilizando alginato e inulina como material complementar também relataram grande potencial para aumento da eficiência de encapsulação. CUJIC *et al.*, (2016) encapsulou extrato chokeberry, que é uma fonte rica em polifenóis, utilizando alginato e inulina. Foram estudados os efeitos do tipo de portador (alginato de baixa e média viscosidade), adição de inulina como material de parede e do diâmetro da agulha nas características morfológicas e nas propriedades das microesferas. Partículas obtidas utilizando alginato de média viscosidade (1,5%) e inulina como material de parede (5%) foi observado aumento da quantidade de polifenóis encapsulados, demonstrando aumento da eficiência de encapsulação. Além disso, as

formulações com alginato de média viscosidade alcançaram uma carga real mais alta de polifenóis encapsulados em comparação com o alginato de baixa viscosidade, sendo assim, o aumento da viscosidade do alginato também induziu ao aumento da eficiência de encapsulação.

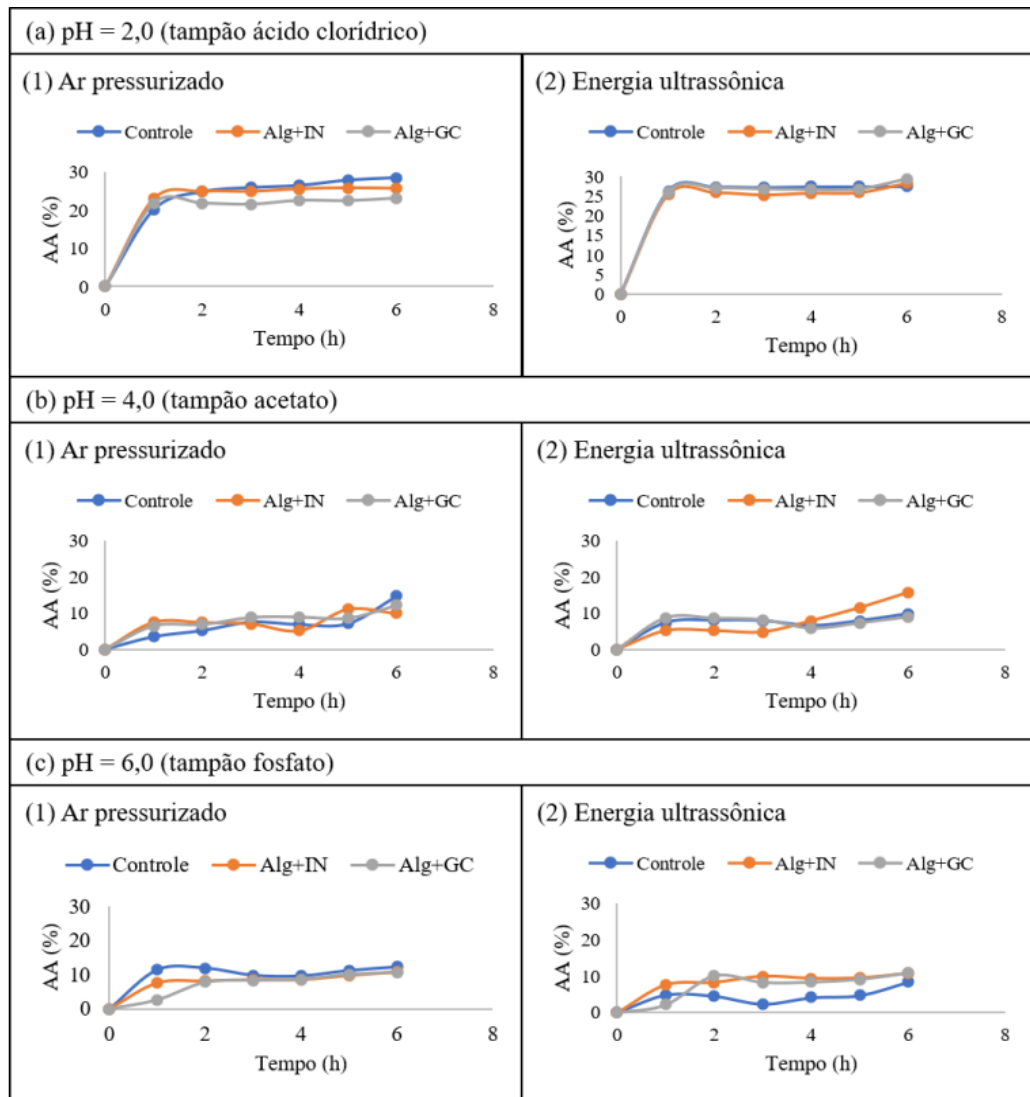
As propriedades físicas do alginato, como a viscosidade, dependem da força iônica e composição dos blocos e aumentam na ordem $MG < MM < GG$. Essa ordem exerce influência direta na reatividade, ou seja, a estabilidade contra a hidrólise ácida depende da natureza desses blocos e, também, constitui-se a ordem mais eficaz para a formação de gel do ácido algínico. Desse modo, o alginato de média densidade apresenta maior conteúdo de blocos G, resultando na formação de um gel com menor porosidade e, conseqüentemente, melhor eficiência do efeito de barreira (ANDRIAMANANTOANINA; RINAUDO, 2010; HECHT; SREBNIK, 2016).

5.2. Atividade antioxidante

A avaliação do comportamento e liberação das microesferas de alfa-tocoferol foi determinada de forma indireta através da atividade antioxidante (AA%) do meio na qual as microesferas foram imersas. O estudo do perfil de liberação é fundamental para o entendimento das taxas de liberação e mecanismo de liberação, fornecendo informações úteis para posteriores aplicações do alfa tocoferol em matrizes alimentícias.

Os tratamentos em estudo apresentaram alta eficiência de encapsulação, indicando potencialmente que apenas uma pequena quantidade de composto ativo ficou aderido na superfície da microcápsula. A Figura 8 apresenta o perfil de liberação do alfa tocoferol para diferentes valores de pH (pH=2,0, pH= 4,0 e pH=6,0) no tempo de 6 horas através da atividade antioxidante dos meios que as integravam.

Figura 8 - (a) Perfil de liberação das microesferas de α -tocoferol em pH = 2,0 (tampão ácido clorídrico) – (1) Atomização por ar pressurizado; (2) Atomização por energia ultrassônica. (b) Perfil de liberação das microesferas α -tocoferol em pH = 4,0 (tampão acetato) – (3) Atomização por ar pressurizado; (4) Atomização por energia ultrassônica. (c) Perfil de liberação do α -tocoferol em pH = 6,0 (tampão fosfato) – (5) Atomização por ar pressurizado; (6) Atomização por energia ultrassônica.



Fonte: Da autora (2021).

Maiores valores de AA% foram obtidas para aquelas micropartículas submetidas ao pH= 2,0 e com a formulação de alginato e goma arábica, as quais variaram de 23% a 29%, sendo 23,13% por ar pressurizado e 29,33% por energia ultrassônica. Em circunstâncias de pH baixo, este meio propicia a degradação das partículas de alginato de sódio reticulado de cálcio e, posterior perda do seu peso molecular (devido a hidrólise catalisada por prótons), ocasionando na liberação rápida dos ingredientes ativos retidos (Lakkis, 2008). Estudos de Hariady *et al.*,

(2010) demonstram que a imersão das micropartículas em HCl acarreta em maior expansão do gel e, conseqüentemente, aumento do volume livre para a difusão do composto. Um provável mecanismo que dá origem a conversão de grupos carboxila ao longo da cadeia de alginato para a forma em baixo pH, seguida pelo deslocamento de íons Ca^{2+} dos pontos de junção na rede de gel.

Por outro lado, em pH= 4,0, a atividade antioxidante após as 6 horas, oscilou entre 9 e 15%. As microesferas inseridas no meio a partir da energia ultrassônica utilizando alginato e goma de cajueiro AA% foi igual a 9,02% e pela mesma técnica utilizando alginato e inulina apresentou AA% de 15,80%, enquanto que nas soluções em pH= 6,0, a atividade antioxidante variou de 8 a 12%, ambos referentes ao tratamento controle, sendo 8,41% para as microcápsulas atomizadas por energia ultrassônica e 12,23% para aquelas desenvolvidas por ar pressurizado. A partir desses resultados em pH= 4,0 e pH= 6,0, no qual obtiveram AA de até 15,0%, observa-se que o método de gotejamento não exerce influência na capacidade de liberação das microesferas (TEIXEIRA, 2021).

A atividade antioxidante e capacidade de aprisionamento são parâmetros inversamente proporcionais, ou seja, uma menor atividade antioxidante significa uma maior capacidade de aprisionamento das microcápsulas. Desse modo, os tratamentos com materiais complementares, inulina (IN) e goma de cajueiro (GC), desenvolvidos pelo método de ar pressurizado apresentaram excelente capacidade de aprisionamento do composto ativo (TOC), visto que demonstraram baixa atividade antioxidante no período de 6 horas. Nos tratamentos referentes as micropartículas atomizadas por energia ultrassônica, a formulação com alginato e goma de cajueiro apresentaram maior AA, sendo assim, menor capacidade de aprisionamento.

A liberação de um composto ativo é decorrente de diversas etapas, entre elas, a absorção do solvente pela cápsula, a dissolução da parede, a dissolução do núcleo, a permeação do núcleo pela parede e a difusão do núcleo pelo meio. Sendo assim, o mecanismo de liberação do composto ativo é determinado principalmente pelo material de parede, no qual o peso molecular deste pode exercer influência, no qual polímeros de maior peso molecular é observado uma liberação mais lenta (KUMARI, YADAV e YADAV, 2010; MATALANIS, JONES e MCCLEMENTS, 2011). A combinação dos materiais complementares ao alginato contribuiu positivamente para uma liberação controlada e eficiente, na qual observa-se boa capacidade de aprisionamento e estabilidade.

6. CONCLUSÃO

As eficiências de encapsulação para os sistemas alginato- inulina e alginato- goma arábica apresentaram resultados satisfatórios e com maiores valores de encapsulação do material ativo (tocoferol) para as microesferas produzidas por energia ultrassônica. Ademais, através dos resultados de perfil de liberação, pode-se concluir que o método de gotejamento e a formulação da matriz encapsulante exerce influência na capacidade de liberação das microesferas e devem ser estudados caso a caso.

Desse modo, a partir dos resultados obtidos foi possível concluir que o uso do alginato em combinação com outros biopolímeros (inulina e goma arábica) contribuiu efetivamente para o desenvolvimento de um sistema de liberação controlado eficaz por meio da atomização ultrassônica e por ar pressurizado, demonstrando excelentes resultados quanto à eficiência e diferentes efeitos em sua liberação em meio simulado.

REFERÊNCIAS

- AIDA, T. M. *et al.* Depolymerization of sodium alginate under hydrothermal conditions. **Carbohydrate Polymers**, v. 80, p. 296-302, mar. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861709006730>. Acesso em: 03 maio 2021.
- ASCHERI, D. P. R.; MARQUES, M. O. M.; MARTUCCI, E. T. Microencapsulação de óleo essencial de laranja: seleção de material de parede. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, dez. 2003. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/fhJDD4fnYxtSS6mtHvbsxr/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 03 maio 2021.
- AVVARU, B. *et al.* Ultrasonic atomization: Effect of liquid phase properties. **Ultrasonics**, [Amsterdam], v. 44, n. 2, p. 146–158, fev. 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0041624X05000983>. Acesso em: 08 jul. 2021.
- AZEREDO, H. M. C. de. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e Nutrição**, v. 16,1, p. 89-97, jan/mar. 2005. Disponível em: <http://serv-bib.fcfar.unesp.br/seer/index.php/alimentos/article/view/106/119>. Acesso em: 04 maio 2021.
- BADKE, L. B. **Síntese e caracterização de microcápsulas de gelatina/goma arábica contendo óleos essenciais ou ácidos graxos de microalgas empregados na cosmetologia pelo método de coacervação complexa**. 2017. Mestrado (Mestre em Ciências, Área de Concentração em Engenharia e Ciência dos Materiais), Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2017.
- BAJPAI, S. K.; SHARMA, S. Investigation of swelling/degradation behaviour of Alginate beads crosslinked with Ca²⁺ and Ba²⁺ íons. **Reactive & Functional Polymer**, v. 59, p. 129-140, maio. 2004. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1381514804000161>. Acesso em: 06 maio 2021.
- BARCLAY, T. *et al.* Analysis of the hydrolysis of inulin using real time 1H NMR spectroscopy. **Carbohydrate Research**, v. 352, p. 117–125, maio 2012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008621512001097>. Acesso em: 06 maio 2021.
- BEIRÃO-DA-COSTA, S. *et al.* Inulin potential for encapsulation and controlled delivery of Oregano essential oil. **Food Hydrocolloids**, v. 33, n. 2, p. 199–206, dez. 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0268005X1300091X> . Acesso em: 15 maio 2021.
- BELL, E. F. *et al.* Serum tocopherol levels in very preterm infants after a single dose of vitamin E at birth. **Pediatrics**, v. 132, p. 1626–1633, dez. 2013. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24218460/> . Acesso em: 16 maio 2021.
- BELŠČAK-CVITANOVIĆ, A. *et al.* Emulsion templated microencapsulation of dandelion (*Taraxacum officinale* L.) polyphenols and β-carotene by ionotropic gelation of alginate and pectin. **Food Hydrocolloids**, [Oxford], v. 57, p. 139–152, jun. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0268005X16300200>. Acesso em: 18 jun. 2021.
- BELŠČAK-CVITANOVIĆ, A. *et al.* Improving the controlled delivery formulations of caffeine in alginate hydrogel beads combined with pectin, carrageenan, chitosan and psyllium. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 167, p. 378–386, jan. 2015. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25149001/>. Acesso em: 22 maio 2018.
- BENAVIDES, S. *et al.* Development of alginate microspheres containing thyme essential oil using ionic gelation. **Food Chemistry**, v. 204, p. 77–83, ago. 2016. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814616302746>. Acesso: 08 jul. 2021.

BRACCINI, I.; PÉREZ, S. Molecular basis of Ca²⁺- Induced gelation in alginates and pectins: the egg-box model revisited. **Biomacromolecules**, v. 2, p. 1089-1096, set. 2001. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/bm010008g>. Acesso em: 05 jun. 2021.

BRAMLEY, P. *et al.* Vitamin E. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, p. 913-938, maio 2000. Disponível em: [https://kclpure.kcl.ac.uk/portal/en/publications/vitamin-e-a-critical-review\(ddce025a-a6f9-40e0-83c6-aedc286c9f19\).html](https://kclpure.kcl.ac.uk/portal/en/publications/vitamin-e-a-critical-review(ddce025a-a6f9-40e0-83c6-aedc286c9f19).html). Acesso em: 07 jun. 2021.

BUONOCORE, G. *et al.* Oxidative stress in preterm neonates at birth and on the seventh day of life. **Pediatr Research**, v. 52, n. 1, p. 46-9, jul. 2002. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/pr2002141>. Acesso em: 08 jun. 2021.

CHAMPAGNE, C. P.; FUSTIER, P. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. **Current Opinion in Biotechnology**, v.18, p. 184-190, abr. 2007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0958166907000328>. Acesso em: 07 jun. 2021.

CHAN, E. S. *et al.* Effects of starch filler on the physical properties of lyophilized calcium-alginate beads and the viability of encapsulated cells. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, n. 1, p. 225-232, jan. 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861710005874>. Acesso em: 12 jun. 2021.

COIMBRA, P. M. A. **Preparação e caracterização de sistemas de liberação controlada de fármacos com base em polímeros de origem natural**. 2010. Dissertação (Doutorado em Engenharia Química), Faculdade de Ciência e Tecnologia, Universidade de Coimbra, Coimbra, 2010.

COMBS, G. F. The vitamins: Fundamental aspects in nutrition and health. 3 ed. Boston: **Elsevier Academic Press**, 2008.

COMUNIAN, T. A.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Microencapsulation using biopolymers as an alternative to produce food enhanced with phytoosterols and omega-3 fatty acids: A review. **Food Hydrocolloids**, [Oxford], v. 61, p. 442-457, dec. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0268005X16302521>. Acesso em: 28 mai. 2021.

CUJIC, N. *et al.* Chokeberry (*Aronia melanocarpa* L.) extract loaded in alginate and alginate/inulin system. **Industrial Crops and Products**, [Amsterdam], v. 86, p. 120-131, Aug. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926669016301911>. Acesso em: 22 nov. 2018.

CUNHA, P. L. R. da.; PAULA, R. C. M. de.; FEITOSA, J. P. A. Polissacarídeos da biodiversidade brasileira: Uma oportunidade de transformar conhecimento em valor econômico. **Química nova**, v. 32, n. 3, p. 649-660, 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/6B3tdbxBNNzrvYvZHDKBtXQ/?lang=pt>. Acesso em: 08 de jun. 2021.

CUNHA, P. L. R. *et al.* Oxidation of cashew tree gum exudate polysaccharide with TEMPO reagent. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 18, n. 1, p. 85-92, mar. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/bchs/a/h4j7GfxfpF3NZ3v6DcNrdwk/?lang=en>. Acesso em: 09 jun. 2021.

DAIÚTO, E. R.; CEREDA, M. P. Amido como suporte na desidratação por atomização e em microencapsulação. In: CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. **Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas sul americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, 2003.

DALMORO, A. *et al.* Intensifying the microencapsulation process: Ultrasonic atomization as an innovative approach. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, [Amsterdam], v. 80, n. 3, p. 471-477, abr. 2012. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0939641112000070>. Acesso em: 08 jul. 2021.

DIAS, D. R. et al. Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional foods. **Current Opinion in Food Science**, [Netherlands], v. 13, p. 31–37, Feb. 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S221479931730019X>. Acesso em: 15 jun. 2021.

DIAS, M. I.; FERREIRA, I. C. F. R.; BARREIRO, M. F. Microencapsulation of bioactives for food applications. **Food & Function**, [England], v. 6, n. 4, p. 1035–1052, abr. 2015. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25710906/>. Acesso em: 11 maio 2021.

DIMA, C. *et al.* The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of *Coriandrum sativum* L. essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules. **Food Chemistry**, v. 195, p. 39–48, mar. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814615007785>. Acesso em: 11 jun. 2021.

DONSÌ, F. *et al.* Encapsulation of bioactive compounds in nanoemulsionbased delivery systems. **Procedia Food Science**, v. 1, p. 1666 – 1671, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211601X11002471>. Acesso em: 13 jun. 2021.

FENG, W. et al. Preparation and characterization of emulsion-filled gel beads for the encapsulation and protection of resveratrol and α -tocopherol. **Food Research International**, [Amsterdam], v. 108, p. 161–171, jun., 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0963996918302114>. Acesso em: 24 jul. 2021.

FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 524–532, jan. 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861713009752>. Acesso em: 14 jun. 2021.

FLACHOWSKY, G. *et al.* Eggs and poultry meat as tocopherol sources in dependence on tocopherol supplementation of poultry diets. **Food Research International**, v. 35, p. 239–243, 2002. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0963996901001910>. Acesso em: 15 jun. 2021.

FONTES, L. C. B. **Uso de solução conservadora e de películas comestíveis em maçãs da cultivar Royal Gala minimamente processadas: efeito na fisiologia e na conservação**. Piracicaba, 2005. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2005.

GAMBOA, O. W. D. **Microencapsulação de tocoferóis em matrizes lipídicas advindas de gorduras low trans interesterificadas quimicamente**. 2011. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

GEORGE, M., ABRAHAM, T. E. Polyionic hydrocolloids for the intestinal delivery of protein drugs: Alginate and chitosan – a review. **Journal of Controlled Release**, v. 114, p. 1–4, ago. 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S016836590600201X>. Acesso em: 16 jun. 2021.

GIBSON, G. R. *et al.* Dietary modulation of the human colonic microbiota: Updating the concept of prebiotics. **Nutrition Research Review**, v. 17, p. 259–275, dez. 2004. Disponível em: <https://www.cambridge.org/core/journals/nutrition-research-reviews/article/dietary-modulation-of-the-human-colonic-microbiota-updating-the-concept-of-prebiotics/E445EDF28DD9C50CAE5E6BCCED5D0805>. Acesso em: 20 jun. 2021.

- GIMENO, E. et al. Rapid determination of vitamin E in vegetable oils by reversed-phase high-performance liquid chromatography. **Journal of Chromatography A**, [Amsterdam], v. 881, n. 1-2, p. 251–254, jun. 2000. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0021967300002193>. Acesso em: 28 jun. 2021.
- GRAJEDA-IGLESIAS, C *et al.* Antioxidant activity of protocatechuates evaluated by DPPH, ORAC, and CAT methods. **Food Chemistry**, v. 194, p. 749-757. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814615011528>. Acesso: 02 out. 2021.
- HARIYADI, D. M. *et al.* Diffusion loading and drug delivery characteristics of alginate gel microparticles produced by a novel impinging aerosols method. **Journal of Drug Targeting**, [Abingdon], v. 18, n. 10, p. 831–841, dec. 2010. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/20958098/>. Acesso em: 21 jun. 2021.
- ISLAM, A. M. *et al.* A review of recent developments on the regulatory, structural and functional aspects of gum arabic. **Food Hydrocolloids**, [Wrexham], v. 11, n. 4, p. 493-505, out. 1997. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0268005X97800483>. Acesso em: 08 jul. 2021.
- KAVOOSI, G. *et al.* Microencapsulation of zataria 126 essential oil in agar, alginate and carrageenan. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 45, p. 418-425, fev. 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1466856417309943>. Acesso em: 16 jun. 2021.
- KINDLEIN, G. *et al.* Feeding different levels of vitamin E and selenium has no effect on serum immunoglobulin Y (IgY) production by layers vaccinated against Escherichia coli and avian encephalomyelitis virus. **Ciência Rural**. Santa Maria, v. 37, n. 5, p. 1374-1379, out. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cr/a/Y8FP4jmdCC6mCBKyZJX9dkS/abstract/?lang=en#>. Acesso em: 12 jun. 2021.
- KRINSKY, N.I. The biological properties of carotenoids. **Pure and Applied Chemistry**, v. 66, p. 1003-1010, 1994. Disponível em: <https://www.degruyter.com/document/doi/10.1351/pac199466051003/html>. Acesso: 03 out. 2021.
- KUMARI, A.; YADAV, S. K. S. C.; YADAV, S. K. S. C. Biodegradable polymeric nanoparticles based drug delivery systems. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 75, n. 1, p. 1–18, 2010.
- LI, Q. *et al.* Effects of processing conditions of poly (methylmethacrylate) encapsulated liquid curing agent on the properties of self-healing composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 49, p. 6-15, 2013.
- LIEBERMAN; S. The Real Vitamin & Mineral book: Using supplements for optimum health. 4 ed. New York: **Avery Publishing Group**, 2007
- LIMA, E. S. *et al.* Redução de vitamina C em suco de caju (*Anacardium occidentale* L.) industrializado e cajuína. **Química Nova**, v. 30, n. 5, p. 1143-1146, out. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/VZkdyfcN9qm7bwNz5MMgfGw/?lang=pt>. Acesso em: 08 jul. 2021.
- LODGE, J. K. Vitamin E bioavailability in humans. **J Plant Physiol**, v. 162, n. 7, p. 790-796, jul. 2005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0176161705001380>. Acesso em: 21 jun. 2021.
- MARFIL, P. H. M. **Microencapsulação de óleo de palma por coacervação complexa em matrizes de gelatina/goma arábica e gelatina/alginate**. 2014. Tese (Doutorado Engenharia e Ciência de Alimentos), Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, São José do Rio Preto, 2014.

- MARQUES, M. R.; ALBUQUERQUE, L. M. B.; XAVIER-FILHO, J. Antimicrobial and insecticidal activities of cashew tree gum exudate. **Annals of Applied Biology**, v. 121, n. 2, p. 371–377, out. 1992. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1744-7348.1992.tb03450.x>. Acesso em: 21 de jun. 2021.
- MASCARENHAS, M. C. C. N. **Utilização de surfactantes na produção de microencapsulados de óleo rico em ômega 3 por coacervação complexa com aplicação em emulsões**. 2010. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2010.
- MATALANIS, A.; JONES, O. G.; MCCLEMENTS, D. J. Structured biopolymer-based delivery systems for encapsulation, protection, and release of lipophilic compounds. **Food Hydrocolloids**, v. 25, n. 8, p. 1865–1880, 2011.
- MCCLEMENTS, D. J. Recent progress in hydrogel delivery systems for improving nutraceutical bioavailability. **Food Hydrocolloids**, v. 68, p. 238–245, jul. 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0268005X16302454>. Acesso em: 24 jun. 2021.
- MENSINK, M. A. *et al.* Inulin, a flexible oligosaccharide I: Review of its physicochemical characteristics. **Carbohydrate Polymers**, v. 130, p. 405–419, out. 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861715004257>. Acesso em: 01 jul. 2021.
- MOURA NETO, E. **Desenvolvimento de Novos Materiais à base de Goma do Cajueiro (Anacardium occidentale): Derivados e Microesferas com Gelatina**. 2008. Dissertação (Mestrado em Química Orgânica) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2008.
- MOURÃO, D. M. *et al.* Biodisponibilidade de vitaminas lipossolúveis. **Revista de Nutrição**, v. 18, p. 529- 539, jul./ago. 2005. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rn/a/6Bg46DxcRFKXLKCKgCZP8yH/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 02 jul. 2021.
- PASIN, B. L., AZÓN, C. G.; GARRIGA, A. M. Microencapsulación con alginato en alimentos. Técnicas y aplicaciones. **Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos**, v. 3, p. 130-151, 2012. Disponível em: http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/acym/alginatos_en_alimetnos.pdf. Acesso em: 03 de jul. 2021.
- PATIL, J. S. *et al.* Iontropic gelation and polyelectrolyte complexation: the novel techniques to design hydrogel particulate sustained, modulated drug delivery system: a review. **Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures**, v. 5, n. 1, p. 241-248, mar. 2010. Disponível em: https://chalcogen.ro/241_Patil.pdf. Acesso em: 04 jul. 2021.
- PAULO, E. M.; ASSIS, S. A.; SANTOS, V. L. C. S. Polímeros constituídos por carboidratos utilizados no processo de encapsulação de bactérias: uma revisão. **Sitientibus Série Ciências Biológicas**, v. 9, n. 4, p. 185-191, 2009. Disponível em: <https://repositorio.ufba.br/ri/handle/ri/7221>. Acesso em: 05 jul 2021.
- PEREIRA, K. C. *et al.* Microencapsulation and release controlled by the diffusion of food ingredients produced by spray drying: a review. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, p. 1981-6723, 2018. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/bjft/a/grd6gfXLgGSqTqqwcGGkxYb/?lang=pt>. Acesso em: 08 jul. 2021.
- PETEAN, C. C. *et al.* Lipid peroxidation and vitamin E in serum and follicular fluid of infertile women with endometriosis submitted to controlled ovarian hyperstimulation. **Revista Brasileira de Ginecologia e Obstetrícia**. Rio de Janeiro, v. 29, n. 6, p. 303-309, jun. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbgo/a/JdFZpTJQyZMvsynM8YfHfjN/?lang=pt>. Acesso em: 06 jul. 2021.
- PITOMBEIRA, N. A. O. *et al.* Self-assembled nanoparticles of acetylated cashew gum:

Characterization and evaluation as potential drug carrier. **Carbohydrate Polymers**, v. 117, p. 610–615, mar. 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861714010005>. Acesso em: 21 jun. 2021.

PRIOR, R. L. Oxygen radical absorbance capacity (ORAC): New horizons in relating dietary antioxidants/bioactives and health benefits. **Journal of functional foods**, v. 18, p. 797-810, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1756464614003971>. Acesso: 01 out. 2021.

QUISPE-CONDORI, S.; SALDAÑA, M.D.A.; TEMELLI, F. Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. **Food Science and Technology**, v. 44, p. 1880-1887, 2011. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/169215>. Acesso: 03 out. 2021.

REBOUL, E. *et al.* Scavenger Receptor Class B Type I (SR-BI) Is Involved in Vitamin E Transport across the Enterocyte. **The Journal Of Biological Chemistry**, v. 281, n. 8, p. 4739-4745, fev. 2006. Disponível em: [https://www.jbc.org/article/S0021-9258\(19\)76768-4/abstract](https://www.jbc.org/article/S0021-9258(19)76768-4/abstract). Acesso em: 23 jun. 2021.

REES, D. A. Structure, conformation, and mechanism in the formation of polysaccharide gels and networks. **Advances in Carbohydrate Chemistry and Biochemistry**, v. 24, p. 267–332, 1969. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0065231808603522>. Acesso em: 27 jun. 2021.

RIBEIRO, F. W. M. *et al.* Chemical modification of gum arabic and its application in the encapsulation of cymbopogon citratus essential oil. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 132, p. 1–7, 2015. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/app.41519>. Acesso em: 28 jun. 2021.

ROBERFROID, M. B. Inulin-type fructans: functional food ingredients. **The Journal of Nutrition**, v. 137, n. 11, p. 2493–2502, nov. 2007. Disponível em: <https://academic.oup.com/jn/article/137/11/2493S/4664495?login=true>. Acesso em: 01 jul. 2021.

ROCHA, G. A. **Produção, caracterização, estabilidade e aplicação de microcápsulas**. 2009. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2009.

RONKART, S. N. *et al.* Effect of water uptake on amorphous inulin properties. **Food Hydrocolloids**, v. 23, p. 922–927, maio 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0268005X08001343>. Acesso em: 05 jul. 2021.

ROSSO, A. C. *et al.* Microencapsulação de compostos bioativos em alimentos. **Boletim Técnico-Científico**, v. 5, p. 63-73, 2019. Disponível em: <https://periodicos.iffarroupilha.edu.br/index.php/boletim-tecnico-cientifico/article/view/227>. Acesso em: 23 jun. 2021.

RUFINO, M. S. M.; ALVES, R. E.; BRITO, E. S.; MORAIS, S. M.; SAMPAIO, C. G.; Jimezes-Perez, J.; Saura-Calixto, F. D. **Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre DPPH**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2007 (Comunicado Técnico). Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/426953/1/Cot127.pdf>. Acesso: 03 out. 2021.

SANTOS, A. B.; FERREIRA, V. P.; GROSSO, C. R. F. Microcápsulas: uma alternativa viável. Microencapsulação de produtos sensíveis à oxidação óleo-resina de páprica. **Biotecnologia, Ciência e Desenvolvimento**, v. 16, p. 26-30, 2000.

SANTOS, R. S. **Estudo dos fatores que influenciam os atributos de esferas de alginato**. 2012. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) - Universidade de Aveiro, Aveiro, 2012.

SARAF, A. S. Applications of novel drug delivery system for herbal formulations. **Fitoterapia**, v. 81, p. 680-689, out. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0367326X10000912>. Acesso em: 09 jun. 2021.

SHAHIDI, F., HAN, X. Q. Encapsulation of Food Ingredients. **Critical Review in Food Science and Nutrition**, v. 33, p. 501-547, set. 1995. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10408399309527645>. Acesso em: 03 jul. 2021.

SHAICH, K, M.; TIAN, X.; XIE, J. Hurdles and pitfalls in measuring antioxidant efficacy: A critical evaluation of ABTS, DPPH, and ORAC assays. **Journal of functional foods**, v.14, p. 111-125, 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S175646461500047X>. Acesso: 03 out. 2021

SHOAIB M. *et al.* Inulin: Properties, health benefits and food applications. **Carbohydrate Polymers**, v. 147, p. 444-454, ago. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861716303812>. Acesso em: 06 jul. 2021.

SILVA, D. R. **Obtenção e caracterização de micropartículas utilizando goma de cajueiro**. 2013. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 2013.

SILVA, R. F. Use of Inulin as a Natural Texture Modifier. **Cereal foods world**, v. 41, n. 10, p. 792–794, 1996. Disponível em: <https://eurekamag.com/research/034/153/034153552.php>. Acesso em: 01 jul. 2021.

SOUZA SOBRINHO, E. C.; FARIAS, M. C. A microencapsulação na indústria alimentícia. **Infarna**, v. 24, p. 84-93, 2012. Disponível em: <http://revistas.cff.org.br/?journal=infarna&page=article&op=view&path%5B%5D=364>. Acesso em: 04 jul. 2021.

STRATULAT, I. *et al.* Enrichment of cheese with bioactive lipophilic compounds. **Journal of Functional Foods**, [Netherlands], v. 6, p. 48–59, jan. 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1756464613002910>. Acesso em: 11 maio 2021.

SUAVE, J. *et al.* Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Health and Environment Journal**, v. 7, p. 12-20, 2006. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/APezzin/publication/228663357_Microencapsulacao_Inovacao_em_diferentes_areas/links/5594102c08ae21086d1ebdb6/Microencapsulacao-Inovacao-em-diferentes-areas.pdf. Acesso em: 03 jul. 2021.

TEIXEIRA, M. A. **Influência da adição de biopolímeros e de diferentes técnicas de gotejamento na encapsulação de alfa-tocoferol por gelificação iônica**. Tese (Doutorado em Engenharia de Biomateriais) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2021.

TEIXEIRA, V. F. T. *et al.* Ion exchange kinetics of magnetic alginate ferrogel beads produced by external gelation. **Carbohydrate Polymers**, v. 111, p. 198-205, out. 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S014486171400366X>. Acesso em 05 jul. 2021.

TIMILSENA, Y. P. *et al.* Microencapsulation of chia seed oil using chia seed protein isolate-chia seed gum complex coacervates. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 91, p. 347-357, out. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0141813016304688>. Acesso em: 04 jun. 2021.

TONNESEN, H. H., KARLSEN, J. Alginate in Drug Delivery Systems. **Drug Development and Industrial Pharmacy**, v. 28, p. 621-630, jun. 2012. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1081/DDC-120003853>. Acesso em: 20 jun. 2021.

TRABER, M. G., ATKINSON, J. Vitamin E, antioxidant and nothing more -Review article. **Free Radical Biology & Medicine**, v. 43, p. 4-15, jul. 2007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0891584907002195>. Acesso em: 09 de jun. 2021.

VAKARELOVA, M. *et al.* Production of stable food-grade microencapsulated astaxanthin by vibrating nozzle technology. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 221, p. 289-295, abr. 2017. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/27979204/>. Acesso em: 13 jan. 2020

VIEIRA, D. A. M. **Preparação e caracterização de sistemas de libertação controlada de vitamina E baseados em alginato**. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Biomédica) – Escola Superior de Tecnologia e Gestão, Instituto Politécnico de Bragança, Bragança, 2014.

VOS, P. *et al.* Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components, **International Dairy Journal**, v. 20, n. 4, p. 292-302, abr. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0958694609002167>. Acesso: 08 jul. 2021.

WANG, J. *et al.* Fabrication, characterization and long-term in vitro release of hydrophilic drug using PHVB/HÁ composite microspheres, **Materials Letters**, v. 61, p. 1071-1076, abr. 2007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0958694609002167>. Acesso em: 08 jun. 2021.

WHORTON, C. Factors influencing volatile release from encapsulation matrices. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients, **American Chemical Society**, [Washington], v. 12, p. 134- 142, 1995. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/bk-1995-0590.ch012>. Acesso em: 29 jun. 2021.

YANG, J. *et al.* Preparation and application of micro/nanoparticles based on natural polysaccharides. **Carbohydrate Polymers**, [Oxford], v. 123, p. 53-66, jun. 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861715000533>. Acesso em: 29 maio 2021.

YOO, S.-H. *et al.* Microencapsulation of α -tocopherol using sodium alginate and its controlled release properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, [Amsterdam], v. 38, n. 1, p. 25-30, fev. 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0141813005002722?via%3Dihub>. Acesso em: 15 jul. 2021.

YOU, J. O. *et al.* Preparation of regular sized Ca-alginate microspheres using membrane emulsification method. **Journal of Microencapsulation**, v. 18, p. 521-532, 2001. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/02652040010018128>. Acesso em: 07 jul. 2021.