



LUIS PAULO DOMINGUES SALGADO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CÁPSULAS DE ALGINATO
DE SÓDIO E ALGINATO DE SÓDIO COM MUCILAGEM DE CHIA
(*Salvia hispanica* L.) PARA ENCAPSULAÇÃO DE ANTIOXIDANTES.**

**INCONFIDENTES-MG
2017**

LUIS PAULO DOMINGUES SALGADO

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CÁPSULAS DE ALGINATO DE SÓDIO E ALGINATO DE SÓDIO COM MUCILAGEM DE CHIA (*Salvia hispanica* L.) PARA ENCAPSULAÇÃO DE ANTIOXIDANTES.

Projeto Final de Curso apresentado como pré-requisito de conclusão do curso de Engenharia de Alimentos do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sul de Minas Gerais Campus Inconfidentes para obtenção do título de Engenheiro de Alimentos.

Orientadora: Mariana B. de Lima Dutra

Co – orientadora: Maira R. S. Campos

**INCONFIDENTES-MG
2017**

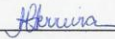
LUIS PAULO DOMINGUES SALGADO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CÁPSULAS DE ALGINATO
DE SÓDIO E ALGINATO DE SÓDIO COM MUCILAGEM DE CHIA
(*Salvia hispanica* L.) PARA ENCAPSULAÇÃO DE ANTIOXIDANTES.**

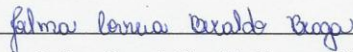
Data da aprovação: 28 de abril de 2017.



Mariana Borges de Lima Dutra: IFSULDEMINAS



Ana Cristina Ferreira Moreira da Silva: IFSULDEMINAS



Joelma Correia Beraldo Braga: ASMEC

**INCONFIDENTES-MG
2017**

RESUMO

As tecnologias de encapsulação de compostos vêm sendo cada vez mais estudadas e tem conquistado cada vez mais aplicabilidade dentro da indústria alimentícia, uma vez que tem se mostrado eficiente na proteção e veiculação de substâncias. Com o surgimento de defeitos nas cápsulas que são formuladas somente com um material de parede, emprega-se o uso de materiais em associação e com isso o uso da mucilagem de chia nestas aplicações tem aumentado. Desta forma, este trabalho teve como objetivo elaborar duas formulações de cápsulas, sendo uma contendo somente alginato de sódio (A) e outra elaborada com alginato de sódio e mucilagem de chia (AM) (50:50 p/p) pelo método de gelificação iônica e empregá-las na encapsulação de antioxidantes, além de avaliar suas características físicas, composição fenólica total e caracterização da superfície por microscopia eletrônica de varredura. As amostras foram avaliadas segundo seus diâmetros e esfericidade, teor de umidade e atividade de água, capacidade de adsorção ou dessorção de umidade, eficiência de encapsulação pela quantificação de compostos fenólicos contidos na cápsula e caracterização de superfície pelo emprego de microscopia eletrônica de varredura. As amostras apresentaram diferença estatística entre si na avaliação dos diâmetros, porém não diferiram em relação à esfericidade, sendo que este parâmetro muito baixo para ambas as formulações. Observou-se que as duas amostras apresentam resultados elevados na avaliação da umidade e atividade de água. Quando postas em dessecadores com sais para avaliação da capacidade de dessorção e/ou adsorção de umidade pelas amostras de cápsulas, foi possível verificar que a capacidade de dessorção de umidade das cápsulas aumenta à medida que se reduz a umidade relativa do sal aplicado. As amostras avaliadas quanto à porcentagem de eficiência de encapsulação apresentaram-se com valores de 15,68 e 14,92 para as amostras A e AM, respectivamente. Com a aplicação da microscopia eletrônica de varredura foi possível avaliar que a amostra A apresenta rupturas em sua superfície, o mesmo ocorre na formulação AM, porém é possível visualizar fibras da mucilagem de chia nas rachaduras desta mesma formulação. Ainda na avaliação de superfície, observou-se que a superfície da formulação AM se apresenta mais lisa que a formulação A. As características das mucilagens, especificamente de chia, faz com que estas sejam empregadas no processo de encapsulação, visando a redução de defeitos de superfície das cápsulas, além de aumentar as possibilidades de aplicabilidade destes compostos pela indústria de alimentos.

Palavras-chave: chia, gelificação iônica, encapsulação, antioxidantes.

RESUMEN

Las tecnologías de encapsulación de compuestos están siendo cada vez estudiadas y se ha ganado más aplicabilidad en la industria alimentaria, ya que ha demostrado ser eficaz en proteger y llevar sustancias. Con la aparición de defectos en las cápsulas que se formulan sólo con un material de pared, hemos empleado el uso de materiales en combinación y así el uso del mucílago de chíá en estas aplicaciones ha aumentado. Así, este estudio tuvo como objetivo desarrollar dos tipos de formulaciones de cápsulas, uno que contiene solamente alginato de sodio (A) y la otra hecha con el uso de alginato de sodio y mucílago de chíá (AM) (50:50 p/p) con el uso del método de gelación iónica para emplearlas en la encapsulación de antioxidantes, y para evaluar sus características físicas, la composición fenólica total y caracterización de la superficie por microscopía electrónica de barrido. Las muestras se evaluaron en función de sus diámetros y esfericidad, contenido de humedad y actividad del agua, la capacidad de adsorción o desorción, la eficiencia de encapsulación por la cuantificación de compuestos fenólicos contenidos en la cápsula y la caracterización de la superficie mediante el uso de microscopía electrónica de barrido.

Las muestras mostraron diferencia estadística entre ellas en la evaluación de los diámetros, pero no difieren con respecto a la esfericidad, y este parámetro está demasiado bajo para ambas formulaciones. Se observó que ambas muestras muestran altos resultados en la medición de la humedad y la actividad de agua. Cuando llevado a cabo con sales desecantes para evaluar la capacidad de desorción y/o adsorción de humedad por las muestras de cápsulas, se encontró que la capacidad de desorción de las cápsulas aumenta a medida que se reduce la humedad relativa de la sal aplicada. Las muestras evaluadas para eficiencia de encapsulación presentan valores de 15,68 y 14,92 para las muestras A y AM, respectivamente. Con la aplicación de microscopía electrónica de barrido fue posible evaluar que la muestra A tiene roturas en su superficie, lo mismo ocurre en la formulación de las cápsulas AM, pero puede ver las fibras de mucílago chíá en las grietas en la misma formulación. La superficie de la muestra AM se presentó más suave que la formulación A. Las características de los mucílagos, específicamente de chíá, hace que estos se emplean en el proceso de encapsulación, dirigido a la reducción de defectos en la superficie de las cápsulas, además de aumentar las posibilidades de aplicabilidad de estos compuestos en la industria alimentaria.

Palabras clave: chíá, gelación iónica, encapsulación, antioxidantes.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. JUSTIFICATIVA.....	2
1.2. OBJETIVO GERAL	3
1.3. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	3
2. REVISÃO DE LITERATURA	4
2.1. CHIA (<i>Salvia hispanica</i> L.)	4
2.2. MUCILAGEM DE CHIA.....	6
2.3. ALGINATO DE SÓDIO.....	8
2.5. ENCAPSULAÇÃO.....	10
3. METODOLOGIA	13
3.1. ENCAPSULAÇÃO POR MEIO DE GELEIFICAÇÃO IÔNICA	13
3.2. MEDIÇÃO DE DIÂMETRO.....	14
3.3. FATOR DE ESFERICIDADE (FE)	14
3.4. ATIVIDADE DE ÁGUA (AW).....	15
3.5. UMIDADE (U)	15
3.6. ESTUDO DE ADSORÇÃO OU DESSORÇÃO DE UMIDADE (AD OU DS)	15
3.7. DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS	16
3.8. ANÁLISE DE MORFOLOGIA.....	17
4. ANÁLISE DOS DADOS	18
5. RESULTADO E DISCUSSÃO	19
5.1. DIÂMETROS E FATOR DE ESFERICIDADE	19
5.2. UMIDADE E ATIVIDADE DE ÁGUA	20
5.3. CAPACIDADE DE ADSORÇÃO - DESSORÇÃO DE UMIDADE (AD - DS)	21
5.4. COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS – EFICIÊNCIA DE ENCAPSULAÇÃO	23
5.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	25

6. CONCLUSÕES.....	29
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	31

DEDICATÓRIA

A minha grande mãe, que também é meu pai,

Moralina Domingues Salgado.

Ao meu pai Romeu Salgado e meu avô Antônio Domingues, que foram embora cedo demais...

Dedico!

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida e pelo dom de vivê-la intensamente, por me guiar, me fazer forte e ser presença constante, em todos os passos dados, eternamente grato por sua fidelidade, apesar de mim.

A minha mãe, por estar sempre ao meu lado me ajudando a me tornar o que sou hoje, imensamente grato por a senhora compartilhar dos meus sonhos. Esta conquista é nossa.

Aos meus irmãos: Juliana, Elaine e Júlio e também ao meu sobrinho Pedrinho, obrigado por serem parte da minha vida, amo vocês.

De forma muito especial a duas pessoas extremamente importantes na minha vida, Juliana e Daniel, sou grato pelo apoio em todos os momentos, principalmente desde quando fui para Inconfidentes, obrigado pela amizade e carinho que sempre recebi de vocês, obrigado por serem exemplos de pessoas, companheirismo e amor, amo vocês.

Ao IFSULDEMINAS – *Campus* Inconfidentes, por ter sido minha casa e minha família por longos nove anos, por ter me construído um ser humano diferente e melhor. Gratidão a TODOS os professores e funcionários que aqui tive a honra de conhecer, seguramente eu levo um pouco de cada um de vocês no meu caminhar. Tenho um grande orgulho de fazer parte desta instituição.

A minha orientadora Dr^a. Mariana Borges, pela atenção, amizade, disponibilidade e por ser sempre grandiosa em tudo que faz você é um belo exemplo de professora e de pessoa.

À Dr^a. Ana Cristina Ferreira, pelos dois anos e meio de iniciação científica sob sua orientação, período o qual foi crucial em minha vida acadêmica. Também lhe agradeço pela atenção, ensinamentos, conselhos, paciência e amizade, espero um dia me tornar um profissional tão bom quanto à senhora.

A todos os meus amigos (eles sabem quem são) que tive a imensa sorte de encontrar por todos os lugares por onde eu passei (não foram poucos), sempre levo cada um de vocês em meu coração.

À Dr^a. Maira Segura e Ulil Medina, pessoas que foram essenciais na realização desta investigação e nas atividades que realizei na Universidade Autônoma de Yucatán – Faculdade de Engenharia Química - México.

Ao México, onde passei um dos mais preciosos tempos da minha vida, gratidão!
Não permita Deus que eu morra sem que eu volte para lá...

A todos os meus mais sinceros agradecimentos.

EPÍGRAFE

Quisera eu ter sonhos tão pequenos que não me permitissem ter vontades de voar tão alto...

Oh! Tomara que me abençoes e me alargues as fronteiras, que seja comigo a tua mão e me preserves do mal, de modo que não me sobrevenha aflição! E Deus lhe concedeu o que lhe tinha pedido" (1 Crônicas 4:10).

LISTA DE SIGLAS E ABREVIACÕES

- A** – amostras de cápsulas de alginato de sódio;
- AM** – amostras de cápsulas de alginato de sódio e mucilagem de chía;
- dM** – diâmetro maior (mm);
- dm** – diâmetro menor (mm);
- FE** – fator de esfericidade;
- g** – grama;
- mm** – milímetro;
- mL** – mililitro;
- m** – massa (g);
- v** – volume (mL);
- MEV** – microscópio eletrônico de varredura;
- % EE** – eficiência de encapsulação (%);
- mc** – concentração de fenóis na cápsula (mg/mL);
- mi** – concentração de fenóis iniciais no antioxidante (mg/mL);
- Aw** – atividade de água;
- U** – umidade (%);
- ma,i** – massa da amostra inicial (g);
- ma,f** – massa da amostra final (g);
- A** – adsorção (%);
- D** – dessorção (%);
- % UR** – porcentagem de umidade relativa;
- UV** – ultravioleta;
- nm** – nanômetro;
- °C** – graus celsius;
- FT** – fenóis totais;
- rpm** – rotações por minuto;
- F-C** – Folin – Ciocalteau;
- MgCl₂** – cloreto de Magnésio;
- K₂CO₃** – carbonato de Potássio;
- Mg(NO₃)₂** – nitrato de Magnésio;
- NaNO₃** – nitrato de sódio;
- NaCl** – cloreto de sódio;

FI – fenóis iniciais contidos no antioxidante;

1. INTRODUÇÃO

Com o decorrer dos últimos anos, é possível notar um crescente interesse dos consumidores por alimentos que contenham bom conteúdo nutricional, na grande maioria das vezes esses produtos são de origem vegetal e ricos em vitaminas, minerais, fibras, antioxidantes, entre outros componentes. Aliado a esse crescimento, tem crescido também o interesse pelos benefícios da chia (*Salvia hispanica* L.), uma vez que apresenta conteúdo nutricional de funcionalidade no organismo humano e tem sido alvo das indústrias alimentícias para inserção em formulações de alimentos.

O processo de encapsular materiais sejam eles líquidos, sólidos ou gasosos baseia-se no recobrimento deste com uma camada de material polimérico cujo intuito é conferir proteção ao agente encapsulado das condições do meio onde se encontram, tais como oxigênio, umidade e luz, favorecendo maior estabilidade. Este favorecimento ocorre quando as paredes das cápsulas reduzem a capacidade de troca entre os meios interno e externo, além de promoverem modificações no material que colaboram com seu manuseio e auxiliam na liberação controlada do material encapsulado (NEDOVIC et al., 2011).

São inúmeros os materiais que podem ser encapsulados, como por exemplo, os antioxidantes, lipídeos, minerais, enzimas, corantes, microrganismos, compostos aromatizantes, acidulantes e outros (FANG et al., 2010).

Várias são as técnicas que podem ser aplicadas para encapsulação de compostos, podem ser através de ações físicas, químicas ou físico-químicas. Para eleger a melhor técnica é necessário ter em vista fatores como, características físicas e químicas tanto do material de composição da parede da cápsula quanto do material a ser encapsulado, dimensão requerida

para as cápsulas, aplicabilidade do método e da cápsula obtida, escala e custo de produção, tamanhos de partículas requeridas, propriedades físicas e químicas do núcleo e da parede da cápsula, aplicação do produto final e mecanismos de liberação do ingrediente encapsulado (SPADA, 2011).

Os antioxidantes são substâncias, naturais ou sintéticas que retardam os processos de oxidação que ocorrem nos alimentos, esses processos são responsáveis por alterações na composição, textura, cor e sabor e para prevenir o acontecimento de tais alterações, realiza-se a adição de antioxidantes nas formulações de alimentos. Sua atuação ocorre de diversas maneiras: cessando a cadeia de reações de oxidação ou doando hidrogênios para radicais livres de lipídeos tornando-os incapazes de oxidar, diminuindo com isso a formação de radicais (ANDREO et al., 2007). Segundo Coates (2012), os compostos antioxidantes presentes na chía são julgados como fitonutrientes, uma vez que são compostos fitoquímicos que se apresentam em plantas, que apesar de não serem classificados como uma fonte de energia, vitaminas ou minerais, se são inseridos na dieta para consumo regular, podem contribuir positivamente com a saúde, agindo na prevenção de doenças cardiovasculares, diabetes e hipertensão arterial.

1.1. JUSTIFICATIVA

Nos dias atuais, os consumidores estão em crescente preocupação em relação à saúde e por conta disso optam cada vez mais por tipos de alimentos que apresentem aporte de propriedades funcionais, todavia, produzir alimentos com essas características tem sido um grande desafio para as indústrias de alimentos (QUEIROZ et al., 2014). A utilização das sementes de chia e seus derivados têm sido importantes componentes empregados na formulação de alimentos, visando conferir propriedades específicas, no entanto tem ofertado outras tantas vantagens quando comparada com outras fontes (COATES et al., 1996).

A técnica de encapsular um componente baseia-se em recobrir um material que é denominado ativo com um material de parede pré-determinado, com diversos intuitos, dentre eles, conferir proteção a este material, promover sua liberação controlada sob determinadas condições, esconder sabores, aroma e/ou textura ou apenas veiculá-lo. Conferir proteção a substâncias, como por exemplo, os antioxidantes é uma vantagem de extrema importância do processo de encapsulação, uma vez que esses compostos são altamente prejudicados quando em contato com o oxigênio (SANTOS et al., 2005).

O polissacarídeo mais empregado nos processos de encapsulação é o alginato de sódio, pois forma cápsulas com boas características, tem menor custo quando comparado com outros polissacarídeos, além de não apresentar toxicidade, no entanto as cápsulas formadas podem apresentar porosidade na superfície, reduzindo com isso a eficiência de encapsulação (MORTAZAVIAN et al., 2007). Com o intuito de solucionar tal problema, tem-se realizado estudos com combinações com outros polímeros, como por exemplo, os naturais para garantir maior proteção aos agentes encapsulados (KRASAEKOOPT et al., 2004; GBASSI et al., 2009; CHÁVARRI et al., 2010). Justificando a importância de aplicar o processo de encapsulação, utilizando alginato de sódio e mucilagem de chía, objetivando maior proteção aos antioxidantes encapsulados.

1.2. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral da presente investigação foi elaborar duas formulações de cápsulas, sendo uma contendo somente alginato de sódio e outra formulada com alginato de sódio e mucilagem de chia pelo método de gelificação iônica e empregá-las na encapsulação de antioxidantes.

1.3. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Encapsular compostos de antioxidantes empregando alginato de sódio e combinação de alginato de sódio e mucilagem de chia como material de parede.
- Determinar as propriedades físico-químicas das duas formulações de cápsulas elaboradas.
- Determinar a porcentagem eficiência de encapsulação das cápsulas por determinação de fenóis totais;
- Avaliar a superfície das cápsulas produzidas utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV);

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. CHIA (*Salvia hispanica* L.)

A *Salvia hispanica* L. é uma planta pertencente à família Lamiaceae e do gênero *Salvia*. Essa família é composta por cerca de 170 gêneros e 3.000 espécies distribuídas por diversas regiões, analisando somente a Argentina, existem em torno de 26 gêneros. Sua altura chega a 1m, possui folhas apresentando tamanho e comprimento médio entre 6 e 4 cm, respectivamente, apresenta floração hermafrodita com coloração variando do roxo ao branco (Figura 1) (BUENO et al., 2010; CAPITANI et al., 2012; TOSCO, 2004).

Antigamente as sementes de chia eram utilizadas apenas como matéria prima nas formulações de bebidas conhecida como chia fresca consumida por questões étnicas e religiosas. Somente no ano de 1965 começou a disposição das sementes para fins dietéticos em estabelecimentos comerciais no sudeste da Califórnia e Arizona, posteriormente, finalizando os anos 80 se iniciou seu comércio no mercado dos Estados Unidos, porém voltado para a alimentação de animais domésticos, com isso ocorreu aumento da demanda, venda e produção destas sementes (HICKS, 1966).

Nos dias de hoje o cultivo de chia tem se potencializado em diversos países, como a Austrália, Bolívia, Colômbia, Guatemala, México, Perú e Argentina (BUSILACCHI et al., 2013). Entretanto, o país com maior produção é o México, especificamente no estado de Jalisco, local com potencialidade crescente de exportação de sementes para o Japão, Estados Unidos e Europa (JIMÉNEZ, 2010).

Em relação à produção brasileira, ressaltam-se as regiões do oeste Paranaense e noroeste do Rio Grande do Sul, que tem obtido bons resultados de produção nas últimas safras e realizado investimentos intensivos no cultivo de chia, entretanto há grande deficiência em relação a informações associadas às exigências nutricionais da planta, fator este que influi diretamente na capacidade produtiva da cultura no Brasil (MIGLIAVACCA et al., 2014).

Com base nisso, é notório o aumento do interesse pela chia, uma vez que é uma fonte natural de ácidos graxos ω -3, possui potencial antioxidante e aporta níveis consideráveis de fibra dietética, benefícios que colaboram com que seu uso como alimento tem se expandido por várias partes do mundo. Diversas pesquisas científicas têm retratado os efeitos negativos relacionados ao consumo de gorduras saturadas e *trans*, além de outros estudos que ressaltam a importância da inserção dos ácidos graxos ω -3 na alimentação, pois atuam prevenindo doenças cardiovasculares, câncer, entre outras que estão cada vez mais acometendo a população. (AYERZA et al., 2005).

Estudos feitos por Peiretti e colaboradores (2009) em relação à composição da semente e suas diversas possibilidades de utilização mostrou grande aporte nutricional, com destaque para os conteúdos de ácido α -linolênico (ω -3) e linoleico (ω -6), antioxidantes, fibra dietética e proteína.

A chia também apresenta importantes níveis de compostos fenólicos em sua composição, que agem como antioxidantes naturais possuem propriedades anti-inflamatórias, antitrombóticas e também atuam na prevenção de surgimentos de tumores (ALI et al., 2012).

A indústria de alimentos está em constante busca por substituições nas formulações de alimentos por ingredientes que aumentem o valor nutricional destes produtos, sem, contudo, comprometer suas características organolépticas, diante desta busca, a chia tem se mostrado eficaz dentro desse contexto, pois agrega valor nutricional ao produto, além de possuir alta capacidade de retenção de óleo e água (OLIVOS-LUGO et al., 2010).

Figura 1. Cultivo de Chia.



Fonte: (DI SAPIO, 2008).

2.2. MUCILAGEM DE CHIA

Na busca por ampliar as aplicações industriais das mucilagens, esses materiais são extraídos de extratos de algas e plantas, exsudados de arbustos e árvores, farinhas, grãos, sementes, além de poderem ser obtidos de processos fermentativos. Sua capacidade de formar ligações com as moléculas de água, ou seja, comportar-se com um material hidrofílico, está associada à presença de uma grande quantidade de hidroxilas em sua estrutura (MILANI et al., 2012).

A mucilagem é um composto pertencente à fração polissacarídica das plantas que funciona como reservatório de água, industrialmente, quando adicionado em água tem capacidade de formação de géis (CÁRDENAS et al., 1998).

De acordo com estudos realizados por Gômes e Colín (2008) a mucilagem de chia apresenta grande utilidade como fibra solúvel e pode ser inserida em dietas.

Capitani e colaboradores (2012) relatam que a mucilagem apresenta ampla capacidade de retenção e absorção de água e por essa característica pode ser empregada como agente emulsionante e estabilizante de emulsões, essas funcionalidades conferem potencialidades para que a mucilagem de chia seja utilizada em diversas aplicações na indústria de alimentos.

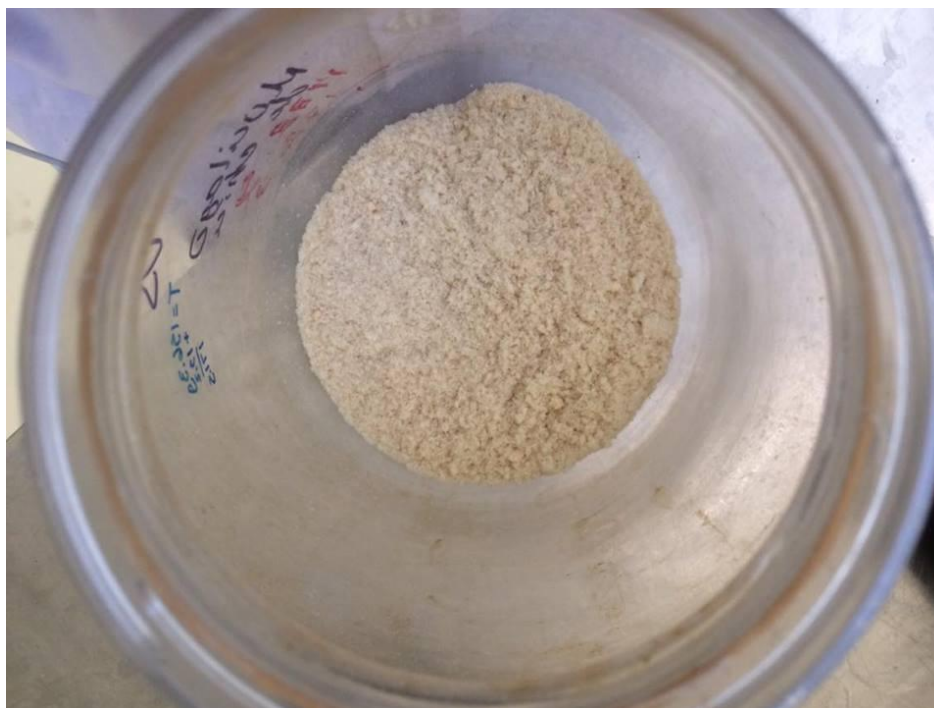
O gel que se forma com a hidratação da mucilagem favorece a formação de uma barreira física entre carboidratos e as enzimas digestivas que os quebram, com isso ocorrem

grandes reduções da conversão de carboidratos em açúcares, enquanto aumenta a sensação de saciedade (RUBIO, 2002).

As mucilagens, atualmente, são vastamente empregadas em um grande número de setores industriais para realizar uma diversidade de funções, como espessar e/ou gelificar soluções aquosas, estabilizar espumas, modificar e/ou controlar as propriedades de textura dos alimentos e bebidas, inibir a formação de cristais de gelo e de açúcar e controlar a liberação de sabores, aromas, como no caso de aplicações como materiais de paredes em encapsulação, além de também terem a capacidade de modificar as propriedades de deformação de produtos semissólidos (FANI, 2012).

A mucilagem de chia, após total hidratação, tem capacidade de formar um encapsulado transparente e contínuo com a espessura média em torno de $414 \pm 35 \mu\text{m}$. Sua viscosidade máxima é atingida após 2 horas em hidratação (MUÑOZ et al., 2012).

Figura 2. Representação da mucilagem de chia.



Fonte: Próprio autor.

2.3. ALGINATO DE SÓDIO

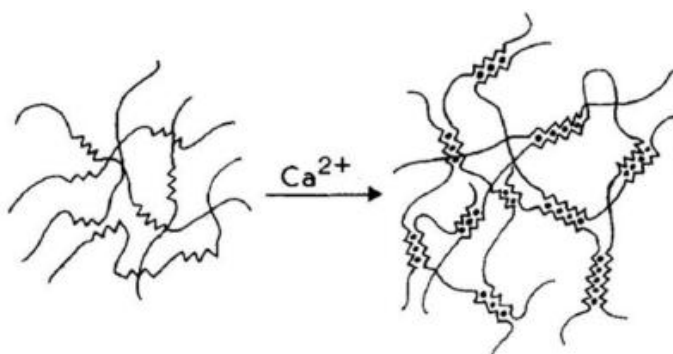
O alginato de sódio é amplamente aplicado nas indústrias de alimentos em função de suas inúmeras propriedades, como por exemplo, a capacidade de retenção de água, excelente propriedade gelificante e estabilizante, além de ser capaz de realizar modificações relacionadas com a viscosidade de meios aquosos (SANTOS, 2012).

O alginato é o polissacarídeo mais empregado para realização de encapsulação de compostos, por apresentar características como, baixo custo, não ser tóxico e ter boa formação de uma matriz ao redor do encapsulado, porém as cápsulas formadas apresentam poros em sua superfície, tornando-as sensíveis as condições do meio, como por exemplo, acidez (MORTAZAVIAN et al., 2007). Buscando sanar esse problema, pesquisadores têm buscado utilizar combinação desse polissacarídeo com outros polímeros, a fim de garantir maior proteção ao composto encapsulado (KRASAEKOOPT et al., 2004; GBASSI et al., 2009; CHÁVARRI et al., 2010).

O alginato de sódio tem capacidade de formar um gel com alta versatilidade, podendo ser empregados combinados com outros compostos, visando agregar benefícios para diversas aplicações, como por exemplo, a liberação controlada de agentes encapsulados (BHUTANI et al., 2015).

As paredes de cobertura formadas pelo alginato de sódio conferem inúmeros benefícios às cápsulas, dentre eles destacam-se a baixa permeabilidade ao oxigênio e resistência mecânica (NIETO, 2009). Xiao e colaboradores (2014) ressaltam em seu estudo que mesmo existindo diversos relatos em relação a estruturas de alginato de sódio, o seu processo de formação é altamente complexo e ainda não está bem explicado.

Figura 3. Estrutura formada pela reação entre alginato de sódio e íons de cálcio do banho entrecruzante.



Fonte: (CHRISTENSEN et. al, 1990).

2.4. ANTIOXIDANTES

Segundo Pietta (2000), antioxidantes são compostos que reduzem a velocidade da oxidação com uso de diversos mecanismos, por exemplo, a complexação com metais e inibição de radicais livres. Existem diversos tipos de antioxidantes que podem ser sintéticos ou naturais e, para serem inseridos na alimentação, estes devem ser conhecidos como seguros para a saúde, dentre os antioxidantes sintéticos mais importantes pode-se citar o hidroxianisol de butila (BHA) e o hidroxitolueno de butila (BHT), enquanto dentre os naturais pode-se destacar o ácido ascórbico, vitamina E e o β - caroteno.

Nos dias atuais vem crescendo constantemente a busca por alimentos que contenham antioxidantes, aliado a esse crescimento, tem crescido também a busca por informações mais relevantes em relação aos benefícios que esses alimentos proporcionam para a saúde (PROTESTE, 2015).

Os antioxidantes naturais estão presentes nas especiarias, grãos de café, soja, arroz, óleos vegetais, verduras e frutas, porém os que estão presentes em frutas e vegetais são os mais efetivos na prevenção de doenças relacionadas ao estresse oxidativo, além de ser os mais consumidos (JIMÉNEZ, 2010).

Todos os organismos vivos estão extremamente sujeitos à atividade de oxidação e, com isso, vários estudos têm demonstrado a importância de inserir substâncias antioxidantes na alimentação diária, buscando com isso conferir uma ação de proteção efetiva contra estes processos de oxidação que ocorrem no organismo. Pesquisas relacionadas ao assunto evidenciam que existe uma gama de doenças que estão associadas substâncias de oxigênio ativo (ROS), dentre elas encontram-se o câncer, diabetes, malária, aterosclerose, artrite, AIDS, doenças do coração e também ao processo de envelhecimento do corpo (DEGÁSPARI et al., 2004).

Existem 13 aditivos que são permitidos para aplicação em alimentos e são classificados como antioxidantes e podem ser inseridos em diversos tipos de alimentos, com o intuito de aumentar a vida de prateleira destes produtos, dentre eles destacam-se o ácido ascórbico, ácido cítrico, BHT (butil-hidroxitolueno) e BHA (butil-hidroxianisol) (BRASIL, 1988).

A semente de chia apresenta uma oxidação mínima devido ao seu conteúdo de antioxidantes (miricetina, quercetina, kaempfenol e ácido cafeico), devido a este fator esta tem sido alvo de estudos e aplicações para a indústria alimentícia, sementes como a linhaça

são importantes fontes de ômega 3, porém não apresentam antioxidantes em sua composição, fato este que gera uma decomposição acelerada (TOSCO, 2004).

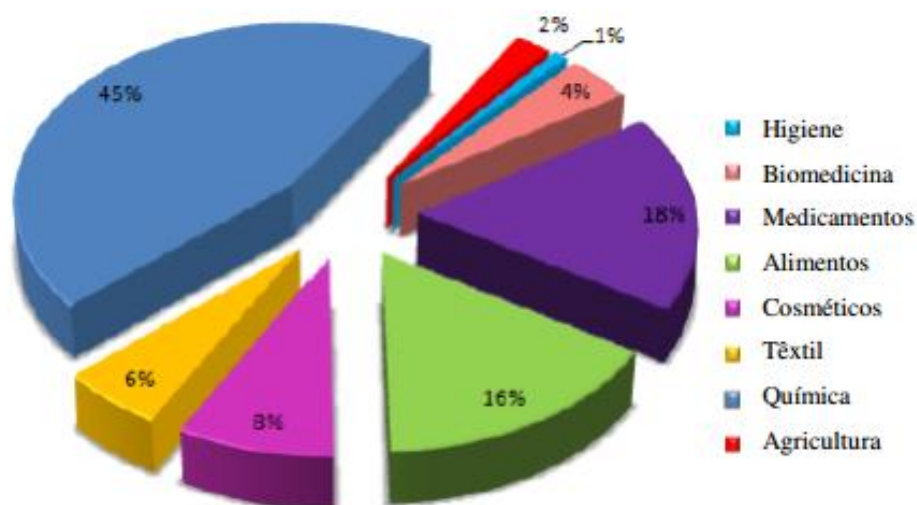
2.5. ENCAPSULAÇÃO

De maneira geral, pode-se definir encapsulação como sendo um processo de empacotamento de partículas sólidas, líquidas ou gasosas, com o intuito de protegê-las de determinadas condições adversas do meio, tais como oxigênio, umidade, luz, além de possíveis interações com outros compostos, conseguindo com isso aumentar sua disponibilidade para consumo, estabilidade e controlar sua liberação em determinadas condições (SHAHIDI et al., 1993). Este processo passou a ser aplicado na indústria de alimentos no século XX, por Griffin, que aplicou a técnica na preparação de óleo concentrado (GRIFFIN, 1951).

Hanafi e colaboradores (2000) ressaltam em seu estudo que a técnica de encapsular compostos tem ganhado cada vez mais aplicabilidade e utilização nas mais diversas áreas, como por exemplo, agricultura, farmacêutica e a alimentícia.

Na indústria de alimentos a técnica de encapsulação é utilizada com diversos intuítos, entre eles, pode se destacar a proteção conferida ao material encapsulado da degradação ocorrente pelas condições do ambiente, promover liberação controlada deste material, mascarar sabores desagradáveis, entre outros (ONWULATA, 2012). Além da área alimentícia a técnica de encapsulação está sendo aplicada em outras áreas, como pode ser analisado na figura 3.

Figura 4. Distribuição estatística das diferentes áreas de aplicação da encapsulação.



Fonte: MAIA (2013).

Quando se realiza o processo de encapsulação de um composto, tem-se controle efetivo da liberação deste no momento, local e dosagem desejada, esta é uma função de grande importância para este método, uma vez que aumenta efetividade e diminui doses aplicadas de aditivos, além de aumentarem as possibilidades de aplicações dos compostos que estão encapsulados (GOUIN, 2004).

Na prática, o material encapsulado é conhecido como material de recheio, ativo ou fase interna, já o material que compõe a parede pode ser chamado de membrana, material de parede, cápsula, carregador ou casca (GIBBS et al., 1999).

De acordo com Jackson e Lee (1991), o formato final das cápsulas varia de acordo com o método de encapsulação e material de cobertura adotado. Esses parâmetros podem ser modificados visando atingir características específicas e ideais relacionadas ao tamanho das cápsulas, estrutura, composição, custo, liberação do material ativo e principalmente, aplicação final das microcápsulas (DESAI et al., 2005).

Existem fatores que exercem grande influência na escolha de um agente encapsulante, dentre eles, destaca-se a tendência de reatividade entre este e o material ativo, a técnica de encapsulação aplicada, além da liberação ideal do material encapsulado. São diversos os materiais disponíveis que podem ser aplicados como material de parede, como por exemplos, as proteínas (glúten, caseína, gelatina e albumina), as celuloses (carboximetilcelulose, acetilcelulose, nitrocelulose); as gomas (goma arábica, ágar, alginato e carragena); os lipídios (parafina, mono e diacilgliceróis, óleos e gorduras); os carboidratos (amido, amidos modificados, dextrinas e sacarose); os materiais inorgânicos (sulfato de cálcio e silicatos) (JACKSON et al., 1991).

São inúmeras as técnicas de encapsulação que podem ser aplicadas e esse número tende a um constante crescimento, de acordo com pesquisas de novos materiais constituintes de parede aliadas a necessidade de encapsular específicos materiais ativos. Na busca de determinar uma técnica adequada de encapsulação, deve-se levar em consideração o tipo de material a ser encapsulado, a aplicabilidade das técnicas disponíveis, além do tipo de liberação desejada do material ativo (VILA JATO, 1999).

Os métodos de encapsulação podem ser físicos, químicos ou físico-químicos, dentre os métodos físicos, os mais estudados são *spray cooling* (solidificação de gotículas líquidas por resfriamento), *spray drying* (secagem de gotículas líquidas em uma corrente de ar quente), e extrusão (formação microsferas por meios mecânicos). Em relação aos métodos químicos, são conhecidos a polimerização interfacial (reação de polimerização no limite entre duas soluções, uma delas contendo o material ativo em suspensão) e a inclusão molecular (encapsulação uma determinada moléculas por outras). Tratando-se dos métodos físico-químicos destaca-se o envolvimento lipossômico (utilização por membranas lipídicas) e a coacervação/separação de fases (separação do polímero encapsulante de um meio líquido e sua precipitação na superfície do material ativo disperso no mesmo meio) (RÉ, 2000b).

O método de gelificação iônica pode ser classificado como interno ou externo, de acordo com a fonte onde se encontra o agente gelificante, classifica-se como interno quando o agente gelificante encontra-se no interior da cápsula formada e externo quando na parte exterior, ou seja, no banho entrecruzante. Nesta investigação foi aplicada a gelificação iônica externa e o agente gelificante foi o cálcio. Esta técnica de encapsulação ocorre com a mistura do material ativo com o material encapsulante e a mesma é passada por uma agulha com orifício de dimensão estabelecida de acordo com as características desejadas para a cápsula, formando-se gotas que são mantidas em banho de solução de cloreto de cálcio, a gelificação da cápsula ocorre a partir da interação entre os íons de cálcio e o polissacarídeo utilizado (BUREY et al., 2008). De acordo com Poncelet e colaboradores (1992), este método confere cápsulas uniformes, de qualidade, com ideal capacidade de troca entre os meios internos e externos, grande período de armazenagem além de baixa tendência a ruptura, por outro lado, o método tem baixa aplicabilidade em escala industrial, uma vez que seria necessário grande número de agulhas para manter uma produção constante, além do alto risco de entupimento da agulha.

3. METODOLOGIA

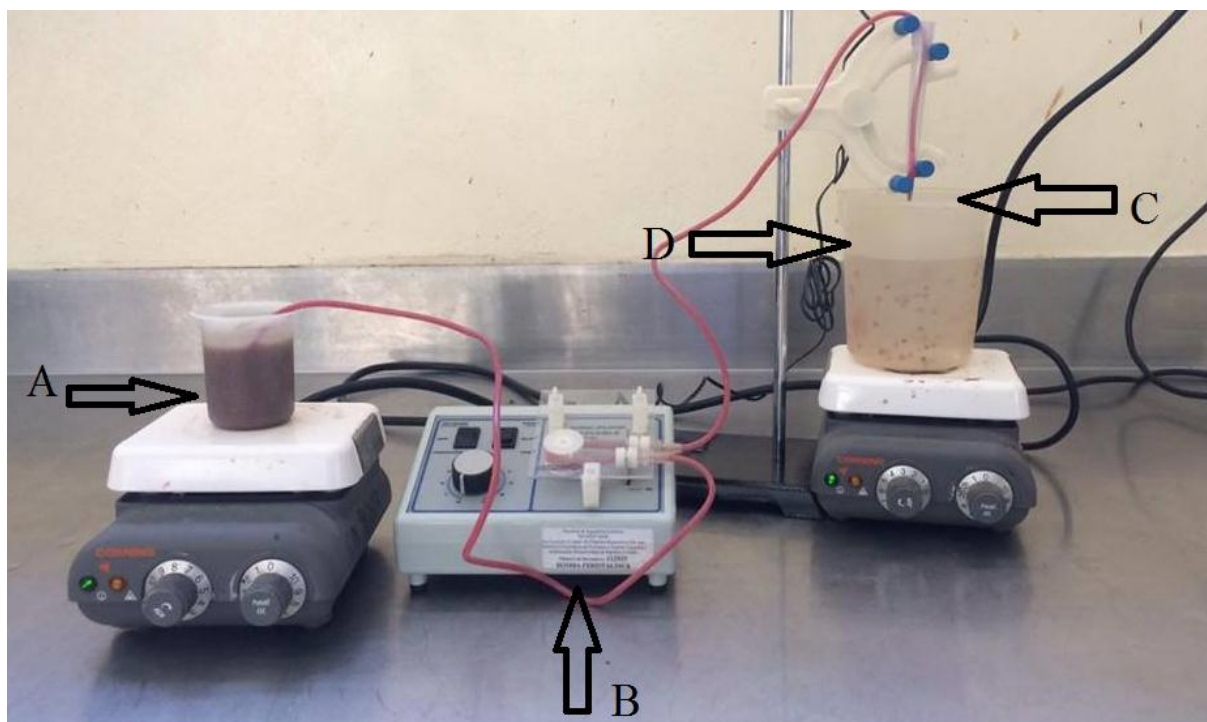
A elaboração das cápsulas e as análises de caracterização físico-química foram realizadas nos laboratórios de Ciência dos Alimentos, Biotecnologia e Análise Instrumental da Faculdade de Engenharia Química (FIQ) – Universidade Autônoma de Yucatán, a caracterização microscópica da superfície das cápsulas foi realizada no Centro de Investigação e Estudos Avançados do Instituto Politécnico Nacional, todos localizados na cidade de Mérida, Yucatán – México.

3.1. ENCAPSULAÇÃO POR MEIO DE GELEIFICAÇÃO IÔNICA

Foram preparadas duas formulações das cápsulas, sendo uma contendo alginato de sódio (Sigma-Aldrich[®]) e mucílagem de chía (50:50 p/p) (AM) e outra contendo somente alginato de sódio (A) para encapsulação de antioxidante comercial (VitaMia[®] - Mix de antioxidantes contendo extrato de açaí, extrato de noni, mirtilio, ácido ascórbico, chá verde, tocoferol, estearato de magnésio, extrato de semente de uva, coenzima Q10, astaxantina), essas gomas foram dispersas em água deionizada, na proporção de 2%. Com as gomas dissolvidas em água se adicionou antioxidante em pó (5%), essa mescla foi submetida à agitação em agitador magnético (Corning/Stirrer Hot Plate). Para obtenção das cápsulas, as emulsões preparadas passaram por uma bomba peristáltica (Mini-Pump/variable flow) a uma velocidade de 0,17 ml/s com uma mangueira Masterflex[®] de 2 mm de diâmetro interno, deixando cair gota a gota em uma solução de cloreto de cálcio (2%) com agitação magnética e

altura de 3 cm entre a agulha e esta solução. Depois de formadas, as cápsulas foram mantidas nessa mesma solução por 20 minutos, correspondendo ao tempo de entrecruzamento.

Figura 5. Estrutura utilizada no processo de gelificação iônica. A – Dissolução de alginato de sódio e/ou alginato de sódio e mucilagem de chía (50:50 p/p) + antioxidante em água desionizada. B – Bomba peristáltica. C – Agulha com diâmetro pré-determinado para liberação das cápsulas. D – Banho entrecruzante de CaCl_2 .



Fonte: Próprio autor.

3.2. MEDIÇÃO DE DIÂMETRO

O diâmetro das cápsulas foi determinado a partir da medição de uma amostra de 30 cápsulas de cada formulação preparada, com uso de um paquímetro de exatidão de 0.01 mm (Mitutoyo/solar absolute magnetic). Para cada unidade da amostra se realizou medição do diâmetro maior (dM) e diâmetro menor (dm) (ASHA et al., 2011).

3.3. FATOR DE ESFERICIDADE (FE)

Este parâmetro foi calculado por meio da relação entre os diâmetros avaliados, conforme descrito no ítem 3.2 e substituição na equação (1).

$$FE = \left(\frac{dM - dm}{dM + dm} \right) \quad (1)$$

Onde:

FE = fator de esfericidade

dM = diâmetro maior (mm)

dm = diâmetro menor (mm)

3.4. ATIVIDADE DE ÁGUA (AW)

A atividade de água das cápsulas foi determinada utilizando o equipamento Aqua Lab (dew point water activity meter 4 TEV) (NOM, 2008). A Aw é um parâmetro que relaciona a pressão de vapor de água de um alimento e a pressão de vapor da água pura em uma mesma temperatura (BADUI, 2006).

3.5. UMIDADE (U)

A avaliação da umidade das cápsulas foi determinada de acordo com a AOAC, 1997 (método 925, 01), mantendo as amostras em estufa a 105°C até peso constante, posteriormente, com as massas da amostra seca e úmida fez-se uso da equação (5).

$$\% U = \left(\frac{ma,i - ma,f}{ma,i} \right) \times 100 \quad (5)$$

Onde:

% U = porcentagem de umidade

ma,i = massa inicial da amostra

mf,i = massa final da amostra

3.6. ESTUDO DE ADSORÇÃO OU DESSORÇÃO DE UMIDADE (AD OU DS)

Para avaliação da ocorrência de adsorção ou desorção de umidade pelas amostras, realizou-se um tratamento utilizando cinco sais com diferentes porcentagens de umidades relativas (%UR), de acordo com a tabela 1. Inicialmente tomou-se

aproximadamente 3 g de cada uma das amostras em um cadinho previamente posto a peso constante e este foi transferido para um dessecador, onde continha um vidro de relógio com uma solução saturada de cada um dos sais apresentados na tabela 1, transcorridas 24 horas de experimento, aferiram-se novamente as massas das amostras e a ocorrência de adsorção ou dessorção foi determinada de acordo com a equação (5).

$$\% \text{ AD ou DS} = \left(\frac{m_{a,i} - m_{a,f}}{m_{a,i}} \right) \times 100 \quad (5)$$

Onde:

% AD ou DS = porcentagem de adsorção ou dessorção ocorrida;

$m_{a,i}$ = massa da amostra inicial (g);

$m_{a,f}$ = massa da amostra final (24 horas de ensaio);

Tabela 1. Sais utilizados e suas respectivas porcentagens de umidades relativas.

Sais	% UR
Cloreto de Magnésio - $MgCl_2$	33,3
Carbonato de Potássio - K_2CO_3	44,4
Nitrato de Magnésio - $Mg(NO_3)_2$	53,8
Nitrato de Sódio - $NaNO_3$	66,2
Cloreto de Sódio - $NaCl$	76,4

Fonte: Próprio autor.

3.7. DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS

Para quantificação do conteúdo de fenóis totais (FT) utilizou-se o método Folin-Ciocalteu (F-C) descrito por Sousa e colaboradores (2007) com algumas modificações, a preparação do reagente F-C foi feita misturando este com água destilada (1:10). As amostras foram centrifugadas em microcentrífuga (Thermo Scientific/Heraus Fresco 17 Centrifuge) nas condições de 6000 rpm por 10 minutos a 25°C e sem seguida tomou 100 µL desta amostra e misturou-se com 500 µL do reativo F-C, agitando o tubo por 30 segundos e deixando em descanso por 2 minutos, após este tempo agregou-se a cada tubo 400 µL de carbonato de sódio (75 mg/mL) e estes foram mantidos em banho-maria a 50°C por 15 minutos e resfriadas a temperatura ambiente sob obscuridade. Após resfriadas, as amostras foram lidas em

espectrofotômetro (Thermo Scientific/Evolution 220 UV – Visible Espectrophotometer) na região do visível, a 760 nm. As análises foram realizadas em duplicata para o branco e o padrão e em triplicata para cada uma das amostras. O teor de fenóis totais foi determinado pela interpolação da absorbância das amostras contra uma curva de calibração, construída com padrão de ácido gálico (0 – 140 µg/mL) e expressa como mg de EAG (equivalentes de ácido gálico). O conteúdo de fenóis foi determinado para as cápsulas e para o antioxidante antes de ser encapsulado e com esses dois valores, calculou-se a eficiência de encapsulação (E.E), utilizando a equação (5).

$$\% E. E = \left(\frac{mc}{mi} \right) \times 100 \quad (4)$$

Onde:

% E.E = porcentagem de eficiência de encapsulação

mc = concentração de fenóis na cápsula (mg/mL)

mi = concentração de fenóis inicial no antioxidante (mg/mL)

3.8. ANÁLISE DE MORFOLOGIA

A análise de morfologia das amostras foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), de acordo com os procedimentos descritos por Rosenberg e Young (1993). Nesta análise, primeiramente as amostras foram desidratadas em álcool 70, 90 e 100%, sendo 1 mL por amostra e tempo de contato de 10 minutos para cada um dos álcoois aplicados, em seguida as amostras foram secas em secador (Quorum/K 850) a ponto crítico com CO₂ anidro (1100 Psi/31°C), em seguida as amostras foram fixadas na placa de análise utilizando prata coloidal e levadas para um metalizador (Quorum/Q 150R ES) para receberem uma fina camada de liga metálica composta de ouro e paládio. Após a metalização, as amostras foram observadas em um microscópio eletrônico de varredura (Philips – XL30 ESEM), operando com 10 kV.

4. ANÁLISE DOS DADOS

Os resultados obtidos foram analisados por ANOVA/teste t, com nível de confiança de 95%, utilizando-se o programa computacional Sensomaker[®] (PINHEIRO et al. 2013). Os resultados obtidos foram expressos como média \pm desvio padrão.

5. RESULTADO E DISCUSSÃO

5.1. DIÂMETROS E FATOR DE ESFERICIDADE

A Tabela 2 mostra os resultados médios obtidos ao analisar o diâmetro das cápsulas, bem como o fator de esfericidade calculado a partir deste diâmetro.

Tabela 2. Análise dimensional das cápsulas.

Parâmetros Analisados	A	AM
dM (mm)	3,33 ± 0,28 ^a	3,59 ± 0,33 ^b
dm (mm)	2,85 ± 0,34 ^a	3,01 ± 0,17 ^b
FE	0,0806 ± 0,05 ^a	0,0901 ± 0,05 ^a

Fonte: Próprio autor.

*Médias seguidas pela mesma letra, em uma mesma linha, não diferem estatisticamente entre si pelo teste t a $p \leq 0,05$.

Baseado na análise dos dados de diâmetro das cápsulas mostrados na Tabela 1 é possível verificar que ao formular as cápsulas com a mucilagem de chia, estas se apresentam com maiores tamanhos, diferenciando-se estatisticamente das cápsulas formuladas somente com alginato de sódio, tanto em relação ao diâmetro maior quanto ao menor. Isso pode ser explicado uma vez que as mucilagens possuem alta capacidade de absorverem água, assim formando cápsulas com maiores dimensões. Lemoine (1998) relata em seu estudo que formulações elaboradas com baixas concentrações de alginato conferem cápsulas com menores tamanhos.

O intuito da elaboração das cápsulas neste trabalho foi a inserção destas na composição de gelatinas, assim foi selecionada uma agulha com orifício de saída que promovesse cápsulas com maiores dimensões, acreditando com isso que estas não gerariam um impacto sensorial negativo no produto onde foram inseridas. Bressel e colaboradores (2008) ressaltam em sua investigação que o tamanho das cápsulas varia de acordo com a finalidade da mesma, seu estudo buscou elaborar cápsulas uniformes em relação à forma e tamanho, utilizando o alginato como matriz encapsulante de células vivas. Os pesquisadores ressaltam que cápsulas aplicadas para encapsulação de células vivas geralmente apresentam diâmetro menor que 1 mm, essa dimensão permite que a relação superfície/volume permita melhores condições de oxigenação e nutrientes.

Yúfera (2005) relata em seus resultados diâmetros de cápsulas variando entre 199 a 526 μm . Já Rodrigues (2006), em sua pesquisa com encapsulados, testou diferentes concentrações de alginato e obteve diâmetros que variaram em torno de $180,9 \pm 21,3 \mu\text{m}$.

A determinação de dimensões das cápsulas é realizada, uma vez que esse parâmetro também é analisado para monitoramento de processos na indústria e desempenho de produtos, no caso de encapsulados, pode ser um fator determinante para inserção deste em um determinado produto.

Em análise do fator de esfericidade, observa-se que as duas amostras avaliadas não apresentaram diferença estatística entre si. Santos (2012) ressaltam que a variação deste fator está entre 0,0 a 1,0, sendo que valores mais próximos de 1,0 são alcançados quando se tem uma esfera perfeita. A partir dessa variação é possível perceber que foram obtidos valores muito baixos para o fator de esfericidade, ou seja, obtiveram-se cápsulas pouco esféricas.

O tamanho das cápsulas formadas é dependente de vários fatores, dentre eles: tipo e concentração do alginato, diâmetro da agulha de gotejamento, velocidade do equipamento utilizado para rotacionar o banho entrecruzante, tempo de rotação, distância entre a agulha e solução de cloreto de cálcio, etc. (MOFIDI, 1999).

5.2. UMIDADE E ATIVIDADE DE ÁGUA

A Tabela 3 mostra os resultados médios obtidos ao analisar a porcentagem de umidade e atividade água das cápsulas.

Tabela 3. Resultados dos teores de umidade e atividade de água das cápsulas.

Parâmetros Analisados	A	AM
U (%)	93,06 ± 0,09 ^a	93,63 ± 0,84 ^a
Aw	0,93 ± 0,005 ^a	0,95 ± 0,001 ^a

Fonte: Próprio autor.

*Médias seguidas pela mesma letra, em uma mesma linha, não diferem estatisticamente entre si pelo teste t a $p \leq 0,05$.

Analisando os dados da Tabela 3, nota-se que as amostras apresentam valores de umidade de 93,06 e 93,63 para as amostras A e AM, respectivamente, não apresentando diferença estatística entre si a um nível de confiança de 95%. Em relação à Aw, as amostras também não apresentaram diferença estatística significativa e encontraram-se valores de 0,93 para a amostra A e 0,95 para a amostra AM.

A composição de água das cápsulas é um fator determinante, pois está ligada a estabilidade química e microbiológica, além de exercer influência na conservação e viabilidade dos antioxidantes encapsulados. É possível observar também que ambos os parâmetros acima analisados apresentam-se com resultados elevados e mesmo não apresentando diferença estatística entre si, a Aw da amostra AM apresenta-se um pouco mais alta, isso pode ser explicada pela maior capacidade de absorção de água da mucilagem de chia.

Resultados semelhantes em relação à umidade de cápsulas formuladas a base de alginato de sódio foram encontrados em pesquisa realizada por MUKAI-CORREA e colaboradores (2005) que trabalhou com a caracterização de microcápsulas contendo caseína e gordura vegetal hidrogenada, obtidas com emprego do método gelificação iônica, nesta investigação os autores encontraram valores de umidade das cápsulas de 90%.

5.3. CAPACIDADE DE ADSORÇÃO - DESSORÇÃO DE UMIDADE (AD - DS)

Em análise dos valores relacionados na Tabela 4, onde é possível relacionar os valores de Aw das amostras das cápsulas e dos sais utilizados para avaliação da perda de umidade, é possível perceber a ocorrência de dessorção de umidade das amostras para os sais em todos os ensaios, uma vez que todos apresentam %UR e Aw inferiores a esses mesmos parâmetros medidos nas cápsulas.

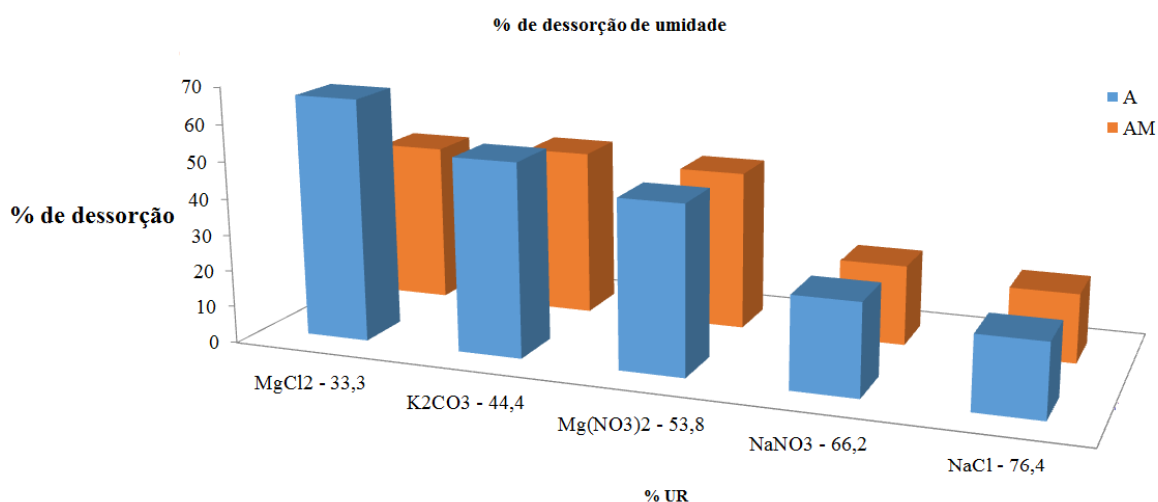
Tabela 4. Relação de %U e Aw das amostras e dos sais aplicados no experimento.

Variações	%U	Aw
A	93,06	0,93
AM	93,66	0,95
MgCl ₂	33,3	0,327
K ₂ CO ₃	44,4	0,438
Mg(NO ₃) ₂	53,8	0,528
NaNO ₃	66,2	0,743
NaCl	76,4	0,753

Fonte: Próprio autor.

Na execução deste ensaio, aferiram-se as massas iniciais e finais das amostras, assim foi possível calcular, a partir da equação (5) do item 3.9 a % de adsorção ou dessorção ocorrida em cada tratamento por diferentes sais e conseqüentemente diferentes umidades relativas, como pode ser visto na Figura 6.

Figura 6. Porcentagem de dessorção das cápsulas, sob diferentes condições de umidade relativa.



Fonte: Próprio autor.

A figura acima mostra que a amostra A apresenta maior % de dessorção (66,33%) posta em conto com o sal de menor %UR (33,3 - MgCl₂) e menor % de dessorção (43,87%) quando o experimento foi realizado com sal de maior %UR (76,4% - NaCl).

Em relação à amostra AM, a maior perda de umidade foi de 45,40% e verificada no sal de %UR igual 44,40 (K_2CO_3), e seu comportamento de menor perda de umidade (18,8%) foi confirmado no mesmo sal da amostra A (18,8% - NaCl).

É de grande importância determinar o comportamento das cápsulas frente a diferentes condições de umidade relativa, uma vez que isso responde em relação a sua estabilidade as condições diversas de armazenamento, tipo de material que deve ser empregado como embalagem que promoverá maior vida útil, visando maior proteção dos antioxidantes que também podem ser perdidos de acordo com a taxa de perda de água, além de este comportamento estar associado a empregabilidade final das cápsulas.

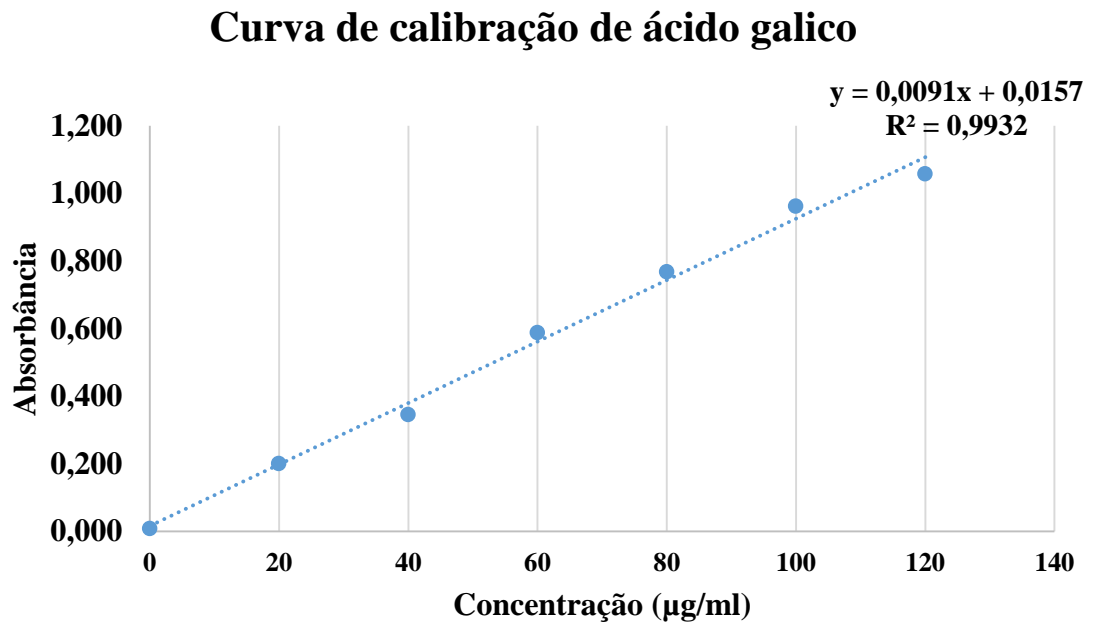
O comportamento das amostras perante as %UR de cada sal é o esperado, uma vez que quando se coloca diferentes substâncias, com diferentes %UR em um mesmo ambiente, essas substâncias tendem a interagirem para equilibrarem-se em relação ao seu conteúdo de umidade, com essa ocorrência os compostos que apresentam maior A_w perdem umidade, de acordo com sua capacidade de dessorção, do mesmo modo, os que possuem A_w mais baixas ganham umidade, baseado em sua capacidade de adsorção.

5.4. COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS – EFICIÊNCIA DE ENCAPSULAÇÃO

A eficiência da encapsulação define a concentração de substância ativa que foi retida no interior das cápsulas e esta associada, dentre muitos fatores, à afinidade entre o material compositor da parede da cápsula e a substância encapsulada.

A concentração fenólica total foi determinada a partir da absorbância lida na análise e utilizando a equação da reta obtida da curva de calibração de ácido gálico representada na figura. A eficiência de encapsulação foi calculada com base na equação (4), descrita no 3.10.

Figura 7. Representação da curva de calibração de ácido gálico.



Fonte: próprio autor.

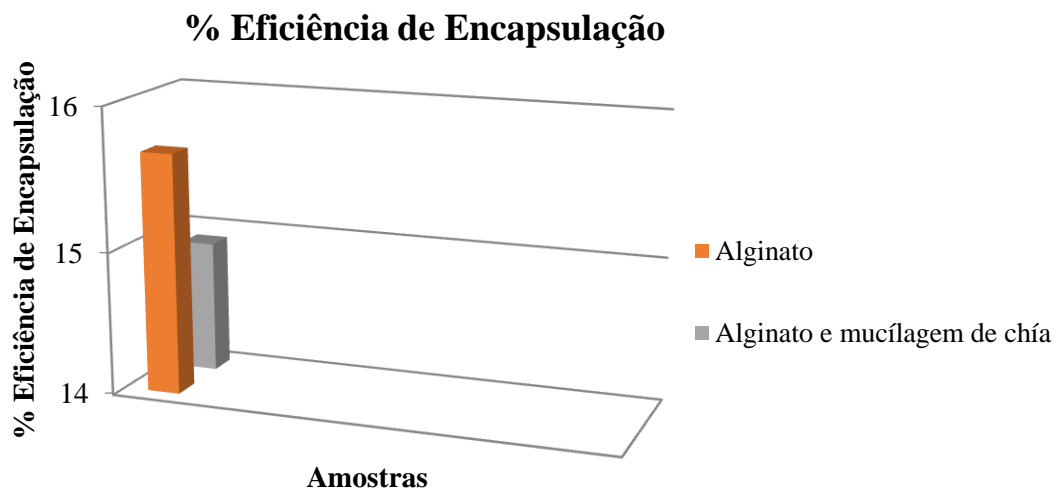
A Tabela 5 mostra as concentrações médias de fenóis encontradas na análise das cápsulas após o tratamento com cada sal, além da concentração fenólica analisada no antioxidante inicial (sem encapsulação).

Tabela 5. Concentrações de fenóis analisadas nas cápsulas e no antioxidante inicial.

Amostras	Concentração média de fenóis (mg/mL)	Eficiência de encapsulação média (%)
A	0,299	15,68
AM	0,284	14,92
FI	1,905	- -

Fonte: Próprio autor.

Figura 8. Eficiência de encapsulação das amostras.



Fonte: Próprio autor.

Relacionando os valores de eficiência de encapsulação encontrados nesta investigação com outras publicações verificam-se estes se encontram baixos, isso pode ser explicado devido a grande quantidade de fissuras nas superfícies das cápsulas que podem ter influenciado a liberação do antioxidante.

Rocha e colaboradores (2012) realizou encapsulação de licopeno empregando amido modificado na composição da parede das cápsulas. Seus resultados para a eficiência de encapsulação do composto variou entre 21 a 29% e as cápsulas quando analisado em MEV apresentaram-se arredondadas e com variações de tamanho.

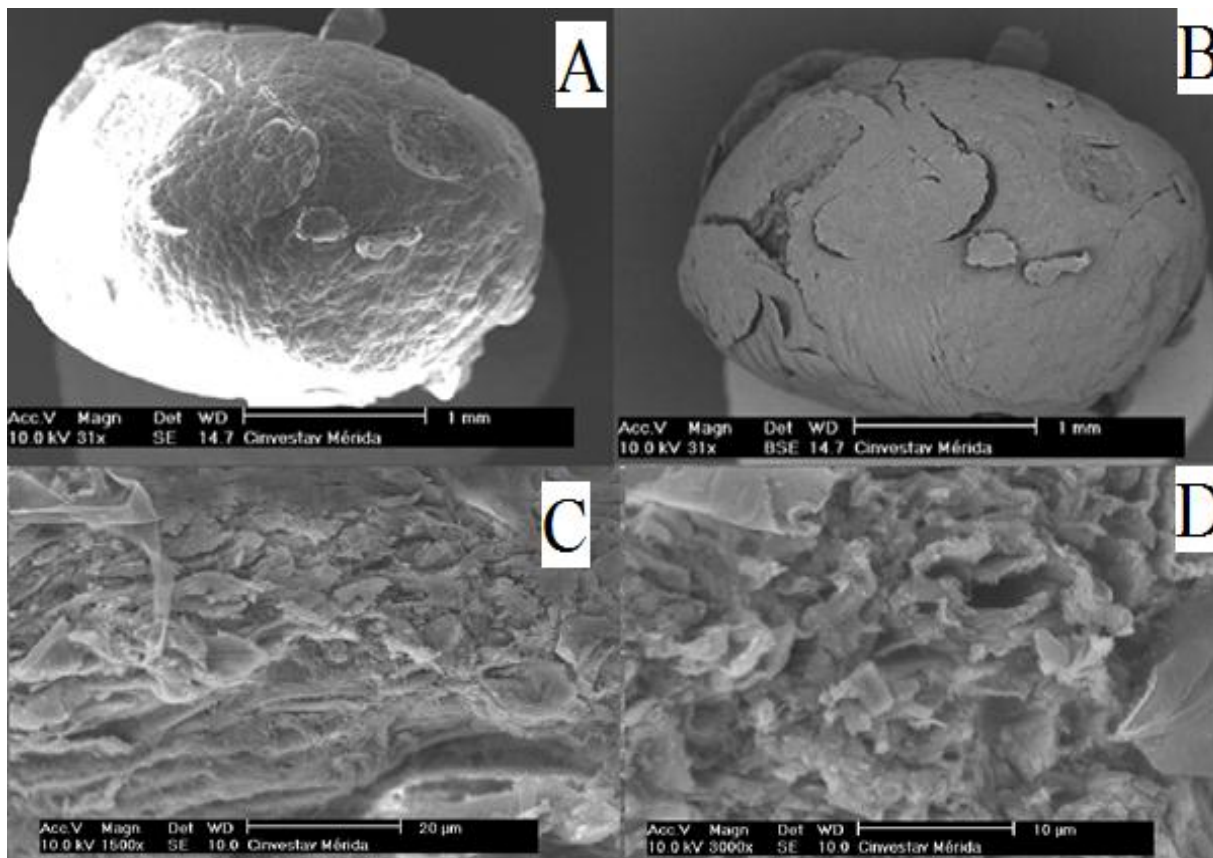
De acordo com Rosa (2012), que empregou a encapsulação de extrato de amora-preta, composto rico em compostos fenólicos, pelo método de liofilização, a eficiência de encapsulação está estritamente associada ao tipo de material de parede empregado.

5.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A morfologia externa e porosidade das micropartículas foram analisadas empregando-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

A Figura 9 representa a estrutura da cápsula formulada apenas com alginato de sódio.

Figura 9. Representação da cápsula elaborada com alginato de sódio.



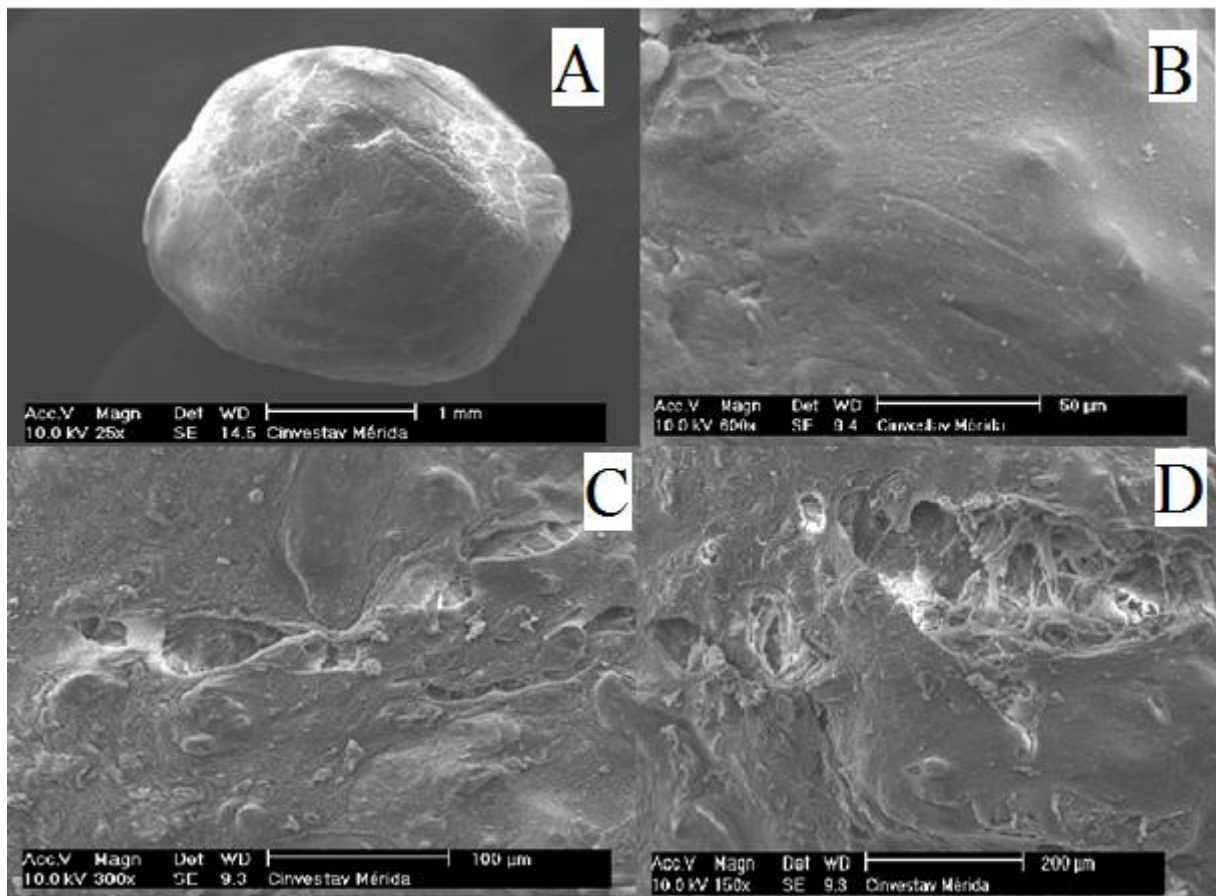
Fonte: Próprio autor.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 7 A e B) mostram que as cápsulas elaboradas somente com alginato de sódio apresentam grande quantidade de enrugamentos e cavidades na superfície, observa-se com maior resolução das imagens (Figura 7 B e C) a grande porosidade existente nas cápsulas, podendo este fator ser crítico na eficiência de proteção do antioxidante encapsulado, de acordo com o que pode ser observado nos resultados do item 5.3.

Resultados semelhantes foram observados por XIE et al. (2009) quando suas partículas de alginato recobertas com quitosana apresentaram rugosidade com a utilização de alginato na produção das partículas.

A Figura 10 representa a morfologia da cápsula elaborada a base de alginato de sódio e mucilagem de chia como agentes encapsulantes.

Figura 10. Cápsulas de alginato de sódio e mucilagem de chia.



Fonte: Próprio autor.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 8 A e B) mostram que as cápsulas elaboradas utilizando mistura de alginato e mucilagem de chia apresentam uma superfície mais lisa e poucos estriamentos, quando comparada a superfície da cápsula formulada somente com alginato. Ao observar as imagens obtidas com aproximação (Figura 8 C e D) observa-se a presença de algumas perfurações, porém a presença de rachaduras na superfície é acompanhada das fibras da mucilagem utilizada, fator que pode ser benéfico tratando-se da proteção dos antioxidantes encapsulados.

Estudos realizados por Leimann (2008) salienta que uma boa eficiência de encapsulação está associada a uma microcápsula de parede externa contínua, ausência de fissuras, além de boa esfericidade, portanto estes fatores podem explicar a baixa eficiência de encapsulação obtida nesta investigação.

Rutz (2013), em seu experimento, testou a encapsulação de suco de pitanga roxa, empregando goma arábica como agente encapsulante e seus resultados mostram a obtenção de partículas apresentando formatos não característicos de esferas.

6. CONCLUSÕES

Em relação à caracterização física das cápsulas, pode-se observar que ao formular cápsulas utilizando a mucilagem de chia, estas se apresentam com maiores tamanhos devido a capacidade de absorção de água das mucilagens. Observando as cápsulas a olho nu foi possível verificar que a formulação AM apresentava-se menos firme que a formulação A, uma vez que estouravam com mais facilidade quando exercido força sobre elas. Também foi possível verificar maiores perdas de compostos da cápsula no banho entrecruzante da formulação AM, o que pode justificar sua baixa eficiência de encapsulação. Foi possível concluir ainda, que as formulações aplicadas não geram cápsulas arredondadas, de acordo com a análise de esfericidade.

É importante ressaltar a grande capacidade de retenção de água que a mucilagem de chia possui, observando que os parâmetros de A_w e U apresentaram muito elevados, tanto para a amostra AM quando para a amostra A, tornando necessário maiores cuidados com condições de embalagem e estocagem destas formulações.

A avaliação da capacidade de desorção ou adsorção de umidade mostra um comportamento típico para ambas as amostras, pois a medida que o sal utilizado apresentava menor %UR as amostras apresentam maior capacidade de perda de umidade. A perda de umidade das amostras pode ser um fator de grande influência na eficiência de encapsulação analisada, pois as duas amostras apresentam resultados baixos para esse parâmetro.

A MEV mostra que as superfícies das duas amostras apresentam estriamentos e perfurações, porém em menor quantidade na formulação elaborada com uso da mucilagem de

chia, foi possível observar que o emprego deste material auxiliou na redução dos defeitos da superfície, fator que contribui para que as gomas sejam utilizadas em combinação com a mucilagem de chia, visando melhoramento das características das cápsulas.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALI, N. M. et al. The promising future of chia, *Salvia hispanica* L. **Journal of Biomedicine and Biotechnology**, Cairo, v. 1, p. 1-9, 2012.

ANDREO, D.; JORGE, N. Avaliação da capacidade antioxidante do extrato de gengibre (*Gengiber officinale*) adicionado ao óleo de soja em teste de estocagem acelerada. **Rev. Inst. Adolfo Lutz**, v.66, nº2 São Paulo, 2007.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS-AOAC **Official Methods of Analysis**, AOAC, Arlington, VA, USA, 1997. Secs. 920.39, 923.03, 925.09, 954.01, 962.09, 992.16.

ASHA, K., DASH, V., MAITI, B.C. Formulation and evaluation of calcium alginate beads from plant extract. **Indian Novel Drug Deliver**, 3(3), 197-205, 2011.

AYERZA, R (Jr), Coates W. Chía. Rediscovering a Forgotten Crop of the Aztecs (1st ed.). **The University of Arizona Press**, Tucson (USA) 197 p, 2005.

BADUI DERGAL, S. **Química de los alimentos**. Cuarta edición. Pearson Eucación: México, p. 736, 2006

BRASIL. Ministério da Saúde. Resolução n. 04, de 24 de novembro de 1988. **Aditivos intencionais**. Brasília: Ministério da Saúde, 1988

BRESSEL, A. B.; PAZ, A. H.; BALDO, G.; LIMA, E. O. C.; MATTE, U.; SARAIVA-PEREIRA, M. L. An effective device for generating alginate microcapsules. Rev. *Genetics and Molecular Biology*, 31, 1, 136-140 Porto Alegre, 2008.

BUENO, M. et al. Análisis de la calidad de los frutos de *Salvia hispanica* L. (Lamiaceae) comercializados en la ciudad de Rosario, Santa Fe, Argentina. **Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas**, Santiago, v. 9, n. 3, p. 221-227, 2010.

BUREY, P.; BHANDARI, B. R.; HOWES, T.; GODLEY, M. J. Hydrocolloid gel particles: formation, characterization, and application. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 48, p. 361-377, 2008.

BUSILACCHI, H.; QUIROGA, M.; BUENO, M.; DI SAPIO, O.; FLORES, V.; EVERIN, C. Evaluacion de *Salvia hispanica* L. cultivada en el sur de Santa Fe (República Argentina). **Cultivos Tropicales**, San José de las Lajas, v. 34, n. 4, p. 55–59, 2013.

BHUTANI, U. et al. Sodium Alginate and Gelatin Hydrogels: Viscosity Effect on Hydrophobic Drug Release. **Materials Letters**, v. 164, p. 76–79, 2015.

CAPITANI, M. I.; CORZO-RIOS, L. J.; CHEL-GUERRERO, L. A.; BETANCUR-ANCONA, D. A.; NOLASCO, S. M.; TOMÁS, M. C. Rheological Properties of Aqueous Dispersions of Chia (*Salvia hispanica* L.) mucilage. **Journal of Food Engineering**, London, v. 149, p. 70-77, 2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.09.043>.

CHÁVARRI, M.; MARAÑÓN, I.; ARES, R.; IBÁÑEZ, F. C.; MARZO, F.; VILLARÁN, M. C. Microencapsulation of a probiotic and prebiotic in alginate-chitosan capsules improves survival in simulated gastro-intestinal conditions. **International Journal of Food Microbiology**, v. 142, p. 185–189, 2010.

CHRISTENSEN, B. E.; INDERGAARD, M.; SMIDSRØD, O. Polysaccharide research in Trondheim. **Carbohydrate Polymers**, v. 13, n. 3, p. 239–255, 1990.

COATES, W. **Chia: the complete Guide to the ultimate superfood**. Sterling Publishing Eds. New York, 2012.

COATES, W.; AYERZA, R. Production Potential of Chia in Northwestern Argentina. **Industrial Crops and Products**, v.5, n. 3, 1996. p. 229-233. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0926669096894544>> Acessado em: 02 de fevereiro 2017.

DEGÁSPARI, C. H., Waszczynskyj, Nina.: **Propriedades Antioxidantes de compostos Fenólicos**. Visão Acadêmica, Curitiba, v. 5, n. 1, p. 33-40, Jan.- Jun./ 2004.

DI SAPIO, O., BUENO, M., BUSILACCHI, H., SEVERIN, C., (2008). **Chía: importante antioxidante vegetal**. Disponível em: <<http://www.fcagr.unr.edu.ar/Extension/Agromensajes/24/3AM24.htm>>. Acessado em: 13 de outubro de 2016.

DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying Technology**, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.

FANG, Z., BHANDARI, B. Encapsulation of polyphenols - a review. **Trends in Food Science & Technology**, v.21, p.510-523, 2010.

FANI, M. **Hidrocolóides: funções e aplicabilidade**. Revista Aditivos & Ingredientes, São Paulo, n. 88, maio 2012. Disponível em: <http://www.insumos.com.br/aditivos_e_ingredientes/materias/385.pdf>. Acesso em: 14 fev. 2015.

GBASSI, G. K; VANDAMME, T.; ENNAHAR, S.; MARCHIONI, E. Microencapsulation of *Lactobacillus plantarum* spp in an alginate matrix coated with whey proteins. **International Journal of Food Microbiology**, v.129, p. 103–105, 2009.

GIBBS, B. F.; KERMASHA, S.; ALLI, I.; MULLIGAN, C. N. Encapsulation in the food industry: a review. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 50, p. 213-224, 1999.

GÔMES, J. A. H.; COLÍN, S. M. Caracterización Morfológica de Chia (*Salvia hispanica* L). **Revista Fitotecnia Mexicana**, Mexico, v. 31, n. 2, p. 105-113, 2008.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends Food Sci. Technol.**, v.15, n.7-8, p.330-347, 2004.

GRIFFIN, W.C., **Solid essential oil concentrate and process of preparing the same.** US patent 2, 556, 410, 1951.

HANAFI, M. M., ELTAIB, M. S., AHMAD, M. B. **Physical and chemical characteristics of controlled release compound fertiliser.** European Polymer Journal 36:2081 – 2088, 2000.

HICK, S. **Desert plants and people.** Naylor Company, San Antonio (USA), 1966.

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

JIMÉNEZ, F. E. G. **Caracterización de compuestos fenólicos presente en la semilla y aceite de chía (*Salvia hispanica* L.), mediante electroforesis capilar.** 2010. 101p. Tesis (Mestrado em Ciências em Alimentos) Instituto Politécnico Nacional Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Cidade do México, 2010.

KRASAEKOOPT, W.; BHANDARI, B.; DEETH, H. Review: Evaluation of encapsulation techniques of probiotics for yoghurt. **International Dairy Journal**, v. 13, p. 3-13, 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.

LEMOINE, D.; WAUTERS, F.; BOUCHEND'HOMME, S.; PRÉAT, V. Preparation and characterization of alginate microspheres containing a model antigen. **International Journal os Pharmaceutics**, v. 176 p. 9-19, 1998.

MAIA, J. L. **Desenvolvimento de microcápsulas contendo as antocianinas presentes no corante do extrato do jambo por polimerização interfacial**. 2013. Dissertação de Mestrado, UFRN, Natal, 2013.

MIGLIAVACCA, R. A.; VASCONCELOS, A. L. S.; SANTOS, C. L.; BAPTISTELLA, JOÃO L. C. Uso da cultura da chia como opção de rotação no sistema de plantio direto. In: ENCONTRO NACIONAL DE PLANTIO DIRETO NA PALHA, 14, 2014, Bonito. **Anais**. Brasília: Embrapa, 118p.

MILANI, J.; MALEKI, G. Hydrocolloids in Food Industry. In: VALDEZ, B. (Ed.). **Food Industrial Processes: methods and equipment**. Rijeka: InTech, 2012. Disponível em: <<http://www.intechopen.com/books/food-industrialprocesses-methods-and-equipment/hydrocolloids-in-foodindustry>>. Acesso em: 14 fev. 2017.

MORTAZAVIAN, A. M.; RAZAVI, S. H., EHSANI, M. R.; SOHRABVANDI, S. Principles and methods of microencapsulation of probiotic microorganisms. **Iranian Journal of Biotechnology**, v. 5, p. 1-18, 2007.

MOFIDI, N.; AGHAI-MOGHADAM, M.; SARBOLOUKI, M. N.; **Mass preparation and characterization of alginato microspheres**. *Process Biochemistry*, v.35, p. 885-888, 1999.

MUKAI-CORREA, R.; PRATA. A.S.; ALVIM. I D.; GROSSO. C. Caracterização de Microcápsulas Contendo Caseína e Gordura Vegetal Hidrogenada Obtidas por Gelificação Iônica. **Braz. J. Food Technol.**, v.8, n.1, p. 73-80, jan./mar., 2005.

MUÑOZ, L. A. et al. Chia seeds: microstructure, mucilage extraction and hydration. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 108, n. 1, p. 216–224, 2012.

NEDOVIC, V.; KALUSEVIC, A.; MANOJLOVIC, V.; LEVIC, S.; BUGARSKI, B. An overview of encapsulation technologies for food applications. **Procedia Food Science**, v.1 p.1806-1815, 2011.

NIETO, M. Edible Films and Coatings for Food Applications: **Structure and Function of Polysaccharide Gum-based Edible Films and Coatings**. New York: Springer, 2009. p. 57–112.

NORMA Oficial Mexicana NOM-247-SSA1-2008, **Productos y servicios. Cereales y sus productos. Cereales, harinas de cereales, sémolas o semolinas. Alimentos a base de: cereales, semillas comestibles, de harinas, sémolas o semolinas o sus mezclas. Productos de panificación**. Disposiciones y especificaciones sanitarias y nutrimentales. Métodos de prueba. 2008.

OLIVOS-LUGO, B. L, VALDIVIA-LÓPEZ, M. A, TECANTE, A. **Thermal and physicochemical properties and nutritional value of the protein fraction of Mexican chia seed (*Salvia hispanica* L.)**. Food Sci Technol Int, 2010; 16 (1):89-96.

ONWULATA, C. I. Microencapsulation and functional bioactive foods. **Journal of Food Processing and Preservation**, no-no, 2012.

PEIRETTI, P. G.; GAI, F. Fatty Acid and Nutritive Quality of Chia (*Salvia hispanica* L.) Seeds and Plant During Growth. **Animal Feed Science and Technology**, Amsterdam, v.148, n. 2-4, p. 267-275, 2009. <http://dx.doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2008.04.006>.

PIETA, P. G. Flavonoids as antioxidants. **Journal of natural Products**, Washington, v. 63, n. 7, p. 1.035-1.042, 2000.

PINHEIRO, A. C. M.; NUNES, C. A.; VIETORIS, V. **SensoMaker: a tool for sensorial characterization of food products**. Ciênc. Agrotec., vol.37, no.3, Lavras, 2013.

PONCELET, D.; LENCKI, R.; BEAULIEU, C.; HALLE, J. P. e FOURNIER, A. Production of alginate beads by emulsification/internal gelation. **I. Methodology. Appl. Microbiol. Biotechnol.**, 38: 39, 1992.

PROTESTE – **Associação dos consumidores.** Disponível em:<
<http://www.proteste.org.br/institucional/imprensa/press-release/2015/brasileiro-estacomendo-de-forma-mais-saudavel-aponta-pesquisa-da-proteste>> Acessado em 01 de Março de 2017.

QUEIROZ, M.B.; NABESHIMA, E. H., Naturalness and authenticity in *Brasil Bakery & Confectionery Trends 2020*. (ed. Queiroz, G., Amaral, R. & Jardim, D.) 159 – 195 (ITAL, 2014).

RÉ, M.I. **Estudo da microencapsulação de mineral (ferro) por spray drying.** Relatório Técnico DQ/APQ no 47.774, p.84, 2000.

ROCHA, G. A.; FÁVARO-TRINDADE, C. S.; GROSSO, C. R. F. Microencapsulation of lycopene by spray drying: Characterization, stability and application of microcapsules. **Food and Bioproducts Processing**. v.90, n.1, p.37-42, 2012.

RODRIGUES, A. P., DANIELA HIRSCH, H.C.P., FIGUEIREDO, P.V.R, LOGSTO, Â. M. **Production and characterisation of alginate microparticles incorporating *Aeromonas hydrophila* designed for fish oral vaccination.** Process Biochemistry v. 41, p. 638-643, 2006.

ROSENBERG, M.; YOUNG, S. L. Whey protein as microencapsulation agents. Microencapsulation of anhydrous milkfat-structure evaluation. **Food Structure**, v. 12, n. 1, p. 31-41, 1993.

RUBIO, M. A. Implicaciones de la fibra en distintas patologías. **Nutrición Hospitalaria**, Madrid, v. 2, n. 2, p. 17-29, 2002.

RUTZ, JOSIANE KUHN. **Caracterização e Microencapsulação de Suco de Pitanga Roxa (*Eugenia uniflora* L.)**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia Agroindustrial) - Faculdade de Agronomia “Eliseu Maciel”, Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, 2013.

SANTOS, A. B.; Fávoro-Trindade, C. S.; Grosso, C. Preparation and characterization of paprika oleoresin microcapsules obtained by spray drying. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, **30**, **25**, 322 – 326, 2005.

SANTOS, R. S. B. **Estudo dos fatores que influenciam os atributos de esferas de alginato**. [Dissertação de Mestrado] Aveiro: Universidade de Aveiro, Departamento de Química; 2012.

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

SOUSA, C. M. M, SILVA, H. R, VIEIRA, G. M, AYRES, M. C. C, COSTA, C. S, ARAÚJO, D. S. **Fenóis totais e atividade antioxidante de cinco plantas medicinais**. Química Nova, 30(2): 351-355, 2007.

SPADA, J. C. **Uso do amido de pinhão como agente encapsulante**. 2011. 165 f.: Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola de Engenharia, departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

TOSCO, G. Os Benefícios da “Chia” em Humanos e Animais. **Atualidades Ornitológicas**, n. 119, p. 7, 2004.

VILA JATO, J. L. **Tecnologia farmacéutica: Aspectos fundamentais de los sistemas farmacêuticos y operaciones básicas**. v. 1. Ed. Sintesis Editorial, Madri, Espanha, 1999.

XIAO, Q.; GU, X.; TAN, S. **Drying process of sodium alginate films studied by twodimensional correlation ATR-FTIR spectroscopy**. Food Chemistry, v. 164, p. 179–184, 1 dez. 2014.

XIE, H. G.; ZHENG, J. N.; LI, X. X.; LIU, X. D.; ZHU, J.; WANG, F.; XIE, W. Y.; MA, X. J. **Effect of Surface Morphology and Charge on the Amount and Conformation of Fibrinogen Adsorbed onto Alginate/Chitosan Microcapsules.** *Langmuir*, v. 26, n. 8, p. 5587-5594, 2009.

YÚFERA, M.; FERNÁNDEZ-DÍAS, C.; PASCUAL, E. Food microparticules for larval fish prepared by internal gelation. **Aquaculture**, v. 248, p. 253-262, 2005.

WELLS, J. Pré-formulação farmacêutica. *In:* Aulton ME. **Delineamento de formas farmacêuticas.** Porto Alegre: Artmed, Cap. 8, p.124-148, 2005.