



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS**  
**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA E FÍSICO-QUÍMICA**  
**CURSO DE BACHARELADO EM QUÍMICA**

**HERLLAN VIEIRA DE ALMEIDA**

**CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DE PARTÍCULAS DE  
ALGINATO E QUITOSANA OBTIDAS POR GELIFICAÇÃO IÔNICA**

**FORTALEZA**

**2019**

HERLLAN VIEIRA DE ALMEIDA

CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DE PARTÍCULAS DE ALGINATO  
E QUITOSANA OBTIDAS POR GELIFICAÇÃO IÔNICA

Monografia apresentada à Coordenação do Curso de Bacharelado em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Química com Habilitação Industrial.

Orientadora didático-pedagógico: Prof<sup>ª</sup>. Dra Pablyana Leila Rodrigues da Cunha.

Orientadora profissional: Dra. Roselayne Ferro Furtado.

FORTALEZA

2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária  
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

A447c Almeida, Herllan Vieira de Almeida.  
CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DE PARTÍCULAS DE ALGINATO E  
QUITOSANA OBTIDAS POR GELIFICAÇÃO IÔNICA / Herllan Vieira de Almeida Almeida. – 2019.  
40 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências,  
Curso de Química, Fortaleza, 2019.

Orientação: Profa. Dra. Roselayne Ferro Furtado.

Coorientação: Profa. Dra. Pablyana Leila Rodrigues da Cunha.

1. Alginato . 2. Quitosana. 3. Gelificação iônica. I. Título.

CDD 540

---

HERLLAN VIEIRA DE ALMEIDA

CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DE PARTÍCULAS DE ALGINATO  
E QUITOSANA OBTIDAS POR GELIFICAÇÃO IÔNICA

Monografia apresentada à Coordenação do Curso de Bacharelado em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Química com Habilitação Industrial.

Aprovada em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

\_\_\_\_\_  
Prof<sup>ª</sup>. Dra. Pablyana Leila Rodrigues da Cunha (Orientadora didático-pedagógico)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

\_\_\_\_\_  
Dra. Roselayne Ferro Furtado (Orientadora profissional)  
Embrapa Agroindústria Tropical (Embrapa)

\_\_\_\_\_  
Dra. Selene Daiha Benevides (Examinadora)  
Embrapa Agroindústria Tropical (Embrapa)

Aos meus pais.

## AGRADECIMENTOS

Ao meu irmão e meus pais, por estarem sempre ao meu lado.

À Prof<sup>a</sup>. Dra Pablyana Leila Rodrigues da Cunha e a Dra. Roselayne Ferro Furtado, pela excelente orientação e contribuição para minha formação profissional.

À Embrapa Agroindústria Tropical por ter me dado a oportunidade de realizar o estágio e o presente trabalho.

À todos os colegas do Laboratório de Embalagens pelo o bom convívio e as conversas durante o período de realização do estágio, especialmente a Rachel por ter me ajudado durante toda a pesquisa.

Ao Laboratório de Frutos Tropicais (LAFRUT) da UFC, e ao Laboratório de Patologia de Pós-Colheita da Embrapa, por realizar parte das minhas análises.

Ao professor Dr. Claudio Lucas Nunes de Oliveira do Departamento de Física da UFC, pela ajuda nas caracterizações reológicas.

Aos meus queridos amigos que ingressaram na Química junto comigo, em especial a Gabrielle, Clara, João Pedro, Pablio, Thiago, Samile e Nandressa, por todos os momentos de estudo, conversas, risadas e reflexões, onde sem eles não chegaria onde estou.

Ao Grupo PET Química, por ter me mostrado que a Universidade vai muito além de só pesquisa, que também é ensino e extensão. Aos colegas do grupo, pela amizade e por todas as experiências vividas juntas, das quais muitas foram as mais marcantes da minha graduação, e a tutora Dra. Maria das Graças Gomes, por todas as conversas e conselhos que me deu.

“Um cientista em seu laboratório não é somente um técnico. É também uma criança colocada diante de fenômenos naturais que a impressionam como um conto de fadas.”

- Marie Curie.

## RESUMO

A microencapsulação é uma forma de aprisionamento de compostos ativos a fim de protegê-los do meio em que se encontram, como temperatura, pH, oxigênio, bem como permitir sua liberação controlada. O uso de biopolímeros em sistemas de encapsulação vem sendo usado para aplicação na área de alimentos e biomédica por serem biocompatíveis, biodegradáveis e não apresentarem toxicidade. O Pequi, da espécie *Caryocar coriaceum* Wittm, é uma fruta que pode ser encontrada no Ceará na região do Cariri, onde seu óleo é rico em substâncias de interesse nutracêutico, como ácido oleico, flavonoides e carotenoides, atuando assim como fonte natural de antioxidantes. Dessa forma, neste trabalho foram produzidas micropartículas de alginato e quitosana a fim de caracterizar quanto as suas propriedades físicas e físico-químicas, como o grau de intumescimento, tamanho de partícula, esfericidade e viscosidade das soluções utilizadas na produção das esferas. As partículas foram produzidas usando o Encapsulador B-395 da Büchi® pelo gotejamento de emulsões, contendo alginato (A), óleo de pequi, Tween 80 e Span 80, na solução gelificante, contendo cloreto de cálcio, quitosana (Q) e ácido acético. As esferas foram produzidas nas proporções: A0,5%-Q1,5%; A1,0%-Q0,3%; A1,0%-Q1,5%; A1,0%-Q3,0%; A1,2%-Q0,0%; A1,5%-Q0,7%; A1,5%-Q2,5%; A2,5%-Q0,7%; A2,5%-Q2,3% e A3,0%-Q1,5% em m/v. Foi realizada análise de intumescimento por gravimetria, tamanho e esfericidade por microscopia ótica, além da determinação da viscosidade das emulsões e solução gelificante. As partículas apresentaram grau de intumescimento variando de 17,86% a 48,33%. Em relação ao diâmetro, os valores variaram de 874,10 a 1342,72  $\mu\text{m}$ , tendo a esfericidade variada entre 0,596 e 0,971. As emulsões tiveram valores de viscosidades aparentes entre 0,073 e 1,989 Pa.s e a solução gelificante de 0,033 a 1,504 Pa.s, sendo esses valores determinados para uma taxa de cisalhamento de  $100\text{ s}^{-1}$ . Assim, foi observado que as diferentes proporções entre alginato e quitosana levaram a variações entre tamanho e esfericidade e que a viscosidade é um fator determinante para esses parâmetros.

**Palavras-chave:** Alginato. Quitosana. Gelificação iônica.

## ABSTRACT

Microencapsulation is a form of trapping active compounds in order to protect them from their environment, such as temperature, pH, oxygen and to allow their controlled release. The use of biopolymers in encapsulation systems has been used for food and biomedical applications as they are biocompatible, biodegradable and non-toxic. Pequi, of the species *Caryocar coriaceum* Wittm, is a fruit that can be found in Ceará in the Cariri region, where its oil is rich in substances of nutraceutical interest, such as oleic acid, flavonoids and carotenoids, acting as a natural source of antioxidants. Thus, in this work alginate and chitosan microparticles were produced in order to characterize their physical and physicochemical properties, such as the degree of swelling, particle size, sphericity and viscosity of the solutions used in the production of the spheres. The particles were produced using Büchi® Encapsulator B-395 by emulsifying drip containing alginate (A), pequi oil, Tween 80 and Span 80 in the gelling solution containing calcium chloride, chitosan (Q) and acetic acid. The spheres were produced in the proportions: A0,5%-Q1,5%; A1,0%-Q0,3%; A1,0%-Q1,5%; A1,0%-Q3,0%; A1,2%-Q0,0%; A1,5%-Q0,7%; A1,5%-Q2,5%; A2,5%-Q0,7%; A2,5%-Q2,3% and A3,0%-Q1,5% in m/v. To characterize them were performed swelling analysis by gravimetry, particle size and sphericity by light microscopy, as well as determination of the viscosity of the emulsions and gelling solutions. The particles presented swelling degree ranging from 17,86% to 48,33%. Regarding diameter, the values ranged from 874,10 to 1342,72  $\mu\text{m}$ , with sphericity ranging from 0,596 to 0,971. The emulsions had apparent viscosity values between 0,073 and 1,989 Pa.s and the gelling solution from 0.033 to 1.504 Pa.s, these values being determined for a shear rate of 100 s<sup>-1</sup>. Thus, it was observed that the different proportions between alginate and chitosan led to variations between size and sphericity and that viscosity is a determining factor for these parameters.

**Keywords:** Alginate. Chitosan. Ionotropic gelation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Estrutura do alginato: a) Cadeia de resíduos do ácido $\alpha$ -L-gulurônico (G), b) Cadeia de resíduos do ácido $\beta$ -D-manurônico (M), c) Cadeia alternada entre G e M. ....	17
Figura 2 – Formação da estrutura egg-box a partir da complexação do alginato com cátions. ....	18
Figura 3 - Processo de obtenção da quitosana a partir da desacetilação da quitina. ....	19
Figura 4 - Estrutura química dos surfactanes Span 80 (a) e Tween 80 (b). ....	20
Figura 5 – Diferença estrutural entre microcápsulas e micropartículas. ....	21
Figura 6 – Encapsulador B-395 da Buchi®. ....	22
Figura 7 - Esquema de produção das microesferas no Encapsulador B-395 da Büchi® por gelificação iônica. ....	25
Figura 8 - Relação entre viscosidade e concentração de alginato (0,5%, 1,0%, 1,2%, 1,5%, 2,5% e 3,0% m/v) na emulsão (alginato, Tween, Span e óleo de Pequi) e de quitosana (0,3%, 0,7%, 1,5%, 2,3%, 2,5% e 3,0% m/v) no reticulante (quitosana, cloreto de cálcio e ácido acético) para $\gamma = 100 \text{ s}^{-1}$ . ....	28
Figura 9 - Curva de viscosidade das emulsões (alginato, Tween, Span e óleo de Pequi) com concentrações de alginato variando de 0,5%, 1,0%, 1,2%, 1,5%, 2,5% e 3,0% em m/v. ....	29
Figura 10 - Curva de viscosidade das soluções reticulantes (quitosana, cloreto de cálcio e ácido acético) com concentrações de quitosana variando de 0,3%, 0,7%, 1,5%, 2,3%, 2,5% e 3,0% em m/v. ....	30
Figura 11 – Grau de intumescimento das micropartículas obtidas nas proporções de alginato/quitosana de A0,5%-Q1,5% (1); A1,0%-Q0,3% (2); A1,0%-Q1,5% (3); A1,0%-Q3,0% (4); A1,5%-Q0,7% (5); A1,5%-Q2,5% (6); A2,5%-Q0,7% (7); A2,5%-Q2,3% (8); A3,0%-Q1,5% (9) e A1,2%-Q0,0% (10) em % m/v. ....	32
Figura 12 - Tamanho médio das micropartículas obtidas nas proporções de alginato/quitosana de A0,5%-Q1,5% (1); A1,0%-Q0,3% (2); A1,0%-Q1,5% (3); A1,0%-Q3,0% (4); A1,5%-Q0,7% (5); A1,5%-Q2,5% (6); A2,5%-Q0,7% (7); A2,5%-Q2,3% (8); A3,0%-Q1,5% (9) e A1,2%-Q0,0% (10) em % m/v. ....	33
Figura 13 - Micrografias das partículas com diferentes proporções entre alginato/quitosana em % m/v, com aumento de 25x. ....	34
Figura 14 - Grau de esfericidade das micropartículas obtidas nas proporções de alginato/quitosana de A0,5%-Q1,5% (1); A1,0%-Q0,3% (2); A1,0%-Q1,5% (3); A1,0%-Q3,0% (4); A1,5%-Q0,7% (5); A1,5%-Q2,5% (6); A2,5%-Q0,7% (7); A2,5%-Q2,3% (8); A3,0%-Q1,5% (9) e A1,2%-Q0,0% (10) em % m/v. ....	35

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Composição química do óleo de Pequi extraído da polpa e da amêndoa.....	16
Tabela 2 – Proporções entre alginato e quitosana utilizadas na produção das micropartículas. .....	23
Tabela 3 – Valores do índice de consistência (K) e índice de comportamento (n) das emulsões e do reticulante para o modelo de Ostwald.....	31

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2 OBJETIVOS .....</b>	<b>15</b>
<b>2.1 Objetivos gerais .....</b>	<b>15</b>
<b>2.2 Objetivos específicos.....</b>	<b>15</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>16</b>
<b>3.1 Óleo de Pequi.....</b>	<b>16</b>
<b>3.2 Alginato .....</b>	<b>17</b>
<b>3.3 Quitosana .....</b>	<b>18</b>
<b>3.4 Emulsão.....</b>	<b>19</b>
<b>3.5 Microencapsulação.....</b>	<b>20</b>
<b>3.5.1 Gelificação iônica .....</b>	<b>22</b>
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>23</b>
<b>4.1. Preparo das emulsões.....</b>	<b>24</b>
<b>4.2 Preparo da solução reticulante .....</b>	<b>24</b>
<b>4.3 Produção das micropartículas .....</b>	<b>24</b>
<b>4.4 Caracterização.....</b>	<b>26</b>
<b>4.4.1 Viscosidade .....</b>	<b>26</b>
<b>4.4.2 Grau de intumescimento % (GI) .....</b>	<b>26</b>
<b>4.4.3 Tamanho de partícula .....</b>	<b>26</b>
<b>4.4.4 Esfericidade .....</b>	<b>27</b>
<b>4.5 Análise Estatística .....</b>	<b>27</b>
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>28</b>
<b>5.1 Viscosidade da emulsão e solução reticulante .....</b>	<b>28</b>
<b>5.2 Grau de intumescimento das partículas .....</b>	<b>31</b>
<b>5.3 Tamanho das partículas.....</b>	<b>32</b>
<b>5.4 Esfericidade das partículas .....</b>	<b>34</b>
<b>6 CONCLUSÃO.....</b>	<b>37</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>38</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais poliméricos a partir de fontes renováveis, como milho e cana-de-açúcar, vem ganhando bastante destaque considerando os impactos negativos gerados na obtenção de polímeros sintéticos, tais como o processo e o custo de refino do petróleo e sua não biodegradabilidade. Assim, os biopolímeros são uma alternativa para a produção desses materiais de forma mais sustentável. Dentre os biopolímeros que apresentam aplicações interessantes, estão o alginato e a quitosana devido suas biocompatibilidades e bioatividade (BRITO et al., 2011).

O alginato é um polissacarídeo aniônico biodegradável e de baixo custo obtido a partir de bactérias e algas marrons que tem a propriedade de formar gel na presença de cátions monovalentes ou polivalentes, permitindo assim ser aplicado nas indústrias de alimentos e biomédica (DIAS et al., 2017). Já a quitosana é um polissacarídeo catiônico derivado da quitina que apresenta boa bioatividade e resistência mecânica, podendo ser aplicado no auxílio de cicatrização de feridas bem como em embalagens de alimentos (MUXIKA et al., 2017; SHARIATINIA, 2019). Esses dois polissacarídeos podem ser usados em sistemas de carregamento de substâncias ativas, como na microencapsulação.

A microencapsulação é uma forma de aprisionamento de compostos ativos onde uma barreira física protege a substância do meio à qual se encontra (CHEN et al., 2019). A encapsulação pode trazer diversas vantagens, como aumentar a estabilidade, mascarar odor e sabor desagradável, bem como liberar de forma controlada a substância encapsulada. Dessa forma, seu uso é atrativo, por exemplo, no setor alimentício, na proteção de aromas que podem ser perdidos por volatilização e vitaminas que facilmente são oxidadas (AZEREDO et al., 2005). Diversas técnicas podem ser utilizadas na microencapsulação, tal como a gelificação iônica, na qual se baseia na interação eletrostática entre polímeros iônicos e íons de cargas opostas de modo a formar uma rede polimérica tridimensional (ROCHA, 2017). Além disso, a interação entre polímeros iônicos de cargas opostas, como o alginato e a quitosana, leva a formação de um complexo polieletrólítico de modo o que alginato é o material principal da matriz da partícula e a quitosana auxilia reforçando essa matriz, aumentando assim sua estabilidade e favorecendo o encapsulamento (LEITE, 2014).

Diversas substâncias podem ser usadas como composto ativo na microencapsulação, como o óleo de Pequi. O Pequi da espécie *Caryocar coriaceum* Wittm é uma fruta que pode ser encontrada no Ceará na região do Cariri. Seu óleo, obtido tanto da polpa quanto da amêndoa, apresenta substâncias de interesse nutracêutico, como ácido oleico, flavonoides e carotenoides,

fazendo assim com que possa atuar como fonte natural de antioxidantes, fazendo assim com que seja bastante visado para ser aplicado na microencapsulação (DE SOUZA et al., 2013).

Com isso, o presente trabalho visa determinar como diferentes proporções entre alginato e a quitosana afetam as propriedades físicas e físico-químicas das micropartículas obtidas pelo método da gelificação iônica.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivos gerais**

Caracterizar o efeito das proporções entre alginato e quitosana sobre as propriedades físicas e físico-químicas das partículas obtidas pelo método da gelificação iônica no encapsulamento de óleo de Pequi (*Caryocar coriaceum* Wittm).

### **2.2 Objetivos específicos**

- Produzir micropartículas de alginato/quitosana por gelificação iônica.
- Caracterizar as soluções precursoras das partículas em relação a sua viscosidade.
- Caracterizar as micropartículas quanto ao intumescimento, tamanho e esfericidade.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Óleo de Pequi

O Pequi (*Caryocar brasiliense*) é um fruto encontrado no bioma do Cerrado brasileiro que apresenta coloração alaranjada com grande potencial nutricional e funcional na qual seu óleo pode ser obtido a partir da polpa e da amêndoa da fruta (BEZERRA; BARROS; COELHO, 2015). Na região Nordeste do Brasil também é possível encontrar a espécie *Caryocar coriaceum* Wittm, no Ceará, na região do Cariri, Piauí e Pernambuco (DE SOUZA et al., 2013).

O óleo de Pequi é rico em ácidos graxos insaturados como ácido oleico, linoleico e palmítico (JOHNER et al., 2018). Além desses constituintes, na polpa do Pequi há presença de compostos fenólicos como flavonoides, ácido gálico, vitaminas C e E e carotenoides, que atuam como antioxidantes naturais, como mostrado na tabela 1.

Tabela 1 - Composição química do óleo de Pequi extraído da polpa e da amêndoa.

<b>Composição química</b>	<b>Polpa</b>	<b>Amêndoa</b>
<b>Ácido oleico (%)</b>	55,87	43,59
<b>Ácido palmítico (%)</b>	37,17	43,76
<b>Ácido linoleico (%)</b>	1,53	5,51
<b>Vitamina C (mg/100g)</b>	70 - 105	0,346
<b>Fenólico totais (mg/100g)</b>	209	122
<b>Carotenoides totais (mg/100g)</b>	7,25	0,295

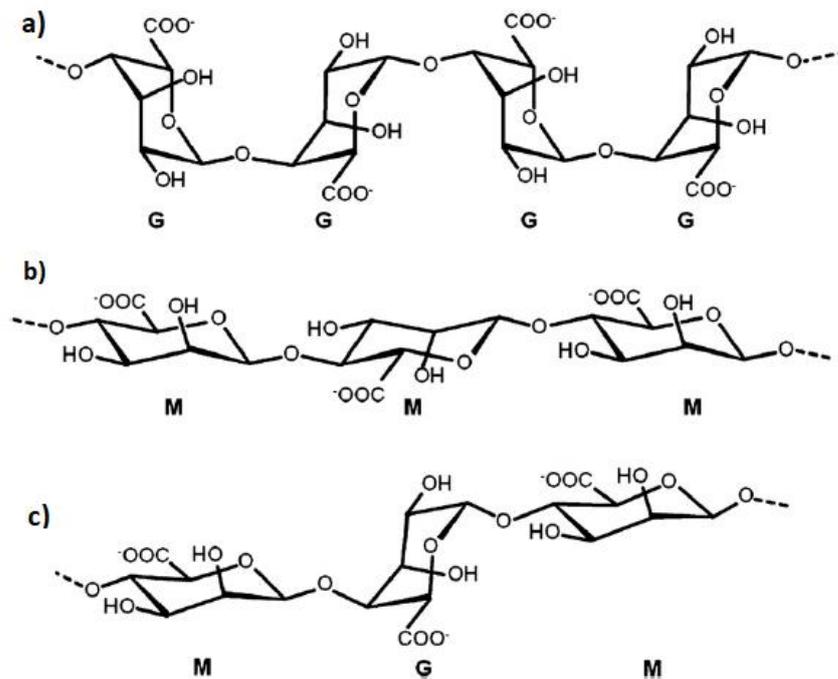
Fonte: Lima et al. (2007), com adaptações.

Devido essas características, seu óleo vem sendo estudado para aplicações nutracêuticas, a fim de produzir alimentos que proporcionam benefícios a saúde, além da função de nutrir (NASCIMENTO, 2018).

### 3.2 Alginato

Alginato é um polissacarídeo natural produzido por algumas bactérias e algas marrons, normalmente na forma de sal de sódio do ácido algínico. É um copolímero linear onde sua cadeia é composta por dois monômeros, o ácido  $\alpha$ -L-gulurônico e  $\beta$ -D-manurônico, que são interligados de forma alternada pelas ligações glicosídicas 1-4. A proporção e a distribuição dos monômeros ao longo da cadeia podem variar de acordo com a sua fonte, o que irá também influenciar em suas características (PAQUES et al., 2014).

Figura 1- Estrutura do alginato: a) Cadeia de resíduos do ácido  $\alpha$ -L-gulurônico (G), b) Cadeia de resíduos do ácido  $\beta$ -D-manurônico (M), c) Cadeia alternada entre G e M.



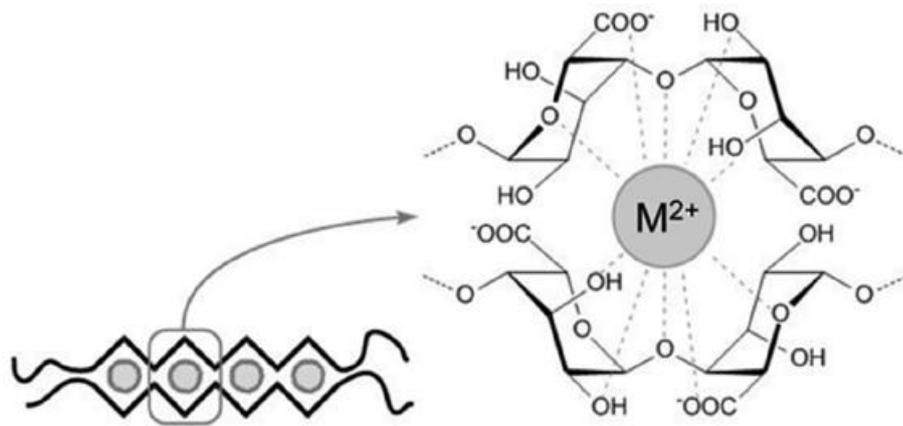
Fonte: Lee e Mooney (2012), com adaptações.

O alginato é um polímero aniônico que apresenta baixa toxicidade, biodegradabilidade e baixo custo. Além disso, sua propriedade de se tornar gel estável em meio aquoso permite seu uso em diversas aplicações (DIAS et al., 2017). Devido essas características, o alginato apresenta um grande interesse industrial, podendo ser aplicado como agente estabilizante e espessante na área alimentícia, bem como na área biomédica para liberação controlada de fármacos (GARCIA-CRUZ; FOGGETTI, 2008).

A obtenção de géis de alginato pode ser feita pelo processo de reticulação física, onde o sal de alginato é exposto a uma solução com um cátion monovalente ou polivalente, como  $\text{Na}^+$ ,

$K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$  e  $Al^{3+}$ , chamada de solução gelificante. As interações dos grupos carboxílicos e hidroxilas presentes na estrutura dos resíduos do ácido gulurônico com esses cátions formam um complexo que permite uma ligação cruzada entre as cadeias poliméricas, apresentando uma estrutura chamada de *egg-box*. A carga do cátion influencia na força de interação com polímero, sendo quanto maior a carga maior essa interação. Como consequência desse fenômeno, ocorre a formação de uma rede tridimensional, gerando assim o gel (DIAS et al., 2017).

Figura 2 – Formação da estrutura *egg-box* a partir da complexação do alginato com cátions.



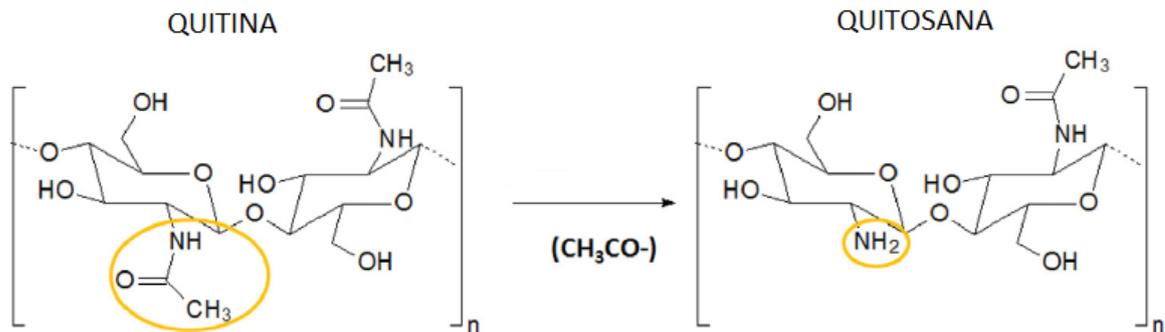
Fonte: Simo et al. (2017).

### 3.3 Quitosana

A quitina é um polímero natural encontrado no exoesqueleto de crustáceos e insetos, bem como em fungos. Além da abundância, apresenta boa biocompatibilidade, bioatividade, biodegradabilidade e alta força mecânica. Apesar de apresentar características importantes para diversas aplicações, ela é pouco utilizada devido à sua baixa solubilidade em água (MUXIKA et al., 2017).

A quitosana é um polissacarídeo obtido pelo processo de desacetilação da quitina. É um copolímero linear composto por unidades monoméricas de D-glicosamina e N-acetil-D-glicosamina ligadas por ligações glicosídicas  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4), onde a distribuição e a proporção dos monômeros varia de acordo com a fonte e com o grau de desacetilação, interferindo assim em suas propriedades (LUO; WANG, 2014). Características como massa molar, cristalinidade, solubilidade e propriedades mecânicas são dependentes do grau de desacetilação (ROLIM et al., 2018).

Figura 3 - Processo de obtenção da quitosana a partir da desacetilação da quitina.



Fonte: Muxika et al. (2017), com adaptações.

Assim como a quitina, a quitosana tem baixa toxicidade, é estável, biodegradável e pode ser esterilizada. Além disso, o nitrogênio dos grupamentos aminos podem ser protonados devido à presença de pares de elétrons livres, fazendo com que apresente cargas positivas ao longo de sua cadeia, tornando-a assim um polímero catiônico solúvel em meio ácido, diferentemente da quitina (BHATTARAI; GUNN; ZHANG, 2010).

Devido suas características e propriedades, a quitosana tem grande potencial de aplicação, como na liberação controlada de fármacos, cicatrização de feridas, aditivo alimentar, embalagem de alimentos, na indústria têxtil, dentre outras (SHARIATINIA, 2019).

### 3.4 Emulsão

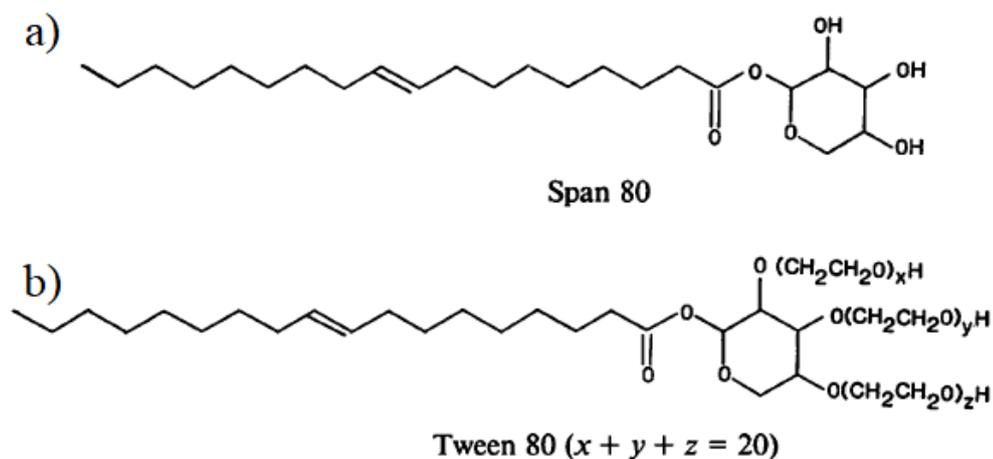
As emulsões são misturas de líquidos imiscíveis entre si onde partículas de um líquido estão dispersas em outro líquido formando um sistema coloidal heterogêneo (CASTRO, 2014). Elas são amplamente utilizadas em indústria de cosméticos, farmacêutica, alimentos e tintas, principalmente em sistemas de dispersões onde se necessita do transporte de substâncias hidrofóbicas em fase aquosa. Entretanto, os sistemas emulsionantes são termodinamicamente instáveis, tendo assim a tendência de ocorrer a separação das fases aquosa e orgânica (FARJAMI; MADADLOU, 2019).

A estabilidade das emulsões pode ser aumentada com a adição de surfactantes, que são moléculas anfifílicas na qual diminuem a tensão superficial de uma solução. Essa propriedade faz com que esses compostos sejam utilizados como emulsificantes para aumentar a estabilidade da emulsão a fim de evitar que ocorra a separação das fases (FRANÇA, 2002).

Dentre os surfactantes não-iônicos mais utilizados estão os ésteres de ácido graxos de sorbitano, também conhecidos como Span, que apresentam um maior caráter lipofílico. O

monooleato de sorbitano (Span 80) é usado como umectante e dispersante em formulações farmacêuticas lipofílicas (AOYAGUI; SANTOS, 2013). Outra classe de emulsificantes não-iônicos são os ésteres de sobitana polioxetilados, conhecidos comercialmente como Tween, que são derivados dos ácidos graxos de sorbitana e apresentam maior caráter hidrofílico em relação a classe dos Span devido a maior polaridade das moléculas. O monooleato de polioxietileno (20) sorbitano (Tween 80) é usado como emulsificante e umectante como aditivo em alimentos e cosméticos (RODRIGUES, 2012).

Figura 4 - Estrutura química dos surfactanes Span 80 (a) e Tween 80 (b).



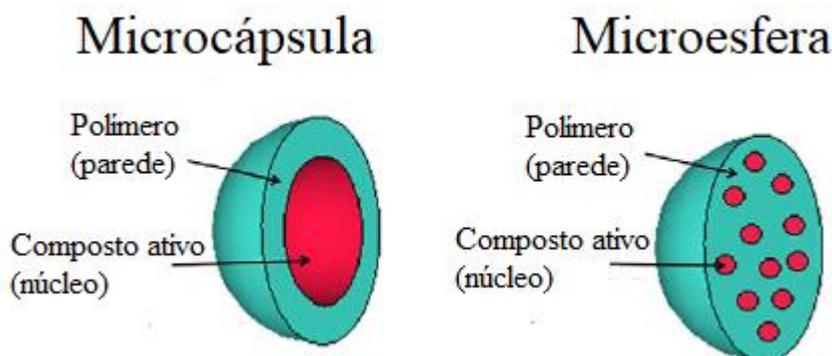
Fonte: Davies, Graham e Vincent (1987), com adaptações.

### 3.5 Microencapsulação

A microencapsulação é uma técnica de aprisionamento de substâncias ativas onde é criada uma barreira física a fim de proteger a substância de reações indesejáveis e das condições do ambiente em que se encontra, como temperatura, pH, ação enzimática, luz, oxigênio e umidade, bem como em mascarar sabores e odores desagradáveis e no auxílio de sua solubilização. Além disso, essa barreira também ajuda na liberação desse composto de forma controlada (CHEN et al., 2019).

As micropartículas variam de 1 a 1000  $\mu\text{m}$  em tamanho. Em seu sistema, o material encapsulado é chamado de núcleo e o material encapsulante de material de parede. Essas partículas podem formar cápsulas, onde todo o composto ativo se encontra no centro revertido pelo material de parede, ou esferas, em que a substância está dispersa por toda a matriz, como pode ser observado na figura 5 (YE; GEORGES; SELOMULYA, 2018).

Figura 5 – Diferença estrutural entre microcápsulas e microesferas.



Fonte: Paulo e Santos. (2017), com adaptações.

Idealmente, essas partículas devem ser biocompatíveis, biodegradáveis, não tóxicas e de baixo custo, onde um dos materiais mais utilizados são os polissacarídeos, pois atendem a estes critérios. A escolha do material encapsulante é de extrema importância, tendo em vista que deve ser quimicamente compatível e não reativo com a substância a ser encapsulada, bem como apresentar características desejáveis como resistência mecânica, flexibilidade, impermeabilidade e estabilidade, dependendo de sua aplicação (CASTRO-ROSAS et al., 2017).

A busca por produtos de valor agregado torna atrativa a utilização das microesferas em diversos tipos de indústrias: farmacêutica, alimentos, cosméticos, têxtil, biomédica, agrícola, entre outras (PAULO; SANTOS, 2017). Para saber suas possíveis aplicações, é necessário ter conhecimento de suas propriedades físico-químicas, estruturais e mecânicas. Dessa forma, diversos parâmetros podem ser analisados a fim de caracterizar as partículas como tamanho, composição química, morfologia, espessura e porosidade, eficiência de encapsulamento, dentre outras (GRAY et al., 2016).

As técnicas utilizadas para produção de microesferas são classificadas entre os métodos físicos, químicos e físico-químicos, tais como *spray-drying*, extrusão, polimerização, evaporação por solvente e gelificação iônica (CHEN et al., 2019).

### 3.5.1 Gelificação iônica

A gelificação iônica é uma técnica físico-química de produção de esferas ou cápsulas na qual se baseia na interação eletrostática entre polímeros iônicos e íons de cargas opostas de modo a formar uma rede tridimensional, promovendo assim a formação de géis. Algumas de suas vantagens em relação a outras técnicas estão a simplicidade do método, a não utilização de solventes orgânicos e a temperatura ambiente para a produção das partículas (ROCHA, 2017).

Para o preparo das partículas por esta técnica, um polímero aniônico é gotejado dentro da solução gelificante, onde à medida que as gotas caem dentro desta última solução ocorre a formação das esferas. Um dos polissacarídeos aniônicos mais utilizados é o alginato devido sua capacidade de formação de gel na presença de cátions monovalentes ou polivalentes. Da mesma forma, o cálcio é o cátion mais usado para a reticulação devido sua baixa toxicidade em relação aos outros metais. Na solução gelificante, além de conter o agente reticulante, também pode haver um polímero catiônico, como a quitosana, para a formação de um complexo polimérico (WANG et al., 2006). Esse complexo pode conferir novas propriedades às partículas, como aumentar sua estabilidade, inibição de cargas superficiais e diminuir a porosidade para uma menor taxa de liberação do composto (LEITE, 2014).

O *Encapsulator* da Buchi® é um equipamento capaz de produzir microesferas homogêneas pelo método da gelificação iônica por vibração mecânica. Nele, é possível ajustar parâmetros que irão influenciar nas propriedades das partículas formadas, tais como diâmetro e frequência de vibração do bico, potencial do eletrodo, pressão e vazão de forma a produzir partículas na faixa de 150 a 2000  $\mu\text{m}$  (SEMBA; TRUSEK-HOŁOWNIA, 2017; BÜCHI, 2015).

Figura 6 – Encapsulator B-395 da Buchi®.



Fonte: Autor.

#### 4 MATERIAIS E MÉTODOS

As partículas foram produzidas com dez proporções diferentes, onde foram usadas concentrações de alginato e quitosana mostradas na tabela 2.

Tabela 2 – Proporções entre alginato e quitosana utilizadas na produção das micropartículas.

% Alginato (m/v)	% Quitosana (m/v)	Razão m/m (Alg/Quit)
0,5	1,5	0,3
1,0	0,3	3,3
	1,5	0,7
	3,0	0,3
1,5	0,7	2,1
	2,5	0,6
2,5	0,7	3,6
	2,3	1,1
3,0	1,5	2,0
1,2	0,0	*

\*Amostra controle.

Para o preparo das partículas, foi utilizado alginato de sódio com grau de pureza de 90%, cloreto de cálcio, ácido acético glacial e Tween 80 (Polissorbato), todos da Dinâmica Química<sup>®</sup>, o Span 80 (Monooleato de sorbitano) da Fluka<sup>®</sup>, e a quitosana de baixo peso molecular (75-85% de desacetilação) da Sigma-Aldrich<sup>®</sup>.

O óleo de Pequi extraído na Embrapa Agroindústria Tropical foi obtido de frutas de produtores de Barbalha, no Ceará. A extração do óleo da polpa foi feita por separação física em meio aquoso de acordo com metodologia de Lima *et al.* (2019). Os frutos foram lavados, higienizados (Cloro 200 ppm por 30min), descascados e submetidos a despulpadeira de martelo (capacidade de 300 kg/hora), com alimentação manual de cerca de um quilograma e tempo de operação (alimentação e despulpa), por cada batelada, de cerca de 2 minutos. A polpa foi armazenada em embalagens plásticas e mantidas em freezer até o momento da extração. Para a extração, as polpas foram submetidas à temperatura  $\leq 45^{\circ}\text{C}$  em fogão industrial e centrifugada a 4500rpm por 15min para a separação do óleo.

#### 4.1. Preparo das emulsões

Foram preparadas emulsões de diferentes concentrações de alginato de sódio com o óleo de Pequi (*Caryocar coriaceum*), segundo metodologia de Perazzo et al. (2015). As soluções de alginato de sódio, nas concentrações apresentadas na tabela 2, foram preparadas com 100 mL de água destilada sob agitação magnética por 24h. Para o preparo da fase aquosa, foram misturados 100 mL das soluções de alginato com 0,55 g do emulsificante Tween 80. Logo após, a mistura foi levada ao Ultra Turrax da marca Marconi<sup>®</sup> em 12000 rpm por 2 minutos, seguido de 1,5 minutos no Ultrassom de sonda UP400S da marca Hielscher<sup>®</sup> com amplitude de 40% e 1 ciclo. Já na fase oleosa, foram misturados 2,0 g de óleo de Pequi com 0,45 g do emulsificante Span 80. Por fim, a fase aquosa foi vertida na fase oleosa e levada ao Ultra Turrax por 5 minutos em 12000 rpm.

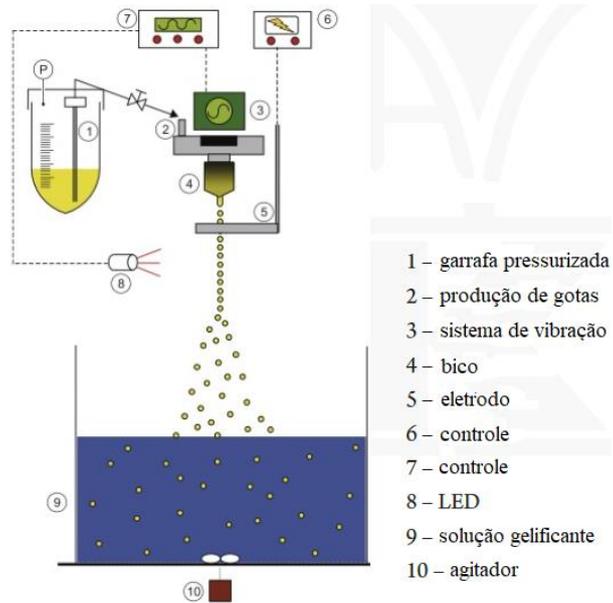
#### 4.2 Preparo da solução reticulante

O preparo da solução reticulante foi feita segundo a metodologia de González-Rodríguez et al. (2002), com adaptações. Foram preparadas 100 mL de solução reticulante com cloreto de cálcio 1,3% (m/v), ácido acético 0,5% (v/v) e variadas concentrações de quitosana, como mostrado na tabela 2. Inicialmente, 1,3 g de cloreto de cálcio foram solubilizados em 100 mL da solução contendo 0,5 mL de ácido acético. Em seguida, adicionou-se a quitosana e a mistura foi levada ao Ultra Turrax a 12000 rpm por 10 minutos.

#### 4.3 Produção das micropartículas

As micropartículas foram produzidas com o *Encapsulator* B-395 da Buchi<sup>®</sup>, conforme o esquema da figura 7, com um bico de 120  $\mu\text{m}$ , frequência de 1800Hz, potencial do eletrodo de 300V e agitação em 80%, seguindo a metodologia de Castelo et al. (2019), com adaptações. Após sua produção, as esferas ficaram imersas na solução reticulante por 24h e, posteriormente, foram lavadas com água destilada. Em seguida, foram secas em papel filtro absorvente para a retirada do excesso de água superficial. Por fim, as partículas foram secas em estufa a 60 °C por 3h.

Figura 7 - Esquema de produção das microesferas no *Encapsulator* B-395 da Büchi® por gelificação iônica.



Fonte: Büchi (2015), com adaptações.

## 4.4 Caracterização

### 4.4.1 Viscosidade

As análises de viscosidade foram realizadas com o reômetro R/S+ Rheometer (7023077) no Laboratório de Frutos Tropicais (LAFRUT), do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará. Foram preparados 200mL de cada solução estudada, de forma que retiraram-se alíquotas de 50mL para cada triplicata, onde foram realizadas varreduras ascendente e descendente, variando a taxa de cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) de 0,000 s<sup>-1</sup> a 200,000 s<sup>-1</sup>. As viscosidades aparentes foram determinadas para o valor  $\dot{\gamma}$  de 100,000 s<sup>-1</sup>.

### 4.4.2 Grau de intumescimento % (GI)

A determinação do grau de intumescimento foi realizada por gravimetria em relação as massas das microesferas secas e suas massas reidratadas, seguindo a metodologia de Castelo et al. (2019). Após a pesagem de 20 partículas secas em estufa, estas foram imersas em 10mL de água destilada em placa de petri, de forma a cobri-las por 24h para reidratação. Decorrido o tempo, as esferas foram colocadas em papel filtro absorvente e pesadas para determinação de suas massas reidratadas. Todas as pesagens foram feitas em triplicatas.

O grau de intumescimento foi calculado em forma percentual de acordo com a expressão (3).

$$\% (GI) = \left( \frac{W_t - W_o}{W_o} \right) \cdot 100 \quad (3)$$

Onde  $W_t$  é a massa de 20 esferas reidratadas e  $W_o$  a massa de 20 esferas secas.

### 4.4.3 Tamanho de partícula

O tamanho das esferas foi determinado pelo microscópio ótico da marca Zeiss modelo Axio Imager A2, no Laboratório de Patologia de Pós-Colheita da Embrapa Agroindústria Tropical, utilizando aumento de 25x. As micrografias foram obtidas de forma a capturar imagens contendo 5 partículas, escolhidas aleatoriamente, a fim de serem feitas as médias das medidas transversais e longitudinais dos diâmetros das mesmas, na qual o tamanho médio foi calculado pelo diâmetro de Ferret, segundo a equação (4) e a metodologia de Zanetti et al. (2002).

$$D_M = \frac{d+D}{2} \quad (4)$$

Onde  $D_M$  é o diâmetro médio,  $d$  é o maior diâmetro de uma circunferência inscrita e  $D$  o maior diâmetro da circunferência circunscrita, ambos em relação a maior seção transversal da partícula.

#### **4.4.4 Esfericidade**

O grau de esfericidade das partículas obtidas foi determinado pelo método de Riley (1941), de acordo com a expressão (5).

$$\Phi_o = \sqrt{\frac{d}{D}} \quad (5)$$

Onde  $\Phi_o$  é a esfericidade,  $d$  é o maior diâmetro de uma circunferência inscrita e  $D$  o maior diâmetro da circunferência circunscrita, ambos em relação a maior seção transversal da partícula.

#### **4.5 Análise Estatística**

As análises estatísticas foram realizadas no programa Statistica Dell versão 13, onde utilizou-se o teste de Mann-Whitney para comparação de duas médias com nível de confiança de 5%.

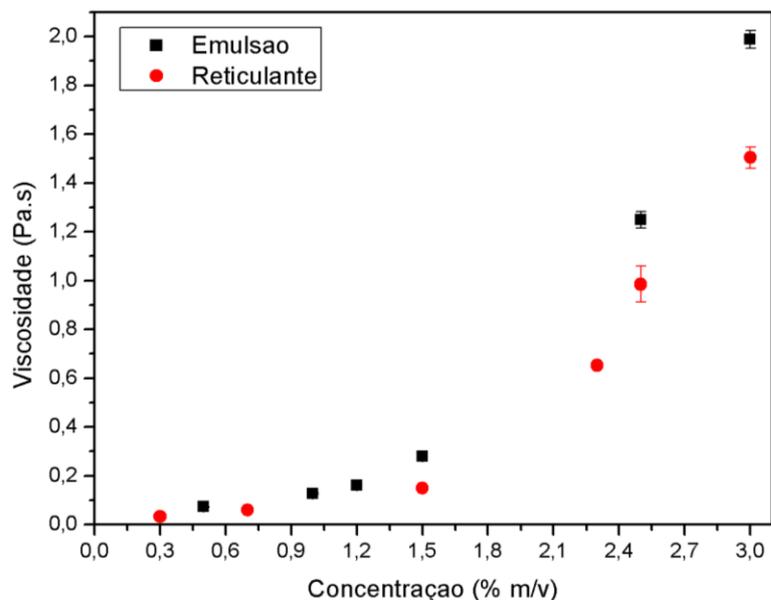
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Viscosidade da emulsão e solução reticulante

A viscosidade é uma propriedade que os fluidos apresentam em sofrer resistência ao escoamento devido ao movimento ocasionado pela difusão molecular. Para soluções, a presença de soluto em diferentes concentrações pode alterar essa propriedade.

Pela análise das viscosidades aparentes para uma taxa de cisalhamento de  $100 \text{ s}^{-1}$  das soluções estudadas, é visto que o aumento da concentração, tanto do alginato quanto da quitosana, aumenta a viscosidade das soluções. Isso era esperado tendo em vista que, para menores concentrações, há menor interação e menor atrito entre as cadeias poliméricas de forma a permitir maior escoamento do fluido. Para maiores concentrações esse atrito é maior, apresentando assim maior resistência a fluidez (SCHRAMM, 1994). Essa relação pode ser vista na figura 8.

Figura 8 - Relação entre viscosidade e concentração de alginato (0,5%, 1,0%, 1,2%, 1,5%, 2,5% e 3,0% m/v) na emulsão (alginato, Tween, Span e óleo de Pequi) e de quitosana (0,3%, 0,7%, 1,5%, 2,3%, 2,5% e 3,0% m/v) no reticulante (quitosana, cloreto de cálcio e ácido acético) para  $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$ .

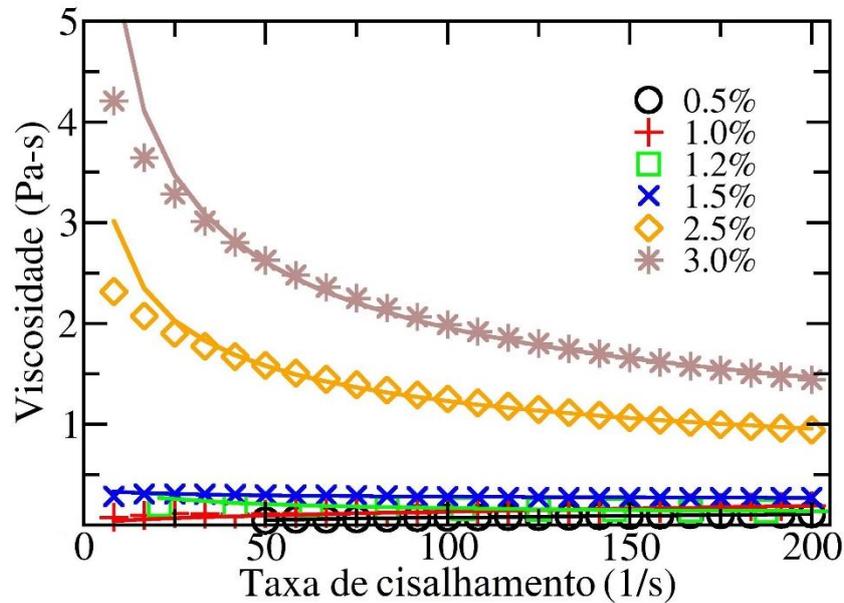


Fonte: Autor.

Pela análise dos perfis reológicos das emulsões, é possível observar que a medida que se aumenta a concentração de alginato na emulsão há um aumento gradativo do comportamento próximo ao de um fluido Newtoniano para comportamento pseudoplástico, já que em baixas concentrações a viscosidade não varia de forma significativa com a variação da taxa de

cisalhamento, enquanto que em altas concentrações a viscosidade vai decaindo com a taxa de cisalhamento. Esse comportamento pode ser observado na figura 9.

Figura 9 - Curva de viscosidade das emulsões (alginato, Tween, Span e óleo de Pequi) com concentrações de alginato variando de 0,5%, 1,0%, 1,2%, 1,5%, 2,5% e 3,0% em m/v.

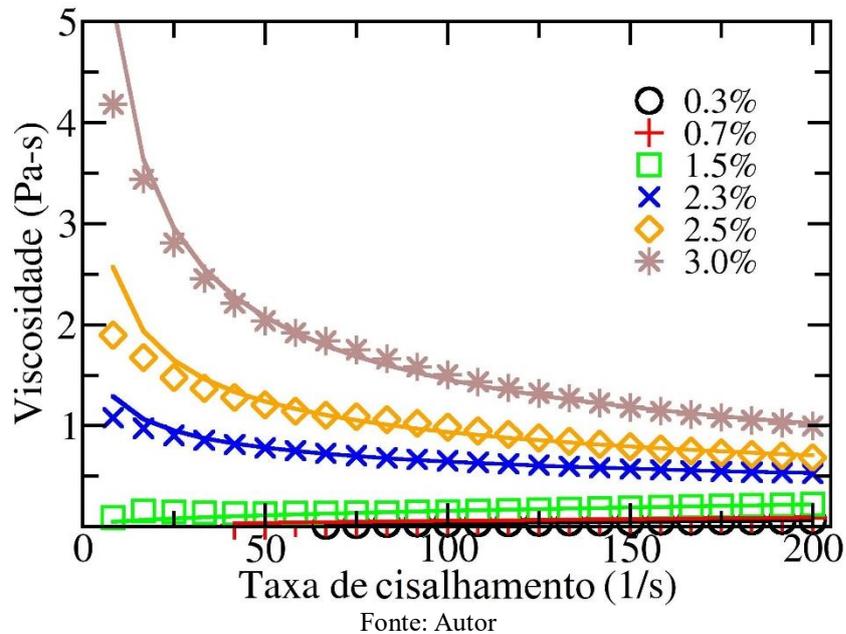


Fonte: Autor

O comportamento pseudoplástico de soluções de polissacarídeos ocorre devido ao alinhamento das moléculas dos polímeros, que antes estavam desordenadas com as cadeias entrelaçadas, na direção da tensão de cisalhamento aplicada. Com isso, ocorre o favorecimento da fluidez, diminuindo assim a viscosidade (SCHRAMM, 1994).

De modo semelhante, as soluções reticulantes com baixas concentrações de quitosana, de 0,3% a 1,5% (m/v), apresentaram perfil próximo do Newtoniano e as com altas concentrações, de 2,3% a 3,0% de quitosana (m/v), um comportamento pseudoplástico, que pode ser visto na figura 10.

Figura 10 - Curva de viscosidade das soluções reticulantes (quitosana, cloreto de cálcio e ácido acético) com concentrações de quitosana variando de 0,3%, 0,7%, 1,5%, 2,3%, 2,5% e 3,0% em m/v.



Esses comportamentos podem ser descritos matematicamente pela aplicação dos modelos reológicos, onde pode-se fazer linhas de tendências para simular um modelo. O ajuste dos dados é conferido pela observação do coeficiente de correlação ( $R^2$ ), sendo mais próximo de 1, melhor o ajuste. Pelas análises de regressão não-linear, o melhor modelo foi de Ostwald de Weale, em que as expressões que regem seu comportamento estão mostradas nas equações (6), de tensão de cisalhamento e (7), de viscosidade.

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad (6)$$

$$\mu = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (7)$$

Onde,  $\tau$  é a tensão de cisalhamento,  $\mu$  a viscosidade efetiva,  $K$  o índice de consistência,  $n$  o índice de comportamento e o  $\dot{\gamma}$  a taxa de cisalhamento.

O índice de consistência ( $n$ ) é o parâmetro do modelo relacionado ao modo como o fluido se comporta, podendo ser caracterizado, de modo geral, como fluido Newtoniano ou não-Newtoniano. Para fluidos Newtonianos o valor de  $n$  é igual a 1, sendo que para  $n > 1$  tem-se os fluidos caracterizados como dilatantes e para  $n < 1$  como fluidos pseudoplásticos.

Avaliando os parâmetros obtidos para o modelo de Ostwald, nota-se que tanto para as emulsões quanto para os reticulantes com baixas concentrações de alginato e quitosana o valor de  $n$  é maior que 1. Entretanto, estudos reológicos realizados por Hwang e Shin (2000) e Brzezińska e Szparaga (2015), mostram que, de modo geral, soluções de alginato e quitosana a

baixas concentrações apresentam valor de  $n$  próximo de 1, decaindo gradativamente a medida que aumenta a concentração. Um fator que pode justificar os valores obtidos é a sensibilidade do aparelho utilizado não ser adequada para soluções com baixas viscosidades, já que o mesmo foi utilizado para todas as soluções. Já para as amostras mais concentradas o comportamento foi o esperado, com  $n$  menor que 1.

O índice de consistência ( $K$ ) é termo indicativo do grau de resistência do fluido ao escoamento e é uma grandeza diretamente proporcional a viscosidade. Os valores de  $n$  e  $K$  obtidos para as amostras estão mostrados na tabela 3.

Tabela 3 – Valores do índice de consistência ( $K$ ) e índice de comportamento ( $n$ ) das emulsões e do reticulante para o modelo de Ostwald.

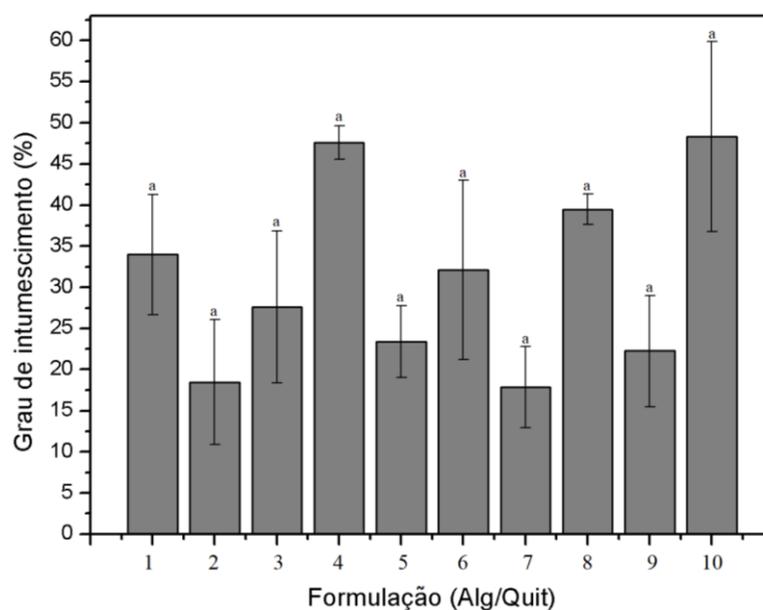
<b>Emulsão</b> (alginato, tween, Span e óleo de Pequi)				<b>Reticulante</b> (quitosana, cloreto de cálcio e ácido acético)			
% Alginato (m/v)	$K$	$n$	$R^2$	% Quitosana (m/v)	$K$	$n$	$R^2$
<b>0.5%</b>	0.005	1.558	0.9998	<b>0.3%</b>	0.0005	1.908	0.9967
<b>1.0%</b>	0.013	1.507	0.9990	<b>0.7%</b>	0.0026	1.666	0.9983
<b>1.2%</b>	0.670	0.696	0.9991	<b>1.5%</b>	0.0161	1.492	0.9985
<b>1.5%</b>	0.375	0.937	0.9997	<b>2.3%</b>	2.3397	0.720	0.9997
<b>2.5%</b>	6.492	0.638	0.9990	<b>2.5%</b>	6.0898	0.593	0.9958
<b>3.0%</b>	13.192	0.585	0.9987	<b>3.0%</b>	15.2942	0.489	0.9970

Dessa forma, é observado que o valor de  $K$  aumenta de acordo com o aumento da viscosidade das soluções, que ocorre à medida que se vai aumentando a concentração de alginato e quitosana.

## 5.2 Grau de intumescimento das partículas

Para determinar o grau de intumescimento das amostras, que mede o nível de aumento do volume de um polímero quando está imerso em um solvente, foi aplicado a equação (3), onde os resultados estão mostrados na figura 11.

Figura 11 – Grau de intumescimento das micropartículas obtidas nas proporções de alginato/quitosana de A0,5%-Q1,5% (1); A1,0%-Q0,3% (2); A1,0%-Q1,5% (3); A1,0%-Q3,0% (4); A1,5%-Q0,7% (5); A1,5%-Q2,5% (6); A2,5%-Q0,7% (7); A2,5%-Q2,3% (8); A3,0%-Q1,5% (9) e A1,2%-Q0,0% (10) em % m/v.



Letras iguais nas diferentes barras representam que não há diferença significativa entre os valores ( $p > 0,05$ ).

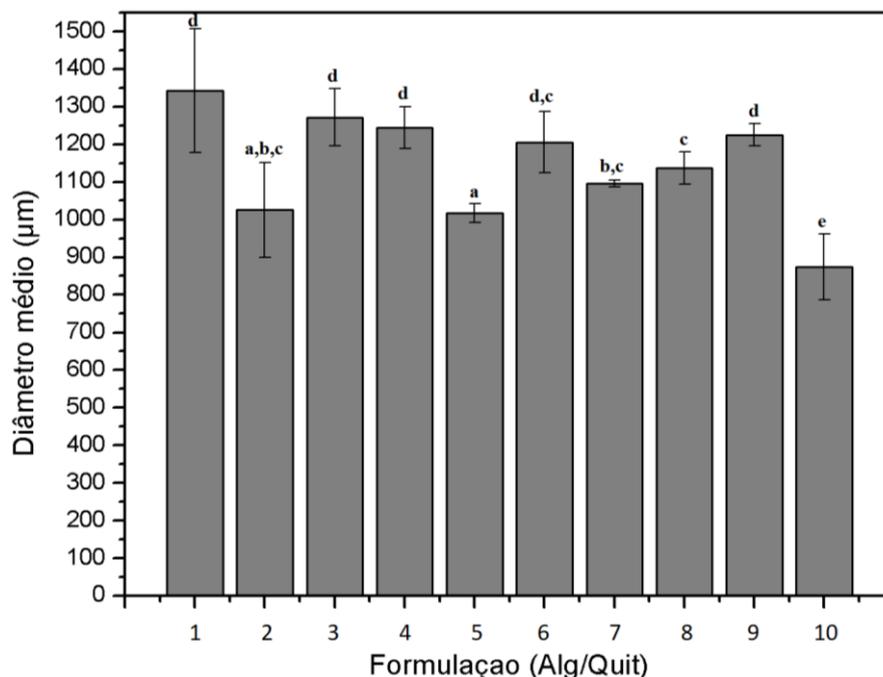
Fonte: Autor.

De acordo com o Teste de Mann-Whitney, não houve diferença significativa entre os valores para um nível de confiança de 5%, já que os valores de  $p$  das médias foram acima de 0,05. Assim, não é possível observar uma tendência na relação entre as proporções utilizadas e suas influências no intumescimento.

### 5.3 Tamanho das partículas

O controle do tamanho de partícula é importante, pois o diâmetro requerido pode variar dependendo de sua aplicação. A partir das micrografias e da aplicação da equação (4), obteve-se o diâmetro médio das partículas. Os resultados estão mostrados na figura 12.

Figura 12 - Tamanho médio das micropartículas obtidas nas proporções de alginato/quitosana de A0,5%-Q1,5% (1); A1,0%-Q0,3% (2); A1,0%-Q1,5% (3); A1,0%-Q3,0% (4); A1,5%-Q0,7% (5); A1,5%-Q2,5% (6); A2,5%-Q0,7% (7); A2,5%-Q2,3% (8); A3,0%-Q1,5% (9) e A1,2%-Q0,0% (10) em % m/v.



Diferentes letras nas barras representam que há diferença significativa entre os valores ( $p < 0,05$ ).

Fonte: Autor

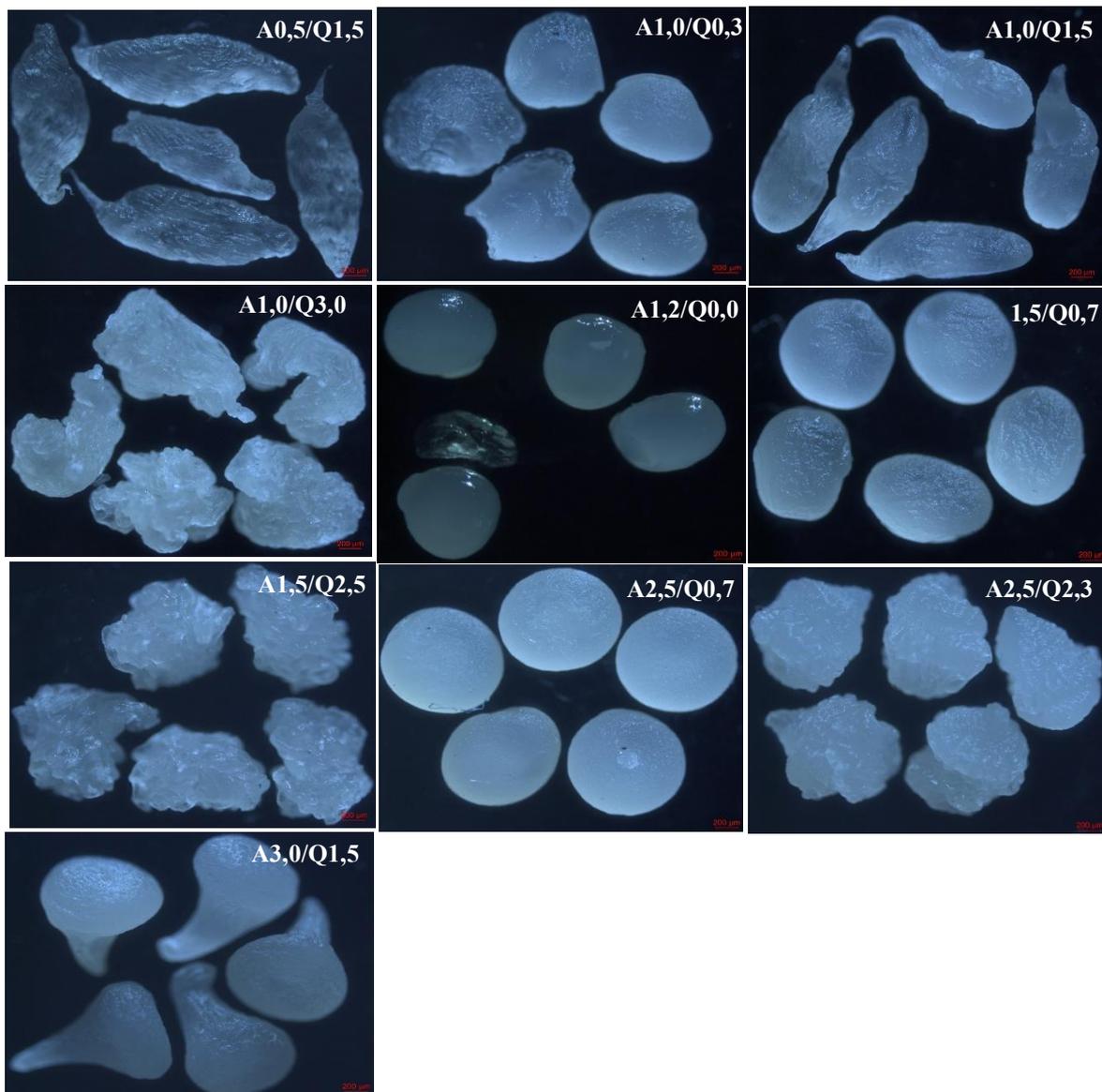
As amostras com formulação A0,5%-Q1,5%, A1,0%-Q1,5%, A1,0%-Q3,0%, A1,5%-Q2,5%, A3,0%-Q1,5%, e apresentaram o maior valor de tamanho de partícula. É possível observar que, destas amostras, as que contêm 1,5% de quitosana (m/v) combinadas com alginato 0,5%, 1,0% e 3,0% (m/v) não houve modificação no tamanho, indicando assim uma tendência de que o alginato não tem interferência considerável no diâmetro das esferas. Já a amostra A1,2%-Q0,0% (sem quitosana) foi a partícula que apresentou menor tamanho. Isso sugere que a quitosana tem uma tendência a influenciar mais significativamente no aumento do tamanho das partículas do que o alginato.

Avaliando a influência das viscosidades no tamanho das partículas, é observado que as esferas de menor diâmetro foram as que tiveram a menor concentração de quitosana e de menor viscosidade na solução reticulante.

#### 5.4 Esfericidade das partículas

A determinação da esfericidade das partículas é importante para determinar se as partículas têm uma morfologia esférica. As imagens obtidas pela microscopia ótica das amostras mostram a variação da morfologia com diferentes proporções entre alginato e quitosana, onde estão mostradas na figura 13.

Figura 13 - Micrografias das partículas com diferentes proporções entre alginato/quitosana em % m/v, com aumento de 25x.

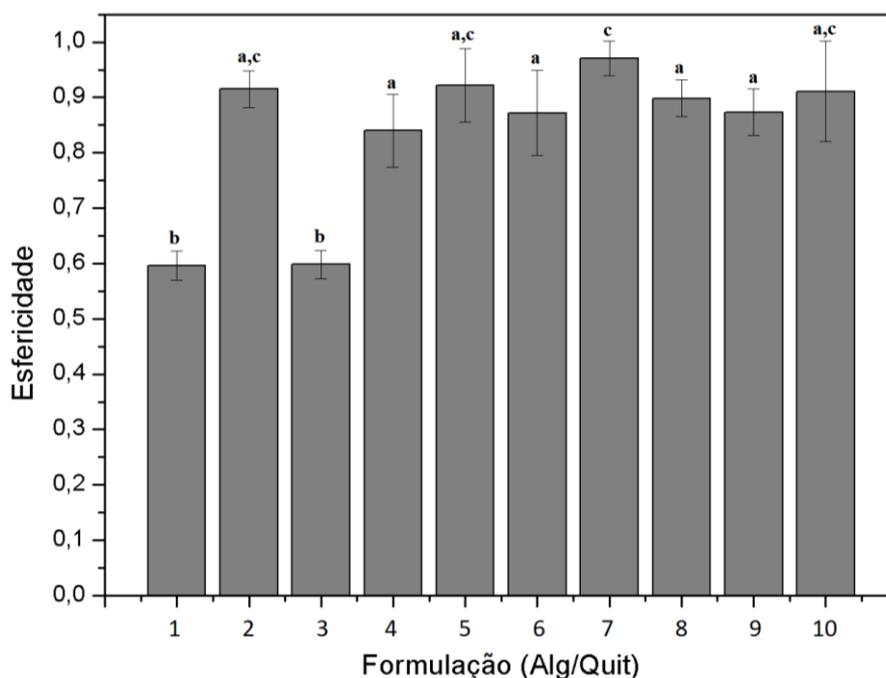


Fonte: Autor.

Observando as micrografias, é possível notar que diferentes proporções entre alginato e quitosana alteram a morfologia, de forma que, visualmente, as formulações A1,0%-Q0,3%, A1,2%-Q0,0%, A1,5%-Q0,7%, e A2,5%-Q0,7% são as mais esféricas. Também é observado que para concentrações de quitosana acima de 0,7% (m/v) ocorre uma perda gradual da esfericidade.

O grau de esfericidade das partículas foi calculado de acordo com o método de Riley (1941) pela aplicação da equação (5), onde quanto mais próximo de 1 for o valor de  $\Phi$ , mais esférica é a morfologia da partícula. Os resultados obtidos estão mostrados na figura 14.

Figura 14 - Grau de esfericidade das micropartículas obtidas nas proporções de alginato/quitosana de A0,5%-Q1,5% (1); A1,0%-Q0,3% (2); A1,0%-Q1,5% (3); A1,0%-Q3,0% (4); A1,5%-Q0,7% (5); A1,5%-Q2,5% (6); A2,5%-Q0,7% (7); A2,5%-Q2,3% (8); A3,0%-Q1,5% (9) e A1,2%-Q0,0% (10) em % m/v.



Diferentes letras representam que há diferença significativa entre os valores ( $p < 0,05$ ).

Fonte: Autor.

Pela análise estatística, as amostras A1,0%-Q0,3%, A1,2%-Q0,0%, A1,5%-Q0,7% e A2,5%-Q0,7% com valores de  $\Phi$  acima de 0,9, não apresentaram diferença significativa entre si com  $p > 0,05$ . Para essas formulações, foram utilizadas baixas concentrações de quitosana, variando de 0 a 0,7% (m/v), de forma que as concentrações de alginato foram maiores em todos os casos. Já as amostras A0,5%-Q1,5% e A1,0%-Q1,5% com valores de  $\Phi$  abaixo de 0,6 também tiveram o valor de  $p > 0,05$ , onde utilizou-se uma quantidade maior de quitosana. Com isso, há um indicativo de que a obtenção de partículas mais esféricas é favorecida em proporções de alginato maiores do que de quitosana.

Correlacionando a morfologia das partículas com a viscosidade, é possível notar que, de um modo geral, o aumento da viscosidade da solução reticulante torna as partículas menos esféricas, já que foram obtidas com valores de esfericidade mais próximas de 1, foram aquelas com menores valores de concentração de quitosana. Assim, o aumento da viscosidade da solução reticulante pode influenciar na gelificação das partículas tornando esse processo mais lento, bem como o impacto das gotas das emulsões ao se chocar com o reticulante, fazendo assim com que altere sua morfologia.

No início do gotejamento, a gota da emulsão se desprende do bico do equipamento no momento em que o peso supera a força de tensão superficial, mas é necessário que a gota não se deforme no impacto com a superfície da solução reticulante. Segundo Dang e Joo (2013), essa deformação ocorre devido à diferença entre a tensão superficial das gotas da emulsão e do reticulante, pois, como a velocidade de gelificação é mais lenta do que o desequilíbrio da tensão superficial, a formação da partícula se dá de forma não uniforme, fazendo com que surja uma cauda na partícula. Foi observado que uma forma de diminuir a formação da calda é aumentando a concentração de cálcio, pois acelera o processo de reticulação tornando-as mais esféricas.

## 6 CONCLUSÃO

Foi possível produzir as partículas de alginato e quitosana com o óleo de Pequi (*Caryocar coriaceum* Wittm) de modo que as diferentes concentrações destes dois biopolímeros conferiram novas propriedades reológicas a emulsão e a solução reticulante, influenciando no tamanho e esfericidade das partículas.

Foi observado que as partículas que tiveram concentração de quitosana acima de 0,7% (m/v) foram as maiores e menos esféricas.

## REFERÊNCIAS

- AOYAGUI, C.; SANTOS, D. O. S. “ Estudo Do Efeito Da Composição Dos Ésteres De Ácidos Graxos De Sorbitanas Comerciais Na Cristalização De Óleo De Palma Refinado ”. 2013.
- AZEREDO, H. M. C. et al. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentação e Nutrição, Araraquara**, v. 16, n. 1, p. 89–97, 2005.
- BEZERRA, N. K. M. S.; BARROS, T. L.; COELHO, N. P. M. F. A ação do óleo de pequi (Caryocar brasiliense) no processo cicatricial de lesões cutâneas em ratos. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 17, n. 4, p. 875–880, 2015.
- BHATTARAI, N.; GUNN, J.; ZHANG, M. Chitosan-based hydrogels for controlled, localized drug delivery. **Advanced Drug Delivery Reviews**, v. 62, n. 1, p. 83–99, 2010.
- BRZEZIŃSKA, M.; SZPARAGA, G. The effect of sodium alginate concentration on the rheological parameters of spinning solutions. **Autex Research Journal**, v. 15, n. 2, p. 123–126, 2015.
- BÜCHI. **Encapsulator B-395 Pro Operation Manual**, 2016.
- CASTELO, R. M.; MATTOS, A. L. A.; FURTADO, R. F. **Microencapsulação do óleo da polpa de pequi (caryocar coriaceum) em matriz polimérica de quitosana / alginato**. 15º Congresso Brasileiro de Polímeros. **Anais**. 2019
- CASTRO-ROSAS, J. et al. Recent advances in microencapsulation of natural sources of antimicrobial compounds used in food - A review. **Food Research International**, v. 102, n. May, p. 575–587, 2017.
- CASTRO, R. M. L. DE. **Emulsão : uma revisão bibliográfica**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Farmácia) - Universidade Federal da Paraíba, Paraíba, 2014.
- CHEN, L. et al. A review on advanced microencapsulation technology to enhance bioavailability of phenolic compounds: Based on its activity in the treatment of Type 2 Diabetes. **Trends in Food Science and Technology**, v. 85, n. January, p. 149–162, 2019.
- DANG, T. D.; JOO, S. W. Preparation of tadpole-shaped calcium alginate microparticles with sphericity control. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 102, p. 766–771, 2013.
- DAVIES, R.; GRAHAM, D. E.; VINCENT, B. Water-cyclohexane-"Span 80"- "Tween 80" systems: Solution properties and water/oil emulsion formation. **Journal of Colloid And Interface Science**, v. 116, n. 1, p. 88–99, 1987.
- DE LIMA, A. et al. Composição química e compostos bioativos presentes na polpa e na amêndoa do pequi (Caryocar brasiliense, Camb.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 29, n. 3, p. 695–698, 2007.
- DE SOUZA, J. P. et al. Estabilidade de produtos de pequi (Caryocar coriaceum Wittm) sob congelamento em diferentes tipos de embalagens. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 35, n. 4, p. 971–976, 2013.

DIAS, M. L. et al. Alginate microparticles as oral colon drug delivery device : A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 168, p. 32–43, 2017.

FARJAMI, T.; MADADLOU, A. An overview on preparation of emulsion-filled gels and emulsion particulate gels. **Trends in Food Science and Technology**, v. 86, n. July 2018, p. 85–94, 2019.

FRANÇA, F. C. F. DE. **Síntese e caracterização de surfactantes alquil glicosídicos derivados da amilose extraída da batata inglesa (*Solanum Tuberosum L.*)**. Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) - Universidade Federal do Ceará, Ceará, 2002.

G. F. BRITO, P. AGRAWAL, E. M. ARAÚJO, T. J. A. M. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 6, n. 5, p. 127–139, 2011.

GARCIA-CRUZ, C. H.; FOGGETTI, U. Alginato bacteriano: Aspectos tecnológicos, características e produção. **Quim. Nova**, v. 31, n. 7, p. 1800–1806, 2008.

GIEHL ZANETTI, B.; SOLDI, V.; LEMOS-SENNA, E. Efeito da adição de polietilenoglicóis nas formulações de microesferas de acetobutirato de celulose sobre a eficiência de encapsulação da carbamazepina e morfologia das partículas. **Revista Brasileira de Ciências Farmaceuticas/Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 38, n. 2, p. 229–236, 2002.

GRAY, A. et al. Determination of microcapsule physicochemical, structural, and mechanical properties. **Particuology**, v. 24, p. 32–43, 2016.

JOHNER, J. C. F. et al. Kinetic behavior and economic evaluation of supercritical fluid extraction of oil from pequi (*Caryocar brasiliense*) for various grinding times and solvent flow rates. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 140, n. May, p. 188–195, 2018.

KWAN HWANG, J.; SHIN, H. H. Rheological properties of chitosan solutions. **Australia Rheology Journal**, v. 12, n. 3, p. 175–179, 2000.

LEE, K. Y.; MOONEY, D. J. Alginate: Properties and biomedical applications. **Progress in Polymer Science (Oxford)**, v. 37, n. 1, p. 106–126, 2012.

LEITE, M. V. **Microcápsulas de alginato-quitosana contendo nanopartículas magnéticas para liberação controlada de progesterona**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense, Rio de Janeiro, 2014.

LIMA, A. C. et al. Obtenção do Óleo da Polpa de Pequi por Separação Física Utilizando-se Centrifugação. **EMBRAPA COMUNICADO TÉCNICO 254**, p. 6, 2019.

LUO, Y.; WANG, Q. Recent development of chitosan-based polyelectrolyte complexes with natural polysaccharides for drug delivery. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 64, p. 353–367, 2014.

M.L. GONZÁLEZ-RODRÍGUEZ, M.A. HOLGADO, C. SÁNCHEZ-LAFUENTE, A.M. RABASCO, A. F. Alginate/chitosan particulate systems for sodium diclofenac release.

**International Journal of Pharmaceutics**, v. 232, p. 225–234, 2002.

MUXIKA, A. et al. Chitosan as a bioactive polymer: Processing, properties and applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 105, p. 1358–1368, 2017.

NASCIMENTO, L. M. **Óleo De Pequi – Um Nutracêutico Com Propriedades Antioxidante: Uma Revisão De Literatura**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Farmácia) - Universidade de Brasília, Goiás, 2018.

PAQUES, J. P. et al. Preparation methods of alginate nanoparticles. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 209, p. 163–171, 2014.

PAULO, F.; SANTOS, L. Design of experiments for microencapsulation applications: A review. **Materials Science and Engineering C**, v. 77, p. 1327–1340, 2017.

PERAZZO, A.; PREZIOSI, V.; GUIDO, S. Phase inversion emulsification: Current understanding and applications. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 222, p. 581–599, 2015.

RILEY, N. A. Projection Sphericity. *J. Sediment. Petrol.*, v. 11, n. 2, p. 94–97, 1941.

ROCHA, L. C. R. **Desenvolvimento de micropartículas contendo suco de tomate via gelificação iônica**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Biomateriais) - Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais, 2017.

RODRIGUES, D. D. C. **Influência de amido de mandioca e cera de carnaúba sobre as propriedades físicas de filme à base de goma de cajueiro**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal do Ceará, Ceará, 2012.

ROLIM, A. E. H. et al. Chitosan scaffolds - Physico - Chemical and biological properties for bone repair. **Revista Virtual de Química**, v. 10, n. 2, p. 211–228, 2018.

SCHRAMM, G. **Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos**. 2. ed. São Paulo, SP: Artliber Editora, 2006.

SHARIATINIA, Z. Pharmaceutical applications of chitosan. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 263, p. 131–194, 2019.

SIMÓ, G. et al. Research progress in coating techniques of alginate gel polymer for cell encapsulation. **Carbohydrate Polymers**, v. 170, p. 1–14, 2017.

WANG, W. et al. Microencapsulation using natural polysaccharides for drug delivery and cell implantation. **Journal of Materials Chemistry**, v. 16, n. 32, p. 3252–3267, 2006.

YE, Q.; GEORGES, N.; SELOMULYA, C. Microencapsulation of active ingredients in functional foods: From research stage to commercial food products. **Trends in Food Science and Technology**, v. 78, n. January, p. 167–179, 2018.